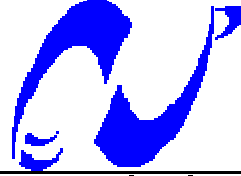


RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

*Ecole Nationale Polytechnique
Département de Métallurgie*



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département du Métallurgie

*Projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme
D'Ingénieur d'Etat en Métallurgie*

Thème

*Caractérisation microstructurale et
mécanique de l'acier inoxydable
martensitique*

X3CrNiMo13-4

Proposé par :

*Pr M. BOUABDALLAH
Co-promoteur:
M' K-E-D BETTAHER*

Etudié par :

M' ZERGUI Hamza

Juin 2007

Ecole national polytechnique, 10 Av. Hassan Badi, El Harrach, Alger, Algérie

ملخص :

إن هذه الدراسة تبحث بهدف الحصول على خصائص ميكانيكية هامة لمعرفة كل من الصلابة والمقاومة ضد التآكل والمرونة للفولاذ المرتسيتيكي غير المتأكسد عن طريق معالجات حرارية مثل التبريد بسرعة بعد التسخين.

الكلمات المفتاحية: الطحن الميكانيكي , المعالجة الحرارية, تخصيص المسحوق, تعدين المسحوق, الخراطة, الجداة.

Résume :

L'étude qui suit à pour but de recherche à obtenir de bonnes propriétés mécaniques à savoir la dureté, la résistance a l'usure et la ténacité d'un acier inoxydable martensitique par recours a des traitements thermiques comme la trempe et le revenu.

Mots clés :

Métallurgie des poudres, tournage, caractérisation des poudres, la taille des grains, croissance, traitement thermique, broyage mécanique, homogénéisation.

Abstract :

This study look for obtain good mechanical proprieties for identify the hardness, the resistance for usury and the tenacity of martensitic unoxidable steel using thermical treatments as the temper and the income.

Key words: Metallurgy of the powders, turning, characterization of the powder, size of the grains, growth, heat treatment, mechanical crushing, homogenisation.



Remerciement

A l'issu de cette étude, Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à toutes les personnes qui m'ont aidé tout au long de mon travail.

Ma reconnaissance va plus particulièrement à :

Mon promoteur le prpfesseur Bouabdallah ainsi que Mr Battaher.K pour avoir proposé ce sujet, de m'avoir conseillé et encadré.

Notre reconnaissance à tout le personnel du CSC pour leur gentillesse et le jury de notre thèse.

Nous remercions Mr M.E. DJEGHLAL d'avoir accepter de présider le jury de notre thèse.

Nous remercions Mr abadli et Mr kasser D'avoir accepter de juger notre travail.

Mon respect aux membres du jury qui me feront l'honneur de juger mon travail.



DEDICACES

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers et tendres parents, que Dieu les protège ;

A mes frères mes sœurs, mes neveux et nièces ;

A ma grand-mère et toute ma famille ;

A tous les étudiants de 5eme et 4eme Année du département de métallurgie ;

A tous mes amis, particulièrement, 3llilou, Omar, Rafik, Waheb, Nabil, Tarif, Farouk, Hichem, Bilel, Hamza, Jakob, Adel, Malik, Moh Mansour,

A tous ceux que j'aime et qui m'aiment, ou` qu'ils soient.

Hamza

SOMMAIRE

Introduction	1
---------------------------	---

Chapitre 1 : Les Aciers Inoxydables

I.1. Définition.....	2
I.2. Domaines d'applications.....	2
I.3. Composition et structure des aciers inoxydables.....	
I.4. L'influence des éléments d'alliages sur la structure des aciers inoxydables.....	5
I.4.1. Les éléments d'addition.....	6
I.5. Classification des aciers inoxydables.....	8
I.5.1. les aciers inoxydables ferritique.....	9
I.5.2. les aciers inoxydables martensitiques.....	9
I.5.3. les aciers inoxydables austénitiques.....	10
I.5.4. les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).....	10
I.5.5. Aciers inoxydables austénitiques ou martensitiques a durcissement structural...	11
I.6. Propriétés physiques, caractéristiques mécaniques et composition chimiques des aciers inoxydables.....	11
I.6.1. Propriétés physiques des aciers inoxydables.....	12
I.6.1.1. Aciers inoxydables martensitiques.....	12
I.6.1.2. Aciers inoxydables ferritiques.....	12
I.6.1.3. Aciers inoxydables austénitiques.....	12
I.6.1.4. Aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	13
I.6.1.5. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation.....	13
I.6.2. Propriétés mécanique des aciers inoxydables.....	13
I.6.3. La composition chimique.....	14
I.7. Résistance a la corrosion.....	14
I.7.1. La corrosion par piqûres et cavernes.....	15
I.7.2. La corrosion intergranulaire.....	15
I.7.3. La corrosion sous contrainte.....	16
I.8. Les traitements thermique des aciers inoxydables.....	16
I.9. Traitements thermiques des aciers inoxydables martensitiques.....	18
I.9.1. Trempe martensitique par refroidissement continu.....	19
I.9.2. Trempe isotherme.....	21
I.9.3. Traitement de déstabilisation de l'austénite.....	22
I.9.4. Traitements de détensionnement et de revenu.....	23
I.9.5. Traitements d'adoucissement (recuit).....	25
I.9.6. Traitements thermomécaniques.....	27
I.9.7. Traitements de durcissement.....	28
I.9.7.1. Austénitisation et trempe martensitique.....	28
I.9.7.2. Durcissement par précipitation.....	29
I.10. Déformation des aciers inoxydables.....	29

Chapitre II : Techniques expérimentales

II.1. Matériau utilisé.....	30
II.1.1. Identification du matériau.....	30
II.1.2. Composition chimique.....	30
II.2. Prélèvement des échantillons.....	30
II.3. Traitements thermiques.....	30
II.3.1. Traitement de trempe.....	30
II.3.2. Traitement de revenu.....	31
II.4. Méthodes de caractérisation.....	31
II.4.1. Méthodes de caractérisation structurale.....	31
II.4.1.1. Préparation métallographique.....	31
II.5. Observation structurale.....	32
II.5.1. Microscope optique.....	32
II.5.2. Microscopie électronique à balayage.....	32
II.6. Caractérisation mécanique.....	33
II.6.1. Essais de dureté.....	33

Chapitre III. Résultats et interprétations

III.1. Identification Des Matériaux.....	34
III.1.1. Analyse Chimique.....	34
III.1.2. Analyse microstructurale.....	34
III.2. Présentation du métal étudié.....	34
III.3. Les traitements de trempe.....	36
III.3.1. Résultats obtenus.....	36
III.3.2. Observation.....	39
III.4. Traitement de revenu.....	40
III.4.1. Observations.....	46
III.5. Comportement mécanique.....	46
III.5.1. Essai de dureté.....	46
III.5.2. Discussion.....	48
Conclusion.....	49
Références bibliographiques.....	50

Introduction

Les aciers inoxydables jouent un grand rôle dans d'innombrables domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, chimie, transports, médecine et chirurgie, etc. Comme les autres aciers, ce sont des alliages de fer et de carbone auquel on vient d'ajouter du chrome et d'autres éléments (Ni, Mo, Mn, Ti, Si,.....). Par rapport à leurs possibles substituts, ces aciers restent difficilement remplaçables au regard de leurs caractéristiques mécaniques élevées résistance aux efforts, dureté et résistance aux chocs avec une très bonne tenue en milieu corrosif.

L'élément d'alliage auquel les aciers inoxydables doivent leur résistance à la corrosion est le chrome. Contrairement aux aciers ordinaires qui rouillent, les aciers inoxydables échappent à cette oxydation sous l'influence du chrome qu'ils contiennent, cet élément possède la propriété d'être passif. Comme nous le verrons, il existe de très nombreuses nuances d'acier inoxydables et le choix est parfois difficile, car elles n'ont pas tout le même comportement dans un milieu donné. On les désigne souvent par les pourcentages massiques en nickel et en chrome.

L'objectif de notre travail va porter sur l'influence des traitements thermiques (hypertrempe) et (Revenu) sur la microstructure et les propriétés mécaniques (dureté) de l'acier. Elle se divise en trois parties :

La première partie est consacrée à la recherche bibliographique qui donne un aperçu général sur les aciers inoxydables et les traitements thermiques.

La deuxième partie, nous donnons une description des méthodes expérimentales utilisées.

La dernière partie est consacrée à la présentation et l'interprétation des différents résultats obtenus.

I. Les Aciers Inoxydables**I.1. Définition**

Selon la norme NF EN 10020 (qui en juin 1989 a remplacé la norme NF A 02-025), « on appelle acier un matériau dont le fer est l'élément prédominant , sa teneur en carbone est généralement inférieure à 2 % et il contient d'autres éléments , un nombre limité d'aciers au chrome peut avoir une teneur en carbone supérieure à 2 % , mais cette valeur de 2 % est la teneur limite courante qui sépare l'acier de la fonte » , il est inoxydable lorsqu'il contient au maximum 1,2% de carbone et au moins 10,5% de chrome, et qui peut contenir des éléments d'additions qui vont apporter des caractéristiques différentes, et une grande variété de propriétés.

Les aciers inoxydables sont donc des alliages à base de fer, ayant la propriété de résister à plusieurs types de corrosions tout en gardent des caractéristiques structurales et mécaniques élevés d'où leurs utilités et leurs importances dans les domaines de l'industrie [1] [2].

I.2. Domaines d'applications

L application des aciers inoxydables est presque dans tous les domaines grâce aux propriétés mécaniques et physiques qui restent meilleures par rapport aux autres aciers, on les trouve dans les milieux agressifs tel que les milieux acide et marins, la construction aéronautique et navale, le domaine pétrolier, le bâtiment, la santé [3].

Tableau.1 : Quelques domaines d'utilisation des aciers inoxydables. [4]

Applications	Nuance d'aciers inoxydables
Industrie chimique	Aciers austénitiques et duplex.
Industrie alimentaire	Aciers austénitiques et martensitiques pour les outils coupants.
Bâtiment	Aciers ferritiques (intérieur) et austénitiques (extérieur).
Production d'énergie	Aciers ferritiques (production de vapeur, pompes), martensitiques (armatures, ressorts, éléments de turbine), austénitiques (cuves, gainages, tubes) et duplex (tubes de condenseurs).
Protection de l'environnement	Aciers austénitiques (cheminées industrielles et rejets toxiques).
Industrie du transport	Aciers ferritiques (pièces intérieures, tubulures d'échappement...), austénitiques (conteneurs) et martensitiques (structure de transport à bande).
Biomédical	Aciers austénitiques.

I.3. Composition et structure des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables généralement sont des alliages à base de fer. Généralement les éléments d'alliage se divise en deux catégories :

- élément α gènes favorisent le maintien du fer α .
- élément γ gènes stabilisent le fer γ .

Elément α Gènes	Elément γ Gènes
Cr, Si, Mo, Al, Ti	Ni, C, N

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 10,5 % de chrome (selon la norme européenne EN 10088-1) et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène.

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est utile de rappeler les variétés allotropiques du fer. Aux basses températures et jusqu'à 910 °C, le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer α . A partir de 910 °C, il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400 °C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée. Ces transformations qui sont réversibles peuvent se résumer suivant le schéma du tableau (2) C'est ainsi que le chrome (cubique centré) sera un stabilisant de la ferrite tandis que le nickel (cubique à faces centrées) sera un stabilisant de l'austénite.

Tableau .2 : Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes

Fer α (ferrite)	Fer γ (austénite)	Fer δ (ferrite)
($q < 910$ °C)	(910 °C < $q < 1\ 400$ °C)	($q > 1\ 400$ °C)
Structure cubique centrée	Structure cubique à faces centrées	Structure cubique centrée

➤ Système fer-chrome

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome fig (1) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle γ » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique, favorise le développement du domaine α .

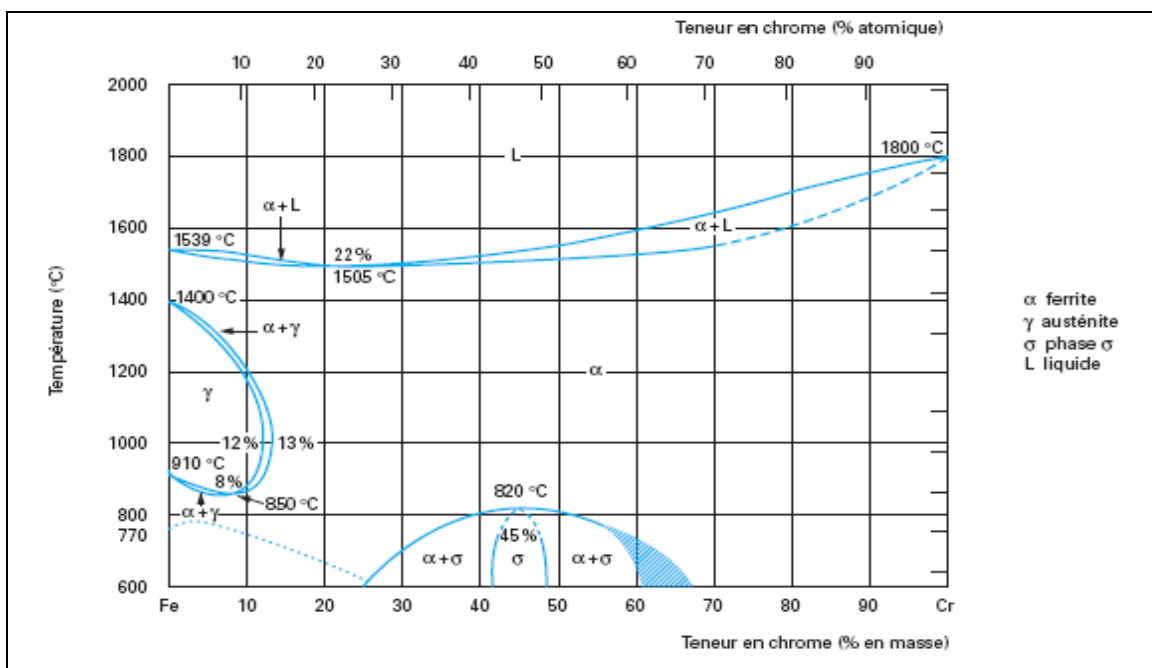


Figure .1 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [5].

➤ Système fer-chrome-nickel

Le nickel, élément gammagène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La fig (2) 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 gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Si, par convention, l'effet gammagène du nickel est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30.

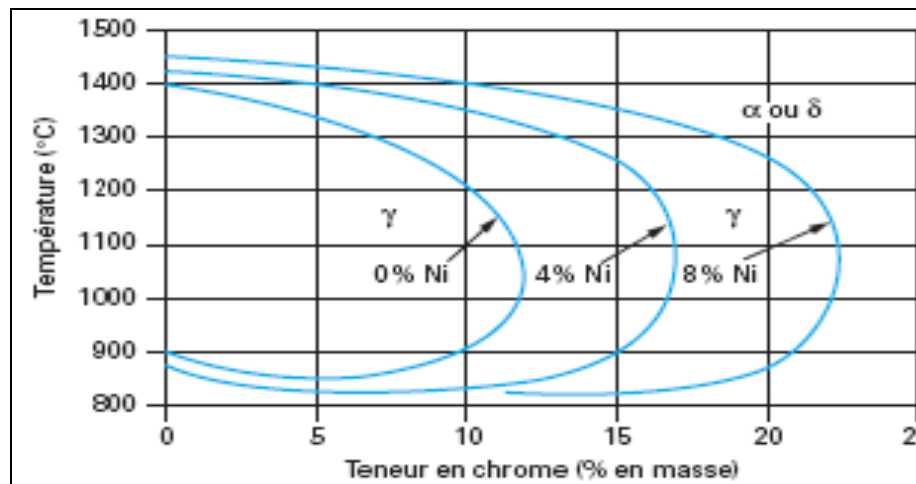


Figure .2 : Coupe du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ [5].

I.4. L'influence des éléments d'alliages sur la structure des aciers inoxydables

Le chrome constitue jusqu'à nos jours le métal d'addition le plus important. Pour les aciers inoxydables au-delà de 12% il confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Il existe d'autres éléments d'alliage ayant une certaine importance, cette importance prend deux formes différentes [6].

➤ Type de modification qu'il apporte au domaine de stabilité de l'austénite. certains éléments comme le nickel et le manganèse élargissent le domaine d'existence de l'austénite et abaissent les températures de transformation avec des teneurs en nickel ou en Mn suffisamment élevées. Ces aciers représentent même à la température ambiante une structure austénitique (addition plus de 20% Ni et 10% Mn).

- D'autres éléments par contre dits alphas rétrécissent le domaine d'existence de l'austénite et élèvent les températures de transformation, tel que les éléments (Cr, Mo, Ti, Cu, V, Nb, Si) [7].

I.4.1. Les éléments d'addition

Les éléments d'alliages dans les aciers inoxydables sont nombreux, dans ce qui suit nous montrons les principaux éléments ainsi que leurs effets sur la structure et les propriétés des aciers inoxydables [2] [6].

Chrome (Cr)

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

Molybdène (Mo)

- Élément formateur du fer α .
- Améliore la résistance à la corrosion par piqûres, et en milieu réducteur.
- li améliore la résistance mécanique à chaud.
- Améliore aussi la résistance du filme passif.

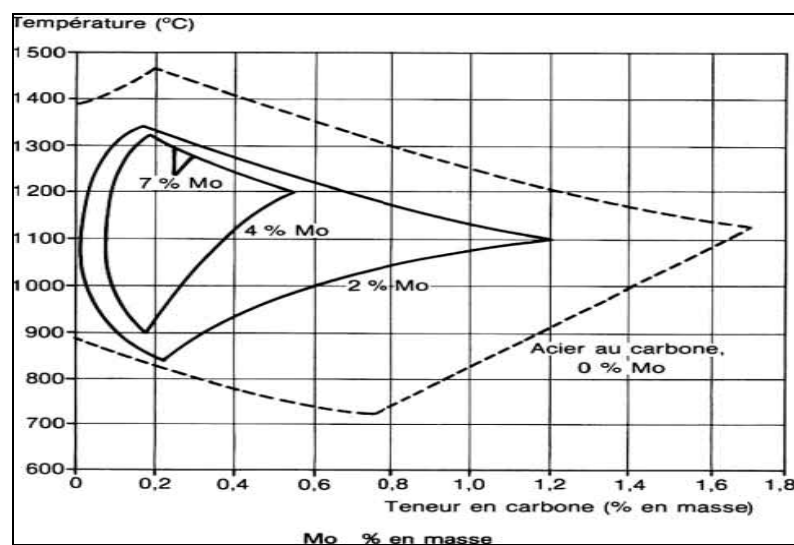


Figure .3 : Influence du molybdène sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma dans le système fer-carbone-molybdène [5].

Nickel (Ni)

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

Manganèse (Mn)

- Stabilisateur du fer, et il rend plus difficile la transformation de l'austénite en martensite alpha dans les aciers Cr Ni et lors de sa sollicitation mécanique aux basses températures.
- Renforce la résistance à la fissuration à chaud
- Son effet carburigène est supérieur à celui du Cr
- Améliore les propriétés mécaniques de l'acier et durcit la ferrite

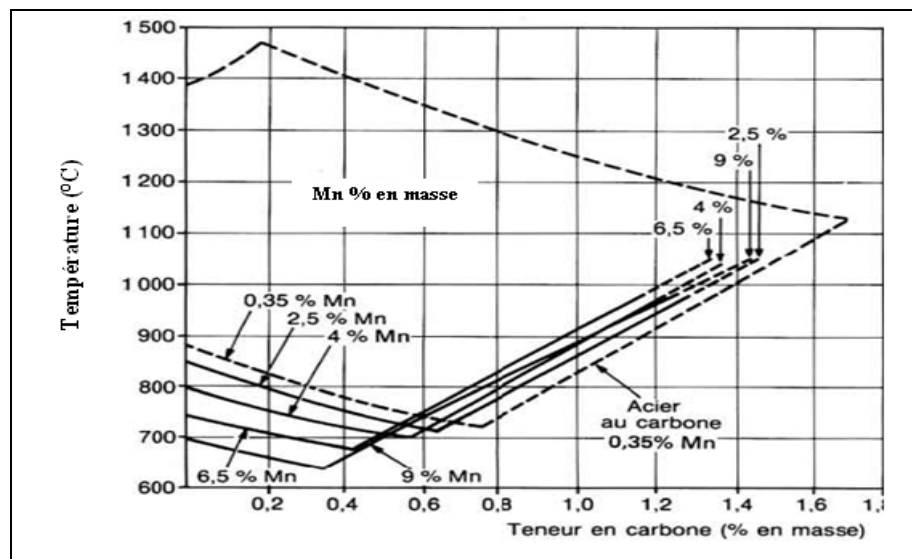


Figure.4 : Influence du manganèse sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma dans le système fer-carbone-manganèse [5].

Carbone (C)

- Il favorise le fer α .
- Il est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers en élargissant le domaine austénitique.
- Sa teneur est maintenue très basse pour des raisons de corrosion et Soudabilité.

- Il contribue à la stabilisation de l'austénite lors de déformation à froid.

Silicium (Si)

- Est un formateur de domaine alpha.
- Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud.
- Il augmente la résistance à la corrosion (a teneur élevée).

Titane (Ti)

- Est un formateur de ferrite.
- Il forme des carbures et nitrures dans les aciers ferritique et austénitiques dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion inter granulaire.

Niobium (Nb)

- formateur de ferrite il se combine également avec le carbone dans l'acier, Chrome -Nickel et s'oppose à la corrosion inter granulaire.

Azote :(N)

- Stabilisateur d'austénite.
- Il agit comme le carbone.
- La teneur de l'azote augmente dans les aciers au (Cr) et (Cr-Ni) avec l'accroissement de la teneur en (Cr).
- Il accroît la stabilité de l'austénite dans les aciers austénitiques.

I.5. Classification des aciers inoxydables

La présence de chrome est indispensable pour conférer aux aciers inoxydables leur résistance à la corrosion. Sa proportion atteint au minimum 10,5 %. Le chrome est responsable de la croissance très rapide en milieu oxydant d'un film passif, riche en oxydes de chrome, de quelques nanomètres d'épaisseur. Ce film adhérent et de faible perméabilité ionique permet de protéger l'acier. La teneur en carbone, en générale inférieure à 0,5%, est le plus souvent comprise entre 0,03 % et 0,08 %. La présence d'une teneur trop élevée en carbone est néfaste pour la résistance à la corrosion. Le carbone tend à faire précipiter le chrome contenu dans l'acier sous forme de carbures, appauvrissant ainsi la matrice. Au-dessus de 0,2 % de carbone, l'acier devient plus fragile, moins soudable et on constate une altération de ses propriétés mécaniques.

On compte actuellement une grande variété d'aciers inoxydables dont les propriétés sont des plus diverses suite à l'addition d'éléments comme le nickel, le manganèse, le titane, le silicium, l'aluminium, le tungstène... Ces éléments permettent, entre autres, d'améliorer la résistance à la corrosion, les propriétés mécaniques ou encore la mise en oeuvre et la soudabilité de ces aciers. Il existe d'autre part plusieurs familles d'aciers inoxydables qui sont classées selon leur structure métallographique [4].

On distingue quatre types d'aciers inoxydables : ferritique, martensitique, austénitique, austénoferritique. Chaque famille possède ses caractéristiques propres :

I.5.1. les aciers inoxydables ferritique

Ces aciers contiennent de 12 à 30 % de chrome. La teneur en carbone ne dépasse pas 0,1%, ce qui n'autorise pas la trempe martensitique. Leurs éléments d'alliages sont le molybdène qui améliore la résistance à la corrosion localisée dans les milieux chlorés, et l'aluminium qui apporte une meilleure résistance à l'oxydation à chaud. Les aciers à 17 % de chrome résistent bien à l'oxydation mais sont difficilement soudables. Ceux contenant plus de 20 % de chrome ont une excellente résistance à l'oxydation et au fluage à haute température et sont dits réfractaires. La nuance ferritique la plus connue est le 430 (ASTM), qui contient à peu près 17 % de chrome. On l'utilise surtout pour des applications domestiques peu coûteuses et pour des revêtements [4].

I.5.2. les aciers inoxydables martensitiques

Les aciers inoxydables martensitiques contiennent une teneur en chrome de 12 % à 18 %. Leur teneur en carbone est comprise entre 0,05 % et 1,2 % ce qui permet d'effectuer des traitements thermiques mettant en jeu la diffusion du carbone. Ils possèdent une résistance mécanique et une dureté élevées, mais leur résistance à la corrosion est la moins bonne des aciers inox du fait de leur faible teneur en chrome et de leur teneur élevée en carbone. Du molybdène peut être ajouté à ces aciers pour améliorer la trempabilité et la résistance à la corrosion localisée, en particulier en milieux chlorurés. L'ajout de nickel permet d'augmenter la ténacité et les caractéristiques mécaniques par effet de durcissement.

Les aciers martensitiques sont utilisés pour la fabrication d'arbres de pompes, de couteaux, d'instruments chirurgicaux et plus généralement pour les pièces mécaniques travaillant en milieu agressif [4].

I.5.3. les aciers inoxydables austénitiques

C'est la famille la plus importante des aciers inoxydables. Ils contiennent comme principaux éléments d'alliage du chrome (de 16 % à 35 %) et du nickel (de 7 % à 26 %). La teneur en carbone est inférieure à 0,12 %. Ces aciers sont ductiles, résistants aux chocs et amagnétiques. La présence de nickel améliore la résistance à la corrosion générale et l'usinabilité. 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 haute température.

Ces aciers sont utilisés dans les industries chimiques, alimentaires, 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 [4].

I.5.4. les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Ces aciers ont une structure mixte. Ils sont dérivés des aciers austénitiques par diminution de la teneur en nickel et augmentation de la teneur en chrome. Ils contiennent de 22 % à 27 % de chrome et de 4 % à 8 % de nickel. Ces aciers peuvent également contenir du molybdène, du cuivre et de l'azote comme éléments d'addition, pour améliorer les propriétés de tenue à la corrosion généralisée et localisée. Ils sont un compromis entre les austénitiques et les ferritiques : leur limite d'élasticité est très supérieure à celle des austénitiques et ils n'ont pas la fragilité des ferritiques.

Les aciers austéno-ferritiques ont connu un essor important ces dernières années. Ils peuvent être utilisés pour la construction d'appareils chimiques, dans l'industrie pétrolière lors du transport de pétrole brut et des gaz naturels, ainsi que dans la construction de plates-formes de forage. Leur coût reste toutefois élevé [4].

I.5.5. Aciers inoxydables austénitiques ou martensitiques a durcissement structural

C'est la dernière famille d'aciers inoxydable, c'est la nuance à hautes caractéristiques, qui a pour point commun d'être durcis par un mécanisme de durcissement structural, ces aciers contiennent des éléments tels que le Cu, Al, Mo.

Il existe trois classes d'aciers inoxydables à durcissement par précipitation (ou durcissement secondaire ou encore durcissement structural); austénitique, serai austénitique et martensitique, en plus on a deux types d'aciers pour la dernière classe:

➤ **Aciers inoxydables a transformation martensitique directe**

Dans ce cas, la température Ms est supérieure à l'ambiante et en général compris entre 150°C et 250°C par trempe, on obtient directement la phase martensitique, sa faible teneur en carbone permet les opérations d'usinage dans les conditions acceptables [3][8][9].

➤ **Aciers inoxydables a transformation martensitique indirecte**

Ces nuances sont telles que le point Ms est situé au dessous de la température ambiante, ainsi une trempe depuis 1050°C (1025 à 1075°C) permet de conserver la phase gamma ductile à l'état métastable, à cause de l'équilibrage Cr/Ni on obtient en réalité une proportion de 5 à 20% de ferrite maintenue depuis la plus haute température[3][8][9].

I.6. Propriétés physiques, caractéristiques mécaniques et composition chimiques des aciers inoxydables

Les propriétés physiques particulières des aciers inoxydables sont considérées comme des critères d'emploi ainsi en raison de leurs propriétés magnétiques. Ces aciers sont utilisés comme matériaux faiblement magnétiques.

I.6.1. Propriétés physiques des aciers inoxydables

I.6.1.1. Aciers inoxydables martensitiques

Tableau .3 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables martensitiques.

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ .m)
7,7	215 000	10,5	460	0,55

I.6.1.2. Aciers inoxydables ferritiques

Tableau.4 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables ferritiques.

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ .m)
7,7	220 000	10	460	0,6

I.6.1.3. Aciers inoxydables austénitiques

Tableau .5 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables austénitiques.

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ .m)
7,9	200 000	16,0	500	0,73

I.6.1.4. Aciers inoxydables austéno-ferritiques

Tableau.6 : Principales propriétés physiques des aciers inoxydables austénitoferritique.

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ .m)
7,8	200 000	13,0	500	0,8

I.6.1.5. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Tableau .7 : Propriétés physiques des principaux aciers inoxydables à durcissement par précipitation après traitement de durcissement.

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ .m)
7,7	200 000	11,2	460	0,80

I.6.2. Propriétés mécanique des aciers inoxydables

Les valeurs obtenues en résistance à la rupture, en limite d'élasticité et en allongement (surtout dans les aciers austénitiques) sont très supérieures à celles des autres produits. Par écrouissage, les valeurs peuvent atteindre des niveaux de résistance à la rupture de 800-1000 N/ m² et plus selon la nécessité des pièces à fabriquer [5].

Par rapport aux aciers ferritiques et martensitiques ou martensitiques au nickel, les aciers ayant une structure austénitique pure montrent des valeurs de résistance sensiblement inférieures. A la température ambiante (20°C) les valeurs de limite élasticité à 0,2% des aciers standard austénitiques sont de l'ordre de 200 à 250 N/mm² alors que les valeurs de résistance à la traction se situent vers 600 N/mm² [13].

La comparaison des caractéristiques mécaniques conventionnelles des principales nuances d'acier inoxydables en fonction de leur structure est donnée au tableau.I.8

Tableau .8 : Comparaison des caractéristiques mécaniques des principales nuances d'acier inoxydable.

	Limite d'élasticité	Résistance à la rupture	Allongement à rupture
Structure	Rp 0,2 (N/mm ²)	Rm (N/mm ²)	A (%)
Ferritique	370	500	26
Austénoferritique	620	840	30
Austénitique	270	620	56
martensitique	500	720	13

I.6.3. La composition chimique

Tableau .9 : Compositions chimiques des aciers inoxydables.

type	%C	%Cr	%Ni	%Mo	Autres en %				
ferritique	< 0.1	13 à 30	sans	avec	Nb :0.08à0.2				
martensitique	0.05à 1.2	12 à 18	Jusqu'à 7%	Jusqu'à 3%	Nb ,V,Ti : 0.02 à 0.4				
Austénitique	< 0.12	16 à 35	7 à 22	6	%N < 0.5				
	-	-	-	-	%Mn	%Si	%P	%S	%N
	-	-	-	-	2.00	1.00	0.045	0.03	0.10
Austéno-ferritique	0.05 à 1.2	24 à 27	5 à 7	2 à 6	%N : 0.05 à 0.2				

I.7. Résistance a la corrosion

La résistance à la corrosion de l'acier inoxydable provient de l'oxydation naturelle de la surface de l'alliage. Bien qu'extrêmement mince, la pellicule protectrice qui se forme à la surface adhère fortement et est chimiquement stable dans un environnement qui lui procure suffisamment d'oxygène. La clé de la durabilité de l'acier inox tient au fait que lorsqu'elle est endommagée, cette pellicule se répare d'elle-même à condition d'être en contact avec l'oxygène. Contrairement à d'autres type d'aciers qui souffrent de corrosion sur de grandes surfaces (corrosion généralisée),

L'acier inox, par son état de passivité, est naturellement résistant. Cependant, cela ne fait pas de cet acier un matériau "indestructible".

I.7.1. La corrosion par piqûres et cavernes

Les aciers inoxydables martensitiques présentent une résistance limitée voire mauvaise à ce type de corrosion selon les nuances. Les nuances contenant du nickel et une faible teneur en carbone ont une résistance acceptable.

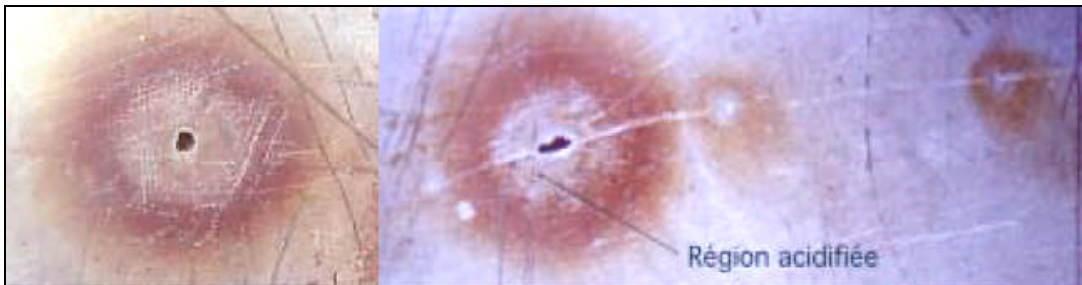


Figure.5 : Corrosion par piqûre amorcée sur des rayures et sous des dépôts (Photo, M. Desestret, Cercle d'Etudes des Métaux et consultant NIDI) [4].

I.7.2. La corrosion intergranulaire

Ce type de corrosion est associé à la précipitation de carbures de chrome aux joints de grains qui conduit à un appauvrissement en chrome des zones alentours et les rend plus sensibles à la corrosion. La précipitation du carbure de chrome est favorisée par un refroidissement lent entre 900 et 500 °C au cours de la fabrication des pièces ou lors de traitements thermiques [4].

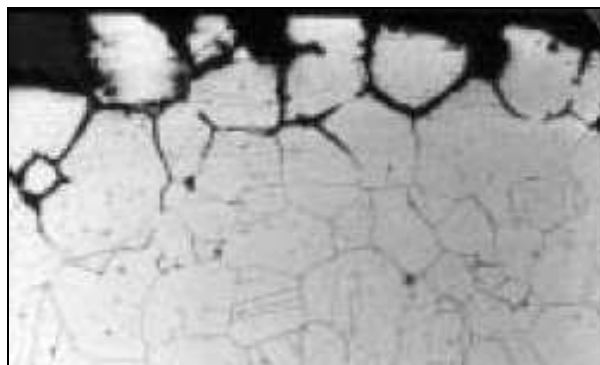


Figure.6 : Exemple de Corrosion Intergranulaire

I.7.3. La corrosion sous contrainte

Ce type de corrosion se définit comme un processus de développement de fissures, pouvant aller jusqu'à rupture complète de la pièce sous l'action combinée d'une tension mécanique et d'un milieu corrosif. En général, la contrainte mécanique est incapable à elle seule de rompre le matériau et le milieu est souvent peu ou pas agressif [4].

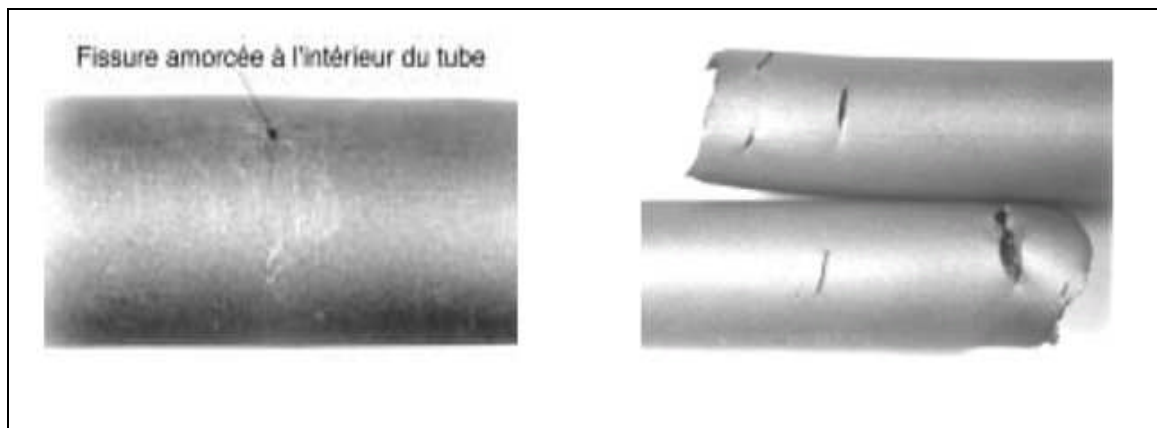


Figure.7 : Exemple de corrosion sous contrainte.

I.8. Les traitements thermique des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent subir différents traitements thermiques.

➤ Des traitements thermiques dits de qualité appliqués aux aciers inoxydables afin de leur conférer leurs propriétés d'usage : caractéristiques mécaniques ou résistance à la corrosion. Ces traitements de qualité sont pratiqués tard dans la gamme soit par le sidérurgiste, soit par l'utilisateur final de l'acier.

Les traitements assurant une bonne résistance à la corrosion ont tous pour but de rendre la teneur en chrome du métal la plus homogène possible en évitant toute précipitation de phases riches en chrome (carbonitrides de chrome, ou phases intermétalliques riches en chrome) et donc toute diminution de la teneur en chrome dans les zones avoisinantes. En effet, c'est le chrome qui assure l'inoxidabilité des aciers inoxydables et une teneur en chrome supérieure à 10,5 % en tout point du métal est à cet égard indispensable.

D'autre part et même si la caractéristique première des aciers inoxydables est leur tenue à la corrosion, il convient de se rappeler qu'ils peuvent par traitement thermique approprié acquérir des caractéristiques mécaniques ou une dureté non négligeables, ce qui peut

permettre des économies de matière, un allègement des structures, ou tout simplement l'aptitude à une utilisation donnée. En parallèle, il faut conserver une ductilité suffisante au métal compte-tenu de l'application.

Pour certaines nuances, c'est une fragilisation que l'on cherche à éviter, ce qui interdit les maintiens dans certaines plages de température.

➤ Des traitements impliquant une certaine déformation du métal et qui ne peuvent donc être mis en oeuvre que lors d'une mise en forme : il s'agit alors d'une traitements thermomécaniques, pratiqués par le sidérurgiste.

Ces traitements thermiques ou thermomécaniques sont évidemment différents selon la structure métallurgique recherchée à la température ambiante : ferritique, martensitique, austénitique, ou mixte (ferrito-martensitique ou austéno-ferritique). Les traitements sont donc présentés, dans cet article, en fonction des différentes familles d'aciers inoxydables.

➤ Des traitements de détensionnement des contraintes dont les effets, tout au moins recherchés, sont plus mécaniques que métallurgiques.

➤ Des traitements appliqués après soudage pour restaurer les propriétés du métal, en particulier en zone affectée par la chaleur.

Lors de l'exécution de ces divers traitements thermiques, il importe de prendre un certain nombre de précautions.

➤ La nature du fluide caloporteur utilisé lors du traitement thermique ayant une incidence sur la composition chimique en peau de pièce (perte ou apport d'éléments chimiques) et donc sur les propriétés de surface de l'acier inoxydable, en particulier sa brillance, sa dureté et sa résistance à la corrosion. Les atmosphères à utiliser lors des traitements thermiques varient en fonction des qualités souhaitées en surface de produit, et des défauts pouvant résulter d'atmosphères inadaptées.

➤ Certaines conditions de traitement thermique portant sur le couple temps température doivent être respectées afin d'éviter un grossissement de grain excessif, il s'agit ici de limiter le temps de traitement, tout en lui gardant une valeur suffisante pour atteindre son but, en général une dissolution de précipités [11].

I.9. Traitements thermiques des aciers inoxydables martensitiques

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

Comme tous les aciers inoxydables, les aciers inoxydables martensitiques contiennent au moins 11 % de chrome. La structure martensitique peut être obtenue par addition de carbone ou de nickel.

L'apport de carbone peut aller jusqu'à 1,4 %. Cet élément augmente fortement la dureté de l'acier, car d'une part il accroît la dureté de la martensite, et d'autre part il provoque l'apparition de carbures. Le carbone peut être en partie remplacé par de l'azote.

Les additions de nickel peuvent aller de 1,5 à 5 %. Cet élément a une influence sur la dureté beaucoup plus faible que celle du carbone et il est utilisé pour améliorer la ductilité. Il est beaucoup plus onéreux que le carbone.

Pour la présentation qui suit, nous avons choisi de classer 1 aciers martensitiques en quatre groupes principaux :

- Groupe 1 : $C < 0,15 \%$ - $11,5 \% < Cr < 13,5 \%$ - $Ni < 1 \%$;
- Groupe 2 : $0,15 \% < C < 0,5 \%$ - $12 \% < Cr < 16 \%$ - $Ni < 1 \%$;
- Groupe 3 : $0,6 \% < C < 1,4 \%$ - $16 \% < Cr < 18 \%$ - $Ni < 1 \%$;
- Groupe 4 : $C < 0,2 \%$ - $12 \% < Cr < 18 \%$ - $1,5 \% < Ni < 6 \%$.

Pour les groupes 1 à 3, c'est la dureté qui est visée en premier lieu. Si l'on augmente la teneur en carbone, il faut augmenter la teneur en chrome car le chrome consomme une partie du chrome par formation de carbures. Les aciers des groupes 2 et 3 peuvent être additionnés de molybdène, pour des impératifs de tenue à la corrosion.

Pour le groupe 4, c'est un bon compromis résistance ductilité qui est visé, il est obtenu par emploi de nickel. Les aciers à durcissement structural ont des compositions proches avec parfois plus de nickel et addition d'au moins un autre élément (Ti, Al, Cu, Mo, Nb) [11].

I.9.1. Trempe martensitique par refroidissement continu

L'obtention d'une structure totalement martensitique exige de tremper à partir d'un domaine monophasé austénitique (γ). La figure (8) et coupes pseudo-binaires du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-carbone, permettent de situer le domaine γ en fonction des teneurs en chrome et en carbone.

La température de trempe doit être supérieure au point de transformation Ac_3 qui se situe entre 800 et 920 °C, Si l'on augmente la température de trempe au-delà d' Ac_3 , la dureté obtenue augmente par suite de la dissolution des carbures dans l'austénite : la martensite formée au refroidissement, plus riche en carbone, est plus dure. Cependant, deux phénomènes viennent limiter cette augmentation de la dureté avec celle de la température de trempe.

Au-delà de 1 050 °C, pour certaines nuances ($C > 0,20 \%$), la teneur en carbone de l'austénite avant trempe devient telle que l'austénite est trop stable et que la structure après trempe comporte une part d'austénite résiduelle, ce qui abaisse la dureté. D'autre part, au-delà de 1 100 à 1 150 °C et pour d'autres compositions (bas carbone), on peut entrer dans le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ et la structure après trempe risque alors de contenir de la ferrite. Cette présence de ferrite est particulièrement à craindre dans le cas des aciers du groupe 4.

Lors du refroidissement d'un acier inoxydable martensitique à partir du domaine monophasé γ , seuls deux types de structure peuvent apparaître : ferrite plus carbures pour les refroidissements les plus lents, martensite pour les autres. La température d'apparition de la martensite au refroidissement est appelée M_s (Martensite start).

Dans le cas d'un refroidissement continu, seuls les aciers du groupe 1 présentent une vitesse critique de trempe telle qu'un refroidissement à l'air soit insuffisant pour assurer une transformation martensitique à coeur pour toutes les épaisseurs. La plupart des aciers martensitiques sont donc auto-trempants. Un autre impératif peut cependant conduire à choisir une trempe à l'huile plutôt qu'une trempe à l'air : il s'agit d'éviter la formation de carbures aux joints de grain γ dans le domaine 900-600 °C.

En tenant compte de ces considérations, le tableau (10) résume les conditions de trempe conseillées pour les divers groupes.

Mentionnons pour finir les précautions à prendre pour éviter l'apparition de tapures à la trempe ou au chauffage pour les aciers à forte teneur en carbone (groupe 2 et 3), donc à martensite fragile.

Les vitesses de chauffage doivent être lentes avec pour les pièces sensibles (formes complexes) un palier d'homogénéisation vers 600 °C (sous le point Ac1). Au refroidissement et toujours pour les pièces sensibles, on pourra opter pour une trempe isotherme [11].

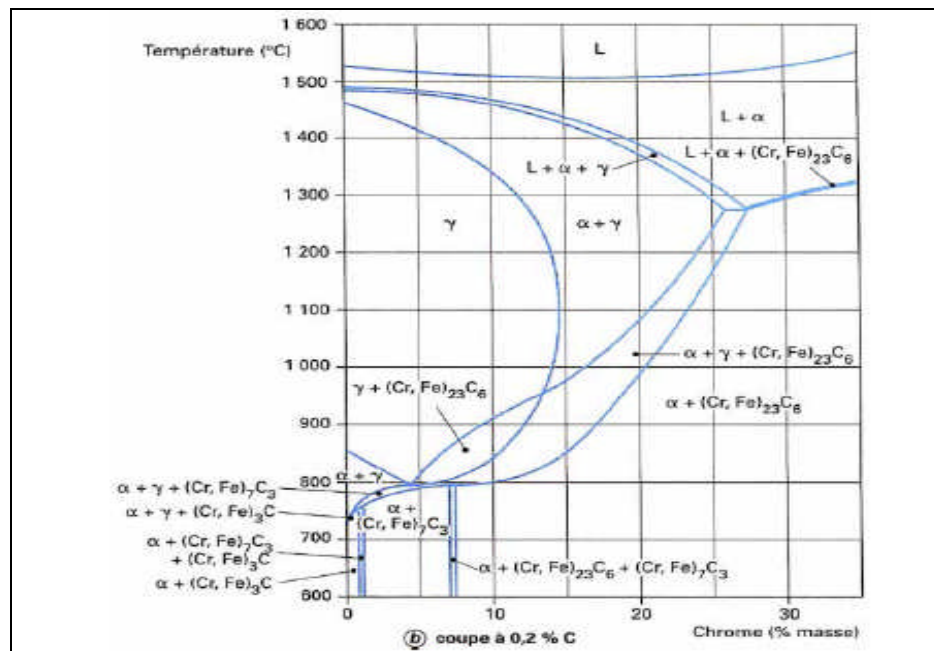
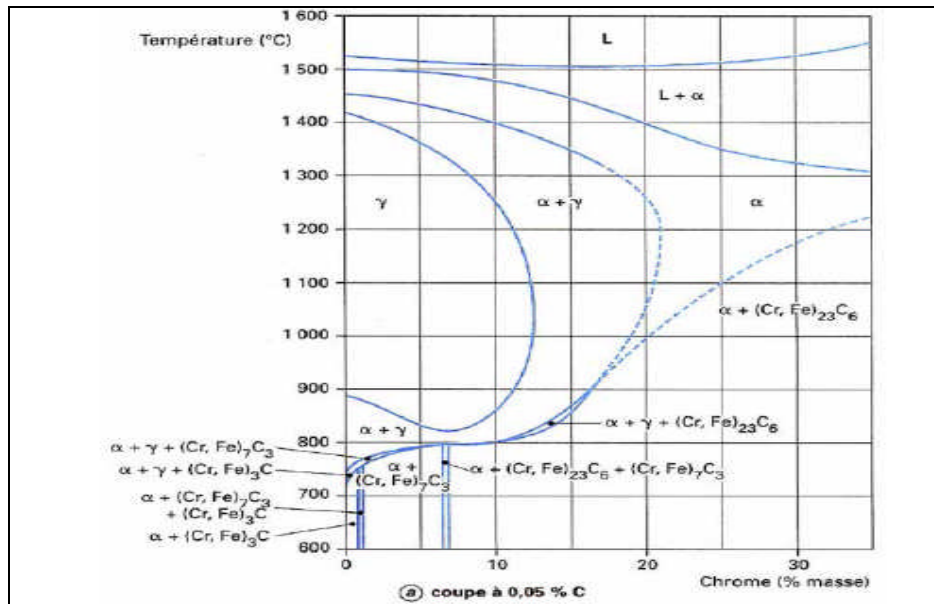


Figure.8 : Diagrammes pseudo binaires Fe – Cr [11].

I.9.2. Trempe isotherme

La figure (9) donne le diagramme TTT (temps-température-transformation) de deux aciers des groupes 1 et 2. Ces diagrammes permettent de définir une trempe étagée limitant les contraintes d'origine thermique dans la pièce.

Après austénitisation à une température à choisir dans le tableau (10) du paragraphe précédent, on trempe la pièce dans un milieu (bain de sels par exemple) porté à une température (de 200 à 400 °C selon la nuance) supérieure à M_s mais inférieure au nez de la transformation de l'austénite en ferrite plus carbures. Le temps de maintien doit être suffisant pour assurer l'homogénéisation de la température.

On porte ensuite la pièce à l'ambiante ou à une autre température inférieure à M_f , ce qui assure la transformation martensitique. Cette opération sera si possible réalisée lentement pour éviter la formation de contraintes résiduelles dues aux gradients thermiques [11].

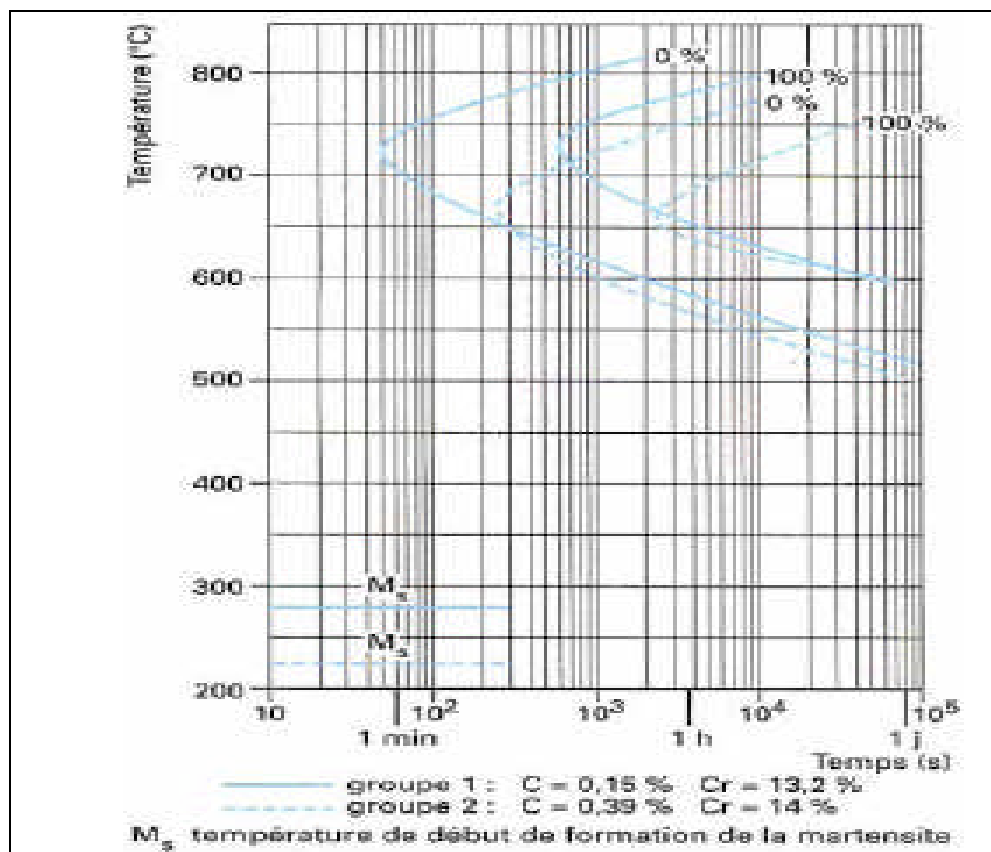


Figure.9 : Courbe de transformation isotherme (TTT) de deux aciers martensitiques [11].

Tableau.10 : Conditions de trempe des aciers martensitiques [11].

Trempe	Groupe			
	1	2	3	4
AC_3 (°C)	≈ 920	850 à 900	830 à 860	800 à 900
Température de trempe. (°C)	950 à 1100	950 à 1100	1000 à 1050	950 à 1000
Milieu de trempe	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air	Air
austénite résiduelle possible après trempe	Non	Oui (sauf C < 0,20 %)	Oui	Oui

1.9.3. Traitement de déstabilisation de l'austénite

L'austénite formée à haute température est d'autant plus stable qu'elle est chargée en éléments d'addition (α compris en éléments alphagènes). La température M_s donne une bonne indication de la stabilité de l'austénite : l'austénite est d'autant plus stable que M_s est plus basse ; la formule ci-dessous, donne la température

M_s en fonction des pourcentages massiques en éléments d'alliage :

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

Soit :

$$M_s = 300 - 474 (C - 0,1) - 33 (Mn - 0,5) - 17 Ni - 17 (Cr - 12) - 21 Mo - 11 W - 11 (Si - 0,25)$$

Seul le cobalt remonte la température M_s .

La fin de la transformation martensitique a lieu environ 150 °C au-dessous de M_s (température M_f). Parfois, cette température M_f n'existe pas et il y a une certaine proportion d'austénite résiduelle indestructible par traitement thermique.

Si la teneur locale en éléments d'addition est forte (nuance chargée et/ou ségrégation, dans une pièce moulée par exemple), la température M_f est inférieure à l'ambiante, l'austénite ne se transforme pas en martensite au refroidissement et devient de l'austénite résiduelle entraînant diminution des caractéristiques mécaniques, risque de tapures ou d'instabilité

Dimensionnelle lors d'une transformation martensitique apparaissant après le revenu, ou encore difficulté lors d'un recuit d'adoucissement maximal ultérieur.

La présence d'austénite résiduelle peut être liée à une température d'austénitisation trop élevée entraînant une mise en solution excessive de carbone ou d'azote, ou de tout autre élément stabilisant l'austénite. Elle peut aussi être liée à une contamination de surface (carburation). L'élimination de l'austénite résiduelle peut se faire par un traitement par le froid (habituellement -80°C), traitement qui peut d'ailleurs, hors risque de tapures, intervenir lors de la trempe, que l'on achève alors en dessous de l'ambiante. Elle peut aussi être réalisée par un revenu sous A_{c1} , qui déstabilise l'austénite résiduelle par précipitation de carbures de chrome (abaissant ainsi la teneur en carbone de l'austénite) : l'austénite se transforme donc en martensite au refroidissement. Il faut dans ce cas faire subir un second revenu au métal pour adoucir la martensite fraîche formée dans la phase de refroidissement du premier revenu [11].

1.9.4. Traitements de détensionnement et de revenu

La martensite obtenue après trempe doit subir un traitement de revenu destiné à améliorer la ductilité et la résistance aux chocs (appréciée par l'essai de résilience, par exemple). Nous excluons de ce paragraphe les traitements de durcissement structural pouvant avoir lieu à des températures.

Nous présentons par plage de température les effets de ce traitement.

Entre 150 et 350°C (durée de quelques heures) Il s'agit plutôt d'un traitement de détensionnement des contraintes résiduelles dues à la trempe. La structure varie peu : résistance et limite d'élasticité varient peu également. Seuls allongement et tenue au choc sont améliorés, l'abaissement des contraintes résiduelles diminuant la fragilité, en éliminant des sites potentiels d'amorçage de la rupture. Ce traitement permet également l'élimination de l'hydrogène de contamination éventuellement incorporé dans l'acier lors de la trempe.

Zone 400 à 550°C . Elle est à éviter en raison de la précipitation de fins carbures du type M_7C_3 entraînant une baisse de la résilience et pouvant également produire un durcissement secondaire figure (10).

Entre 550°C et A_{c1} Il s'agit d'un traitement de revenu à proprement parler, la résistance et la limite d'élasticité diminuent et la ductilité et la résilience augmentent en fonction du

couple temps- température qui devra donc être ajusté en fonction du compromis recherché. Il y a précipitation et coalescence de carbures du type $M_{23}C_6$, qui ne fragilisent pas le métal en raison de leur coalescence mais peuvent déchromiser localement le métal et ainsi amoindrir la résistance à la corrosion. Des exemples d'évolution de la dureté sont donnés en figures (10) et (11) on a regroupé dans un paramètre unique (paramètre de Larson-Miller) $T/1\ 000 \times (20 + \lg t)$ l'effet d'un maintien durant un temps t à une température T .

La connaissance du point Ac_1 étant fort utile pour le choix de la température de revenu, nous donnons ci-dessous quelques indications pour sa détermination.

Pour les aciers à 12 % de chrome, carbone et azote ne semblent pas modifier Ac_1 de manière significative. Sa variation en fonction des autres éléments possibles d'addition serait :

Tableau.11 : variation de Ac_1 par % d'addition [11].

Élément	Ni	Mn	Co	Si	Mo	V	Al
Variation de Ac_1 par % d'addition (°C)	- 30	- 30	- 5	+ 25	+ 25	+ 50	+ 30

Pour un acier contenant 12 % de chrome, 0,5 % de manganèse et 0,25 % de silicium, Ac_1 vaut environ 740 °C.

Pour les aciers à 17 % de chrome, on appliquera de préférence la formule suivante, extraite de la référence [3] :

$$Ac_1 = 310 + 35 Cr(\%) + 60 Mo(\%) + 73 Si(\%) + 170 Nb(\%) + 290 V(\%) + 620 Ti(\%) + 750 Al(\%) + 1\ 400 B(\%) - 250 C(\%) - 280 N(\%) - 115 Ni(\%) - 66 Mn(\%) - 18 Cu(\%).$$

Les aciers des groupes 1 et 2 peuvent être soumis à un traitement de détensionnement ou de revenu suivant le but recherché (respectivement, conserver des caractéristiques mécaniques élevées ou gagner en ductilité et/ou résilience) ; on appliquera généralement aux aciers du groupe 3 un simple traitement de détensionnement, ces aciers étant utilisés pour leur haute résistance mécanique. Par contre, les aciers du groupe 4 étant utilisés en raison de leur bonne ductilité et résilience, on leur applique généralement un traitement de revenu à une température comprise entre 600 °C et Ac_1 .

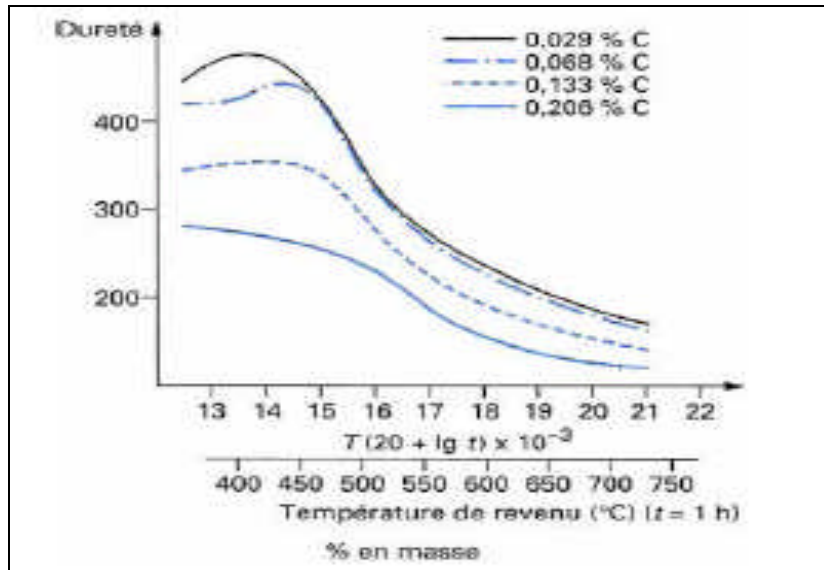


Figure. 10 : Influence du carbone et de l’azote sur la courbe de revenu d’un acier inoxydable à 12 % Cr [11].

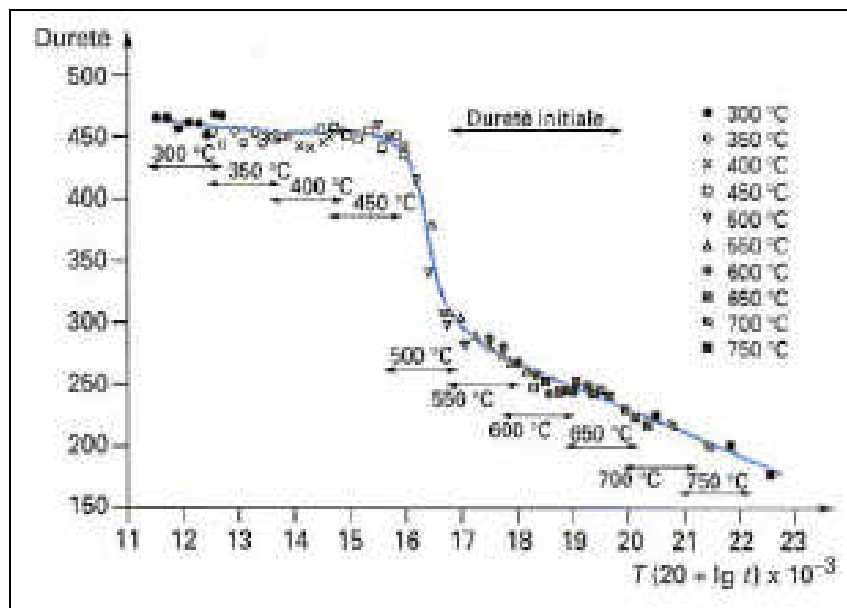


Figure. 11 :Revenu d’un acier à 0,14 % C – 12 % Cr : évolution de la dureté en fonction du paramètre de Larson-Miller [11] .

I.9.5. Traitements d’adoucissement (recuit)

Les traitements d’adoucissement ou de recuit sont des traitements intermédiaires destinés à donner au métal une aptitude à une mise en forme (usinage, frappe à froid). La pièce après mise en forme définitive sera traitée pour obtenir ses caractéristiques finales (trempe + détensionnement ou trempe + revenu).on peut distinguer les traitements d’adoucissement simple ou maximal.

En pratique, la température d'austénitisation choisie pour un recuit d'adoucissement maximal est voisine de 900 °C (un peu plus basse pour un bas carbone, un peu plus haute pour un haut carbone). La durée effective de maintien à cette température maximale du point le plus froid de la pièce ou de la charge sera supérieure à une heure.

La qualité d'un traitement d'adoucissement maximal s'apprécie par l'intermédiaire des caractéristiques mécaniques (résistance particulièrement faible ou striction particulièrement forte). Dans le cas des aciers des groupes 2 et 3, elle s'apprécie aussi à travers la globularisation des carbures ; il ne doit plus y avoir de réseau de carbures intergranulaires (aux anciens joints γ) ou ce réseau doit être minimal, les carbures doivent être moyens ou gros (de taille supérieure à 0,25 μm par exemple) et globulaires.

L'état du métal avant le traitement d'adoucissement a une grande influence sur la facilité à réaliser le traitement et sur le résultat obtenu en finale. Il faut, par exemple, éviter la présence de carbures intergranulaires en réseau, difficiles à éliminer, ainsi que la présence de zones ségréguées (carbone localement élevé) qui se traduisent par de nombreux petits carbures et/ou la présence d'austénite résiduelle.

La présence de gros carbures intergranulaires est par contre un élément favorable. Pour les aciers du groupe 4, la présence de nickel stabilise trop l'austénite formée au-dessus d' A_{c1} pour que celle-ci puisse être décomposée en ferrite lors du refroidissement lent jusqu'à 600 °C.

Un second revenu d'adoucissement simple est donc indispensable pour transformer en ferrite la martensite apparue lors du premier recuit : ce second revenu doit bien entendu être réalisé sous A_{c1} . L'adoucissement simple est pratiqué sous A_{c1} et consiste en un revenu très poussé (température proche d' A_{c1} et temps long). Il n'aboutit pas aux caractéristiques mécaniques les plus basses, mais peut suffire dans beaucoup de cas. Pour les aciers des groupes 1 à 3, le point A_{c1} est voisin de et supérieur à 800 °C et un recuit d'adoucissement simple type sera de quelques heures à une température comprise entre 750 et 800 °C (1 à 3 h pour les aciers du groupe 1, 2 à 6 h pour les aciers du groupe 2). Pour les aciers du groupe 4, le point A_{c1} est plus bas et un recuit d'adoucissement simple type sera de 2 à 6 h à une température comprise entre 630 à 650 °C.

L'adoucissement maximal demande un passage en dessus du point A_{c1} et donc une austénitisation partielle ou totale. Cette austénitisation sera suivie d'un refroidissement lent (par exemple compris entre 10 et 20 °C/h, et jusqu'à une température comprise entre 600 à

650 °C) éventuellement assorti de paliers en température soit en domaine intercritique, soit au nez de la transformation de l'austénite en ferrite plus carbures. La durée de ces traitements est élevée (une trentaine d'heures environ). L'utilisation de paliers au refroidissement peut dans certains cas faire gagner du temps pour un résultat identique [11].

I.9.6. Traitements thermomécaniques

Un grain austénitique fin avant trempe est favorable à toutes les caractéristiques mécaniques à l'ambiante par l'affinement de structure qu'il engendre. Seule la résistance au fluage à température élevée peut être dégradée par un ancien grain γ plus fin. Un affinement du grain austénitique peut être obtenu par déformation de l'austénite à basse température, donc éventuellement à une température où celle-ci est métastable.

Deux possibilités pratiques peuvent être envisagées :

La trempe isotherme jusqu'à une température comprise entre A_{c3} et M_s à laquelle on procède à la déformation (forgeage par exemple), puis trempe à l'ambiante ;

Le laminage dit contrôlé, c'est-à-dire achevé à une température basse, de 800 °C par exemple. La figure (12) donne des indications sur le gain de caractéristiques pouvant être obtenu par laminage contrôlé d'un acier du groupe 1. Noter que le gain porte sur la limite d'élasticité et sur la résilience [11].

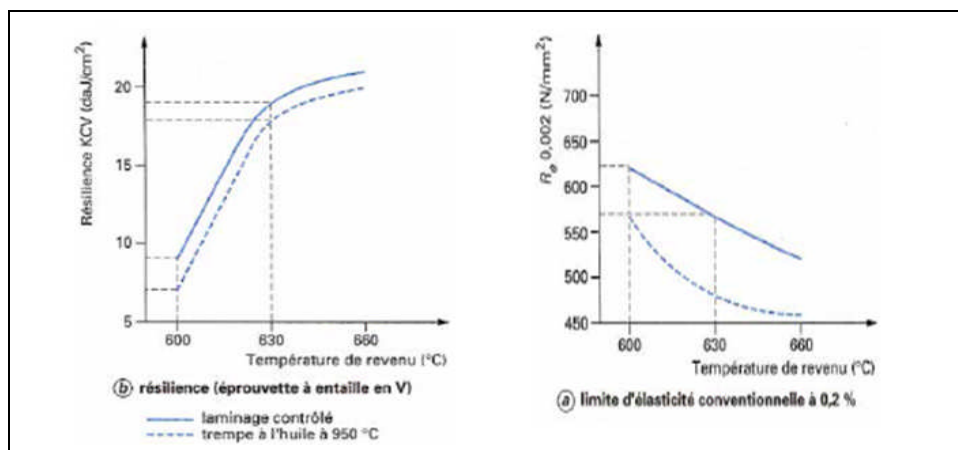


Figure 12 : Influence du laminage contrôlé sur les caractéristiques mécaniques à l'ambiante, après revenu, d'un acier titrant 0,12 % C et 12 % Cr [11].

I.9.7. Traitements de durcissement**I.9.7.1. Austénitisation et trempe martensitique**

Il s'agit du traitement privilégié de durcissement des nuances martensitiques et ferrito-martensitique, que ces nuances soient ou non ensuite durcies par précipitation structurale.

En pratique, on choisira la température d'austénitisation dans la gamme 950-1 100 °C, le choix de cette température devant tenir compte des impératifs suivants.

austénitisation la plus complète possible pour éviter la ferrite δ formée si la température est trop élevée, cela étant particulièrement à craindre dans le cas des nuances à faibles teneur en carbone (d'où le choix d'une température inférieure à 1 100°C, et même à 1 050°C pour $C < 0,15 \%$);

Mettre en solution la fraction voulue de carbures pour assurer une dureté suffisante après trempe sans trop stabiliser l'austénite (on aurait alors présence d'austénite résiduelle après trempe). La température de 1 050 °C est souvent un bon compromis pour les nuances à forte teneur en carbone ($C > 0,15 \%$);

En tout état de cause dissoudre le plus possible les carbures intergranulaires.

Dans le cas d'un acier à durcissement par précipitation, la totalité des éléments devant participer à la précipitation ultérieure devra être mise en solution, ce qui aboutit généralement à choisir une température comprise entre 940 et 960 °C (aciers à transformation indirecte), ou entre 1 000 et 1 050 °C (aciers à transformation directe). L'austénitisation est une transformation rapide et en pratique c'est donc la dissolution des carbures dans l'austénite qui va dicter la durée de maintien nécessaire à température maximale. Pour une nuance destinée à la coutellerie ($0,3 < C < 0,5 \%$) traitée à 1 050 °C, une durée totale de traitement d'une demi-heure est suffisante.

En ce qui concerne la vitesse de trempe, une trempe à l'air est suffisante dans la quasi-totalité des cas pour assurer que l'austénite ne se transforme pas en ferrite (seule exception : épaisseur supérieure à 20 mm et faible teneur en carbone : $0,15 \%$). Pour assurer la transformation de toute l'austénite en martensite, les précautions suivantes devront être prises pour les nuances contenant du nickel ou à forte teneur en carbone ($C > 0,35 \%$).

- Atteindre effectivement la température ambiante.
- Rester un temps suffisant (quelques heures) à l'ambiante.
- Traiter par le froid ($- 80\text{ }^{\circ}\text{C}$), dans ce cas, il ne faudra pas rester trop longtemps à l'ambiante (une ou deux heures au maximum) car ce maintien peut stabiliser l'austénite.

Meilleure résistance mécanique car les précipités resteront de faible taille donc durcissants et une température plus élevée conduira à une meilleure ductilité par coalescence des précipités (phénomène de sur vieillissement) [12].

I.9.7.2. Durcissement par précipitation

Les traitements de durcissement par précipitation s'appliquent à certains aciers inoxydables austénitiques ou martensitiques. Le traitement de précipitation de la phase durcissante doit obligatoirement être précédé de sa remise en solution complète car l'on doit pouvoir contrôler la taille des précipités. Cette remise en solution est pratiquée lors d'un traitement d'austénitisation (nuances martensitiques) ou d'hypertrempe (nuances austénitiques). Un écrouissage à froid pourra être intercalé entre dissolution et précipitation, ce qui favorisera la finesse de la précipitation.

Lors du revenu de précipitation, la température sera choisie en fonction du compromis résistance mécanique-ductilité que l'on souhaite. De façon générale, une température basse donnera une meilleure résistance mécanique car les précipités resteront de faible taille donc durcissants et une température plus élevée conduira à une meilleure ductilité par coalescence des précipités (phénomène de sur vieillissement) [12].

I.10. Déformation des aciers inoxydables :

Le laminage est un des plus importants procédés de mise en forme des métaux. Pour l'acier par exemple, environ 35% de la production laminée est réalisée à froid. Cette opération de mise en forme par déformation plastique, destinée à réduire la section d'un produit par passage entre deux ou plusieurs outils axisymétriques tournant autour de leurs axes. Lors de la déformation des aciers inoxydables austénitiques la stabilité de la structure austénitique transformable en martensite est à considérer [13].

II.1. Material utilisé

II.1.1. Identification du matériau

Le matériau utilisé dans cette étude est l'acier inoxydable martensitique (X3CrNiMo 13-4), il a été reçu sous forme d'un tube de 1cm d'épaisseur, et de rayon de 10 cm.

II.1.2. Composition chimique

La composition chimique de l'acier utilisé est représentée dans le tableau (12).

Tableau .12 : la composition chimique de l'acier (X3CrNiMo 13-4).

Elément	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo
% en masse	0.0126	0.32	0.65	12.74	5.2	0.787

II.2. Prélèvement des échantillons

Des échantillons sous forme d'un tube de 1 cm d'épaisseur et de rayon de 10 cm ont été prélevés de la pièce brute. Ces échantillons ont été destinés à la caractérisation micro structurale et mécanique. Le prélèvement se pratique à la scie à froid afin d'éviter l'échauffement du matériau.

II .3. Traitements thermiques

Le traitement thermique des échantillons s'est effectué dans un four à résistance électrique à laboratoire de CSC (centre de soudage et de contrôle Cheraga).

II.3.1. Traitement de trempe

Un chauffage des échantillons à 1100°C durant un temps de maintien de 60 minutes, suivi par des refroidissements différents (trempe à l'air, trempe à l'eau, et refroidissement au four).

II.3.2. Traitement de revenu

Après le traitement de trempe on réchauffe les échantillons qu'ont subi un refroidissement à l'air aux températures (450°C, 550°C, 650°C, 750°C, et 850°C) pendant un temps de maintien de 60 minutes, cette opération est suivie d'un refroidissement à l'air.

II.4. Méthodes de caractérisation

II.4.1. Méthodes de caractérisation structurale

II.4.1.1. Préparation métallographique

- **Enrobage**

L'enrobage des échantillon se fait on utilisant une résine qui se solidifier au tour de l'échantillon sous l'effet de la pression et de la température exercé par l'enrobeuse, l'enrobage sert à faciliter la manipulation des échantillons au cours du polissage.

- **Polissage**

On distingue deux types de polissage:

- x Un polissage grossier, qui se fait à l'aide de papiers abrasifs qui sont numéroté et placer dans l'ordre croissant de leur granulométrie (120,180,220, 400, 800, 1000,1200)
- x Un polissage de finition, pour cela on utilise un feutre. une pâte qu'on prépare à base d'alumine, de même on utilise des pâtes diamantées avec plusieurs granulométries de 0,3 à 0,5 μm .

- **Attaque chimique**

Elle vient après le polissage de finition, elle permet de révéler les phases existantes au niveau de la microstructure de l'acier. Une fois que les surfaces des échantillons sont polies (état miroir), on procède à l'attaque chimique, la solution d'attaque défère d'un alliage à l'autre.

➤ Attaque électrolytique

Dans ce travail on a utilisée l'attaque électrolytique, la dissolution électrochimique est de même type que la dissolution chimique, mais elle bénéficie d'un paramètre supplémentaire qui est le facteur électrique.

Attaque électrolytique s'effectue avec un appareillage qui se compose d'un Becher de 1 à 2 litres contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable

➤ Attaque chimique électrolytique

Tableau.13 : la désignation et la composition de notre solution d'attaque électrolytique

désignation	composition	Domain e d' application
Solution aqueuse d'acide oxalique	10g d'acide oxalique 100ml d'eau Durée d'attaque : électrolytique de 2 à 5 min sou s tension de 20V	Examen de la structure des aciers inoxydable

II.5. Observation structurale

II.5.1. Microscope optique

Le microscope optique utilisé et de type ZEISS doté d'une caméra numérique, cet examen a été réalisé au niveau de centre de soudage CSC Chéraga.

II.5.2. Microscopie électronique à balayage

Dans un microscope électronique à balayage ou MEB, un faisceau très fin d'électrons primaires ou sonde électronique balaie la surface de l'échantillon. Les signaux électroniques recueillis, provenant des interaction électrons-matière, sont détecté a l'aide de détecteur spécifique et, après traitement complexe, transforme en un signale électrique proportionnel. Ce signale module l'intensité de faisceau d'un tube cathodique a balayage synchrone.

On établit ainsi une correspondance entre un point de l'échantillon et un point de l'écran de tube. La brillance du spot sur l'écran et proportionnelle au signal électronique issu du point correspondant de l'échantillon. On crée ainsi une image.

II.6. Caractérisation mécanique

L'essai mécanique qui a fait l'objet de notre étude, c'est l'essai de dureté

II.6.1. Essais de dureté

Le duromètre utilisé est de type INSTRON WOLPERT TESTOR avec une charge de 5 Kg F (HV 10) Cet essai a été réalisé au niveau du centre de Recherche Scientifique et technique en soudage et contrôle CSC Chéraga.

Cet essai permet de caractériser la cinétique de durcissement structural, il est à la fois rapide et peu coûteux en matériaux.

$$H = F/S$$

Il consiste à enfoncer un pénétrateur dans le métal à essayer. La charge est constante et on mesure la dimension de l'empreinte. L'empreinte est d'autant plus grande que le métal est moins dur.



Figure.14: Microduromètre INSTRON WOLPERT TESTOR.

$$HV = 1.8544 \cdot 10^3 \frac{F}{d^2}$$

d (μm) : est la moyenne des diagonales

F : est la force appliquée en Kilo Newton

La dureté H s'exprime par le rapport de la force sur la surface de l'empreinte.

III. Résultat et interprétation

III.1. Identification Des Matériaux

III.1.1. Analyse Chimique

Le tableau (14) montre la composition chimique de l'acier inoxydable martensitique (X3CrNiMo13-4).

Tableau .14 : composition chimique du matériau étudié

Elément	C	Mo	Ni	Mn	Cr	Si
% en masse	0.016	0.787	5.2	0.65	12.74	0.32

III.1.2. Analyse microstructurale

Cet examen nous a permis de voir les différentes phases et de suivre les transformations structurales engendrées durant les différents traitements thermiques appliqués aux échantillons.

III.2. Présentation du métal étudié

La figure (15) représente la microstructure de l'acier inoxydable martensitique à l'état reçu (X3CrNiMo13-4 ou GX4CrN13-4) [15].

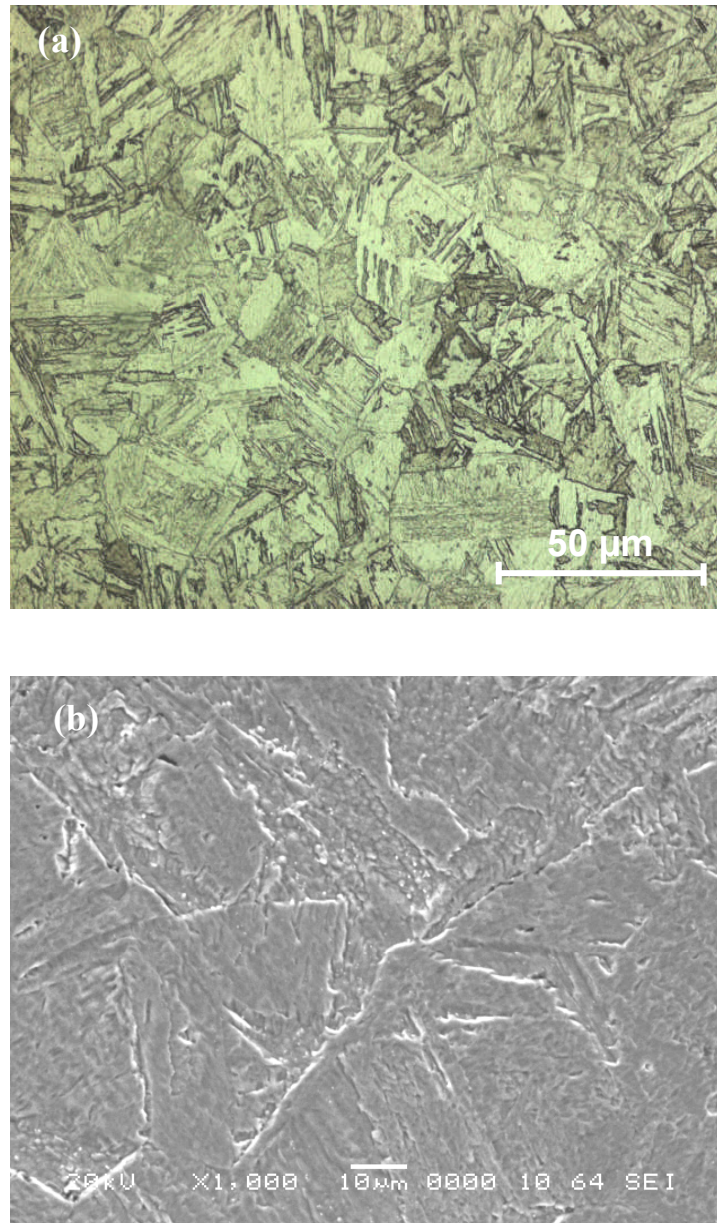


Figure.15 : microstructure des échantillons à l'état reçu.

(a) micrographie optique.

(b) micrographie au MEB.

III.3. Les traitements de trempe

La trempe est utilisée pour améliorer les caractéristiques d'emploi de l'acier en lui donnant de meilleures propriétés. Cette étape permet avec un maintien à 1100°C pendant 1 h d'homogénéiser la structure, de dissoudre tous les précipités apparus préalablement (après élaboration), Le traitement de mise en solution ou d'austénitisation doit précéder tous cycle de trempe ayant pour but l'obtention de la martensite a température ambiante (transformation martensitique). Ceci est obtenu en faisant subir à l'acier le cycle thermique suivant:

a- Chauffage jusqu'à t_{θ_1} (température de trempe) qui correspond à un état Austénitique
La durée de mise en température est suffisante pour que l'homogénéité thermique soit réalisée jusqu'au coeur de la pièce.

b- Maintient à cette température t_{θ_1} de façon à réaliser plus ou moins complètement la mise en solution des carbures dans le fer et l'homogénéisation de l'austénite. L'ensemble de ces deux phases est appelé AUSTENITISATION.

c- Refroidissement par immersion (trempe) dans un milieu convenable.

Dans ce travail nous avons chauffé huit (08) échantillons à une températures 1100 °C, pendant une heure suivi de différents refroidissements :

- Une trempe à l'eau.
- Trempe à l'air.
- Un refroidissement lent on laissant l'échantillon dans le four.

III.3.1. Résultats obtenus

Le matériau pendant le maintien à 1100 °C subit donc une austénitisation totale. Après refroidissement (trempe) l'austénite de structure cubique à faces centrées se transforme en une autre phase de réseau cubique centré avec une distorsion; cette nouvelle phase étant sursaturée en éléments d'additions est la martensite elle se présente sous forme d'aiguille et de plaquettes (voir figures ci-dessous).

Nous constatons que après trempe par comparaison avec la structure a l'état reçu un élargissement des plaquettes, c'est du au grossissement des grains de la phase mère austénitique au cours du maintient pendant 60 minutes a 1100°C.

Les microstructures obtenues pour chaque échantillon sont les suivra :

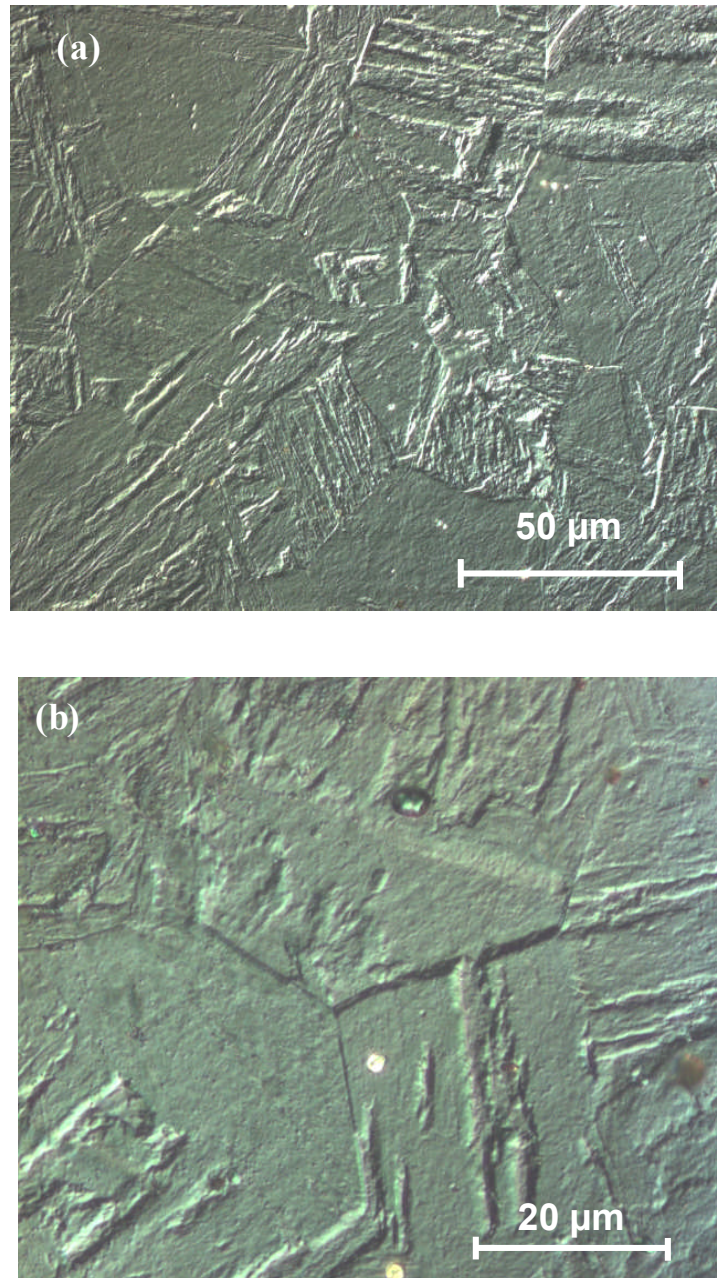


Figure .16 : (a , b) microstructure optique après refroidissement au four

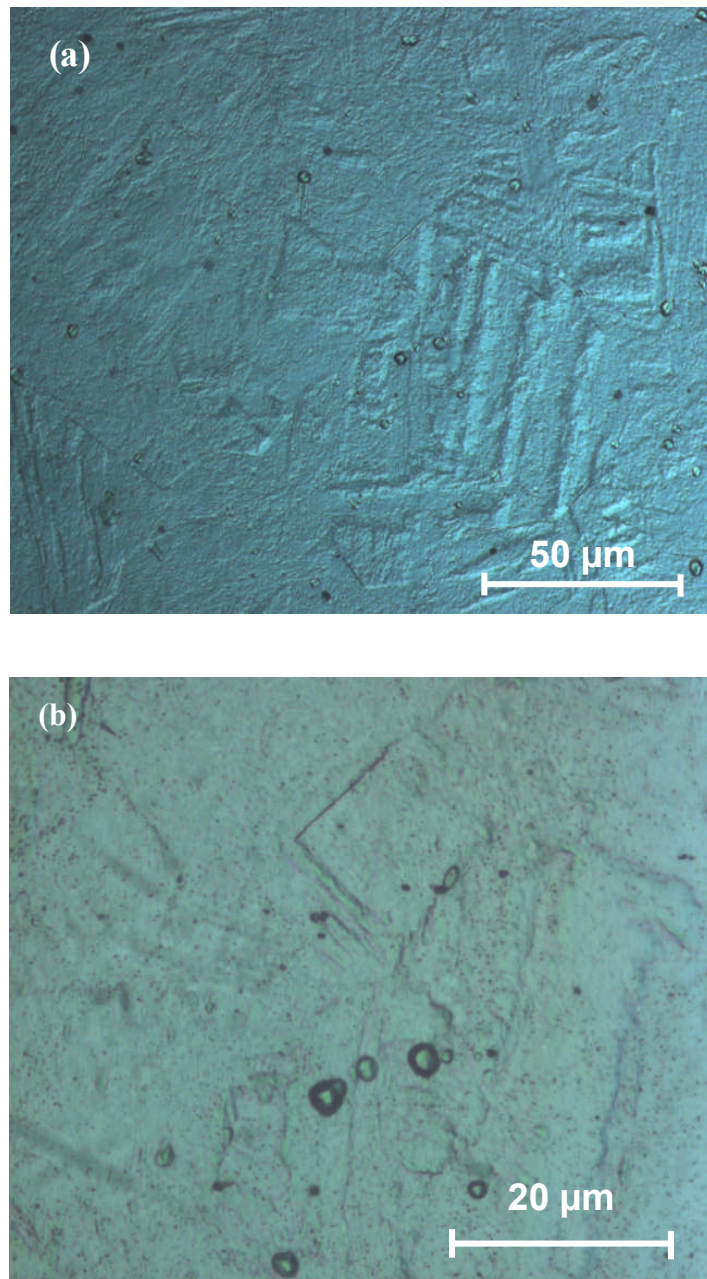


Figure .17 : (a,b) microstructure optique du matériau après trempe par eau.

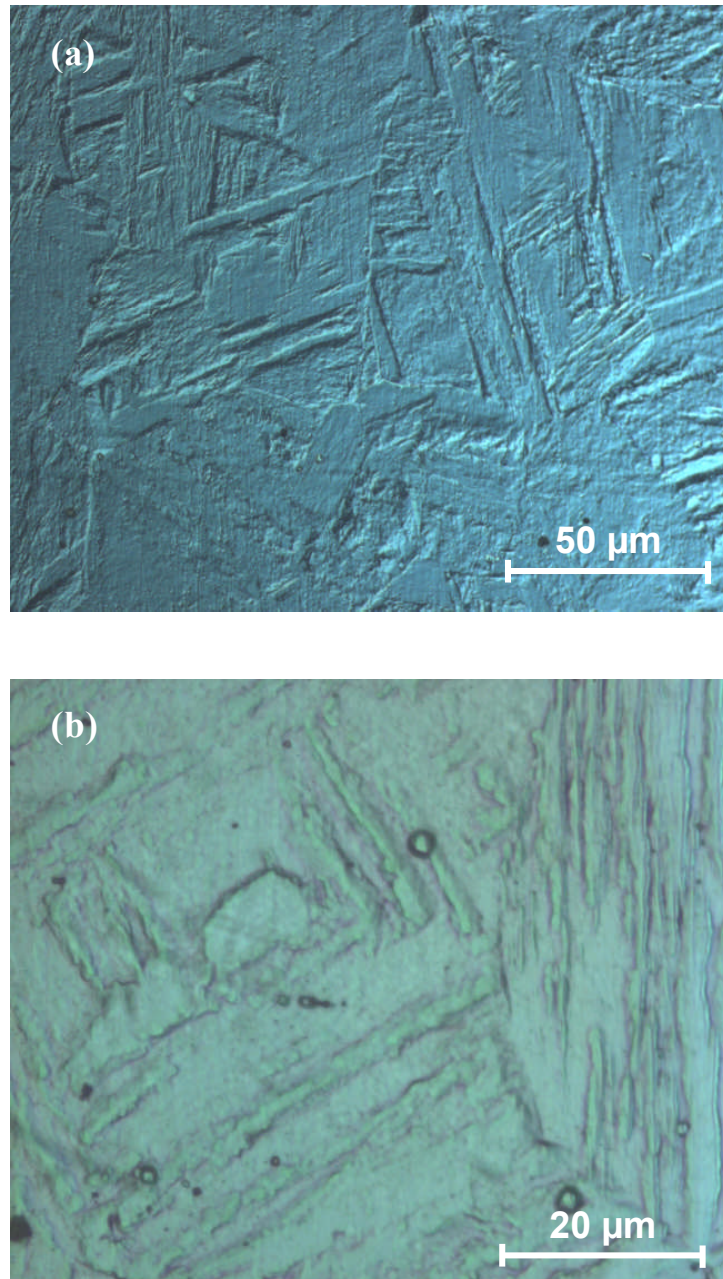


Figure .18 :(a,b) microstructure optique du matériau après trempe à l'air

III.3.2. Observation

Lors du refroidissement d'un acier inoxydable martensitique à partir du domaine monophasé γ , seuls deux types de structure peuvent apparaître, ferrite plus carbures pour les refroidissements les plus lents, figure (16), martensite pour les autres, Figure (17), figure (18)

En remarque que la morphologie est constituée de plusieurs paquets formés d'aiguilles parallèles appelées lattes, ces dernières sont longues, leur croissance est stoppée au joint de grains, ces lattes contiennent une forte densité de dislocation.

Dans notre travail, l'acier utilisé (X_3 CrNiMo 13-4) a présenté à son état de livraison, une dureté de 272 HV. Afin d'étudier l'influence des températures -via le refroidissement et la trempe- sur le comportement structural et mécanique de notre matériau, trois types de refroidissement (trempe à l'eau et à air, refroidissement au four). Les opérations de trempe et de refroidissement ont été précédées d'un chauffage à la température de 1100 °C pendant 1 heure.

On remarque que, concernant la trempe à air et à l'eau la structure est typiquement martensitique (sous forme de paquets d'aiguilles parallèles) avec l'existence de l'austénite résiduelle [16,17] qui n'a pu être visualisée faute de moyens, la présence de l'austénite résiduelle s'explique par l'influence du nickel qui est un élément gammagène qui a tendance à élargir et stabiliser le domaine austénitique.

III.4. Traitement de revenu

Le revenu est un traitement thermique pratiqué après trempe.

Dans notre travail on a réchauffé (traitement de revenu) les échantillons qui ont subi un refroidissement à l'air. Le revenu a été fait aux températures suivantes : 450 °C, 550°C, 650°C, 750°C et 850°C pendant une heure avec refroidissement à l'air. Les figures suivantes montrent les micrographes optiques de notre acier après le revenu.

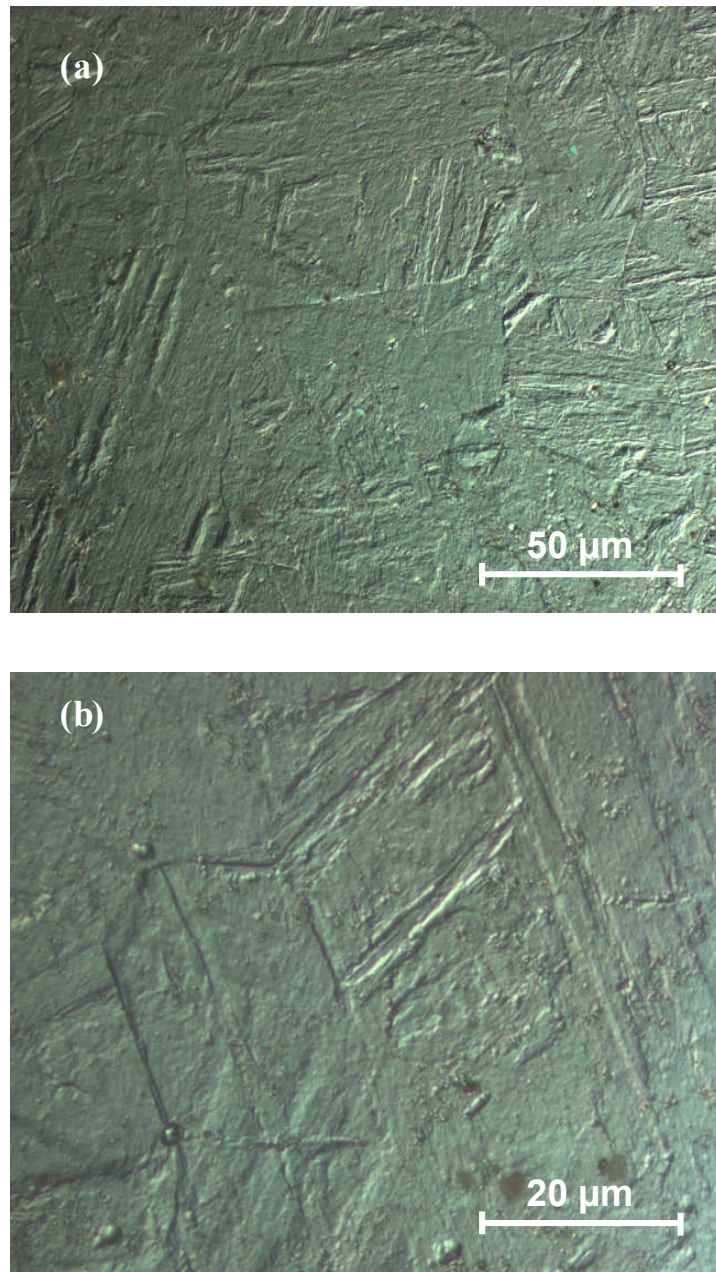


Figure .19 : (a,b) Revenu à 450 °C pendant 1heure.

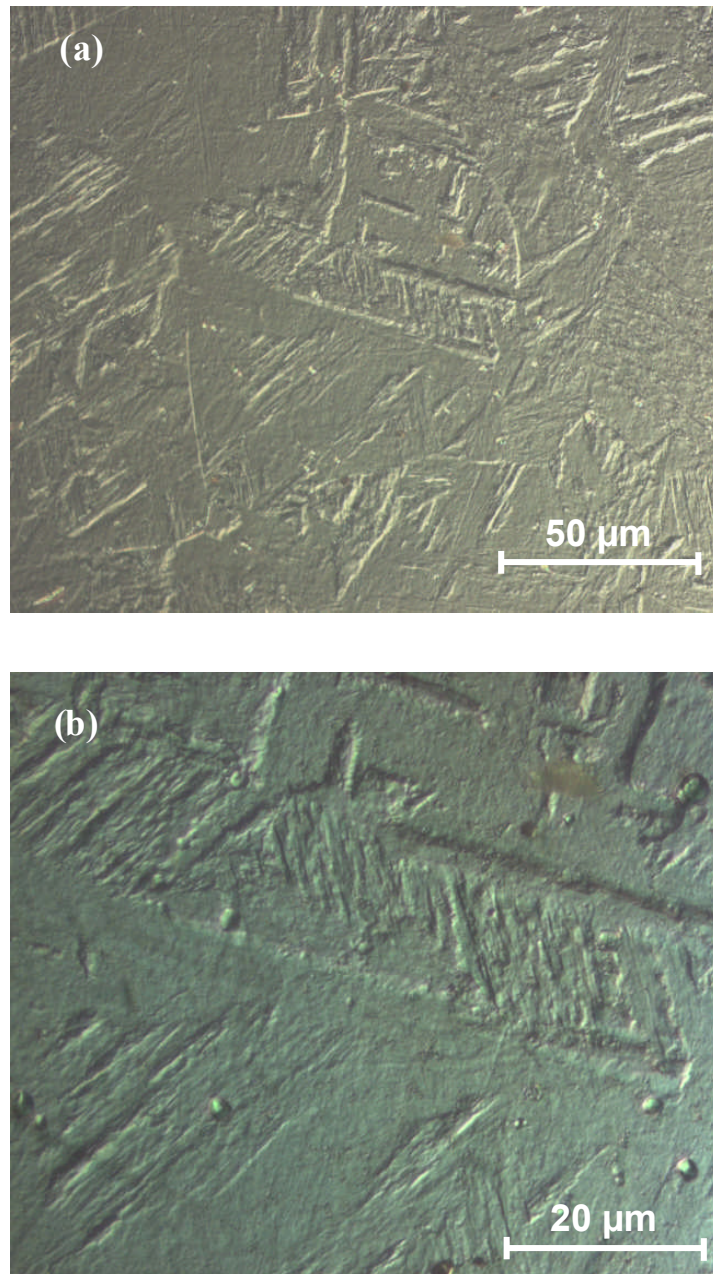


Figure .20 : (a,b) Revenu à 550 °C pendant 1heure.

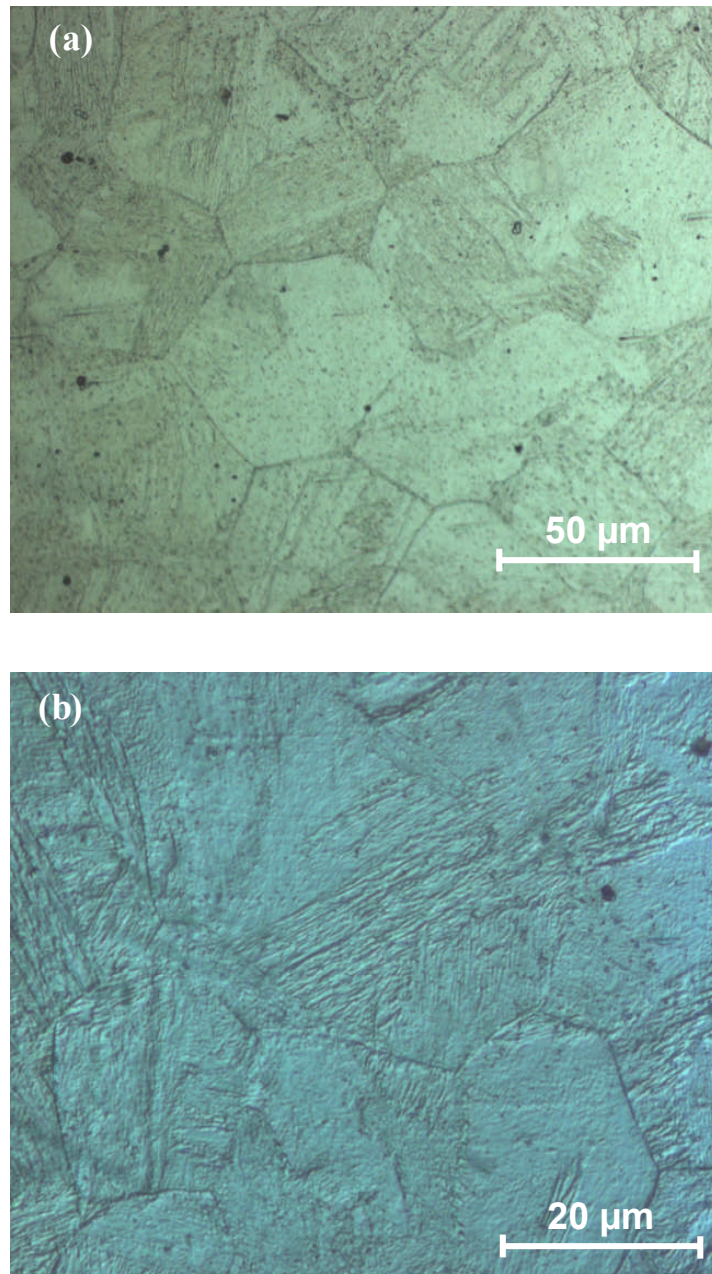


Figure.21 : (a,b) Revenu à 650 °C pendant 1heure

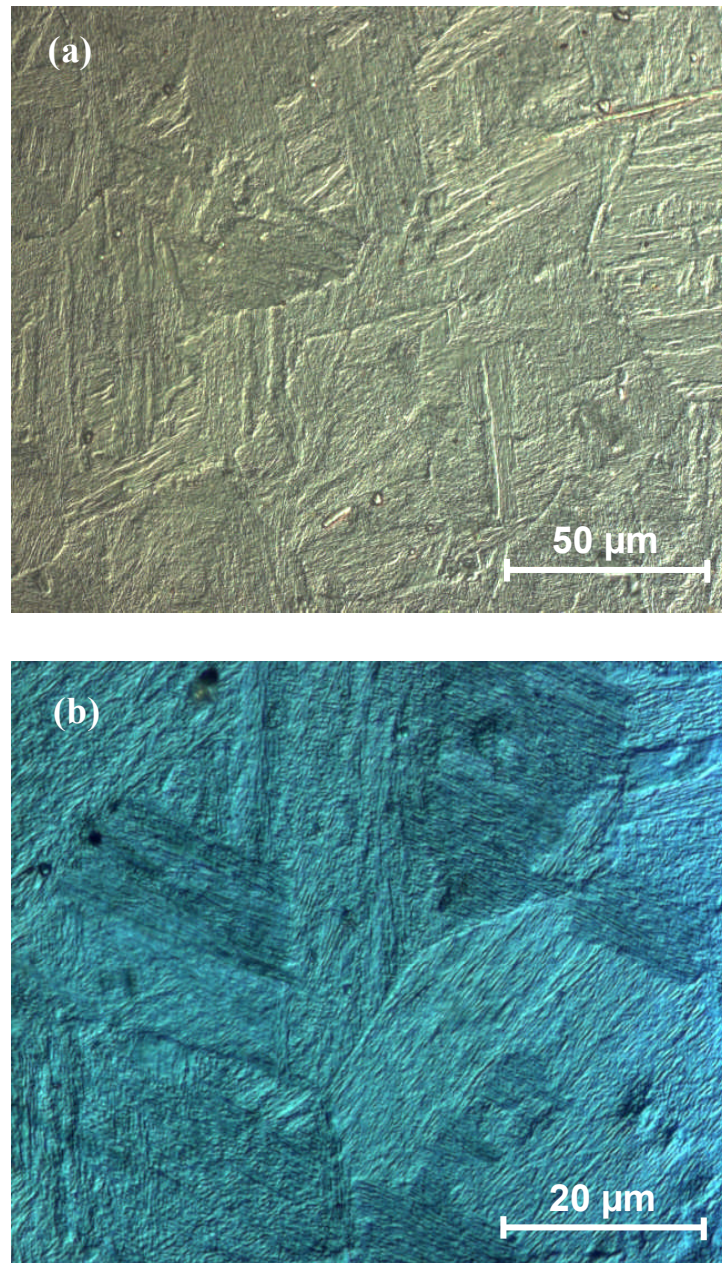


Figure.22 : (a,b) Revenu à 750 °C pendant 1heure.

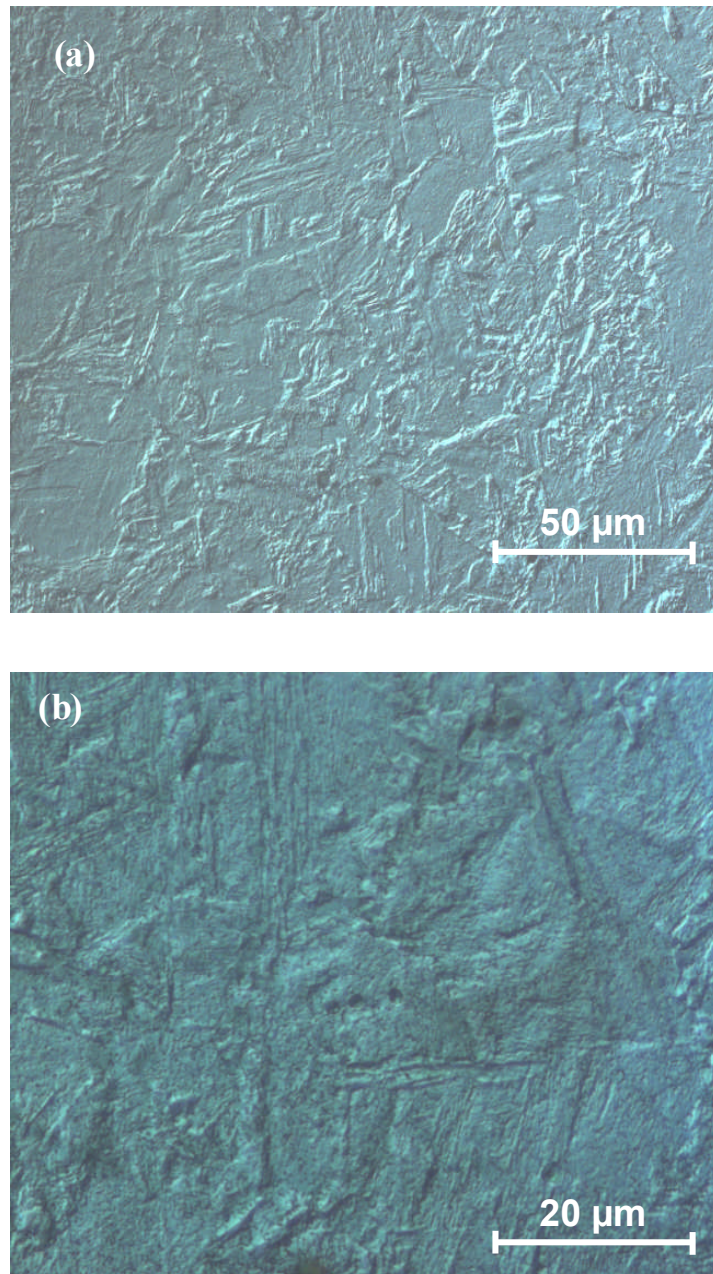


Figure .23 : (a,b)Revenu à 850 °C pendant 1heure.

III.4.1. Observations

Les figures (19 jusqu'à 20) montrent les micrographies des échantillons après revenu, les températures du revenu ont été choisies graduellement par pas de 50°C.

On remarque que, pour la première température 450 °C, la structure a conservé la même morphologie, la même disposition et la même taille de grains, ces derniers paramètres restent presque inchangés aussi pour la deuxième température qui est de 550 °C.

Pour des températures 650 °C La structure martensitique avec différentes orientations est toujours présente mais nous avons remarqué contrairement aux autres échantillons l'apparition claire des joints de grain avec des tailles sensiblement égales.

III.5. Comportement mécanique

III.5.1. Essai de dureté

Le but de cette étape est la mesure des nouvelles propriétés mécanique de dureté.

➤ Après diverse trempe et refroidissement

Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau (15) : Evolution de la dureté en fonction de mode de refroidissement

Echantillons	Brut	Four	Air	Eau
Dureté Hv	272	278	262	236

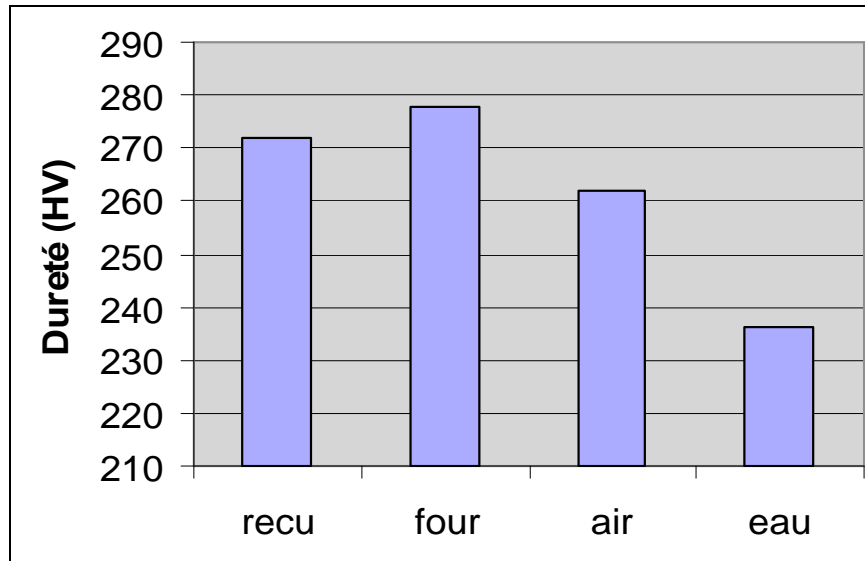


Figure .24 : Evolution de la dureté en fonction de mode de refroidissement.

➤ **Après les traitements de revenu**

Le tableau ci-dessous représente les valeurs de dureté des échantillons qui ont subi le traitement de revenu.

Tableau.16 : Evolution de la dureté en fonction de température de réchauffage.

Echantillons	450°C	550°C	650°C	750°C	850°C
Dureté (HV)	304.33	273	258.66	255.66	253

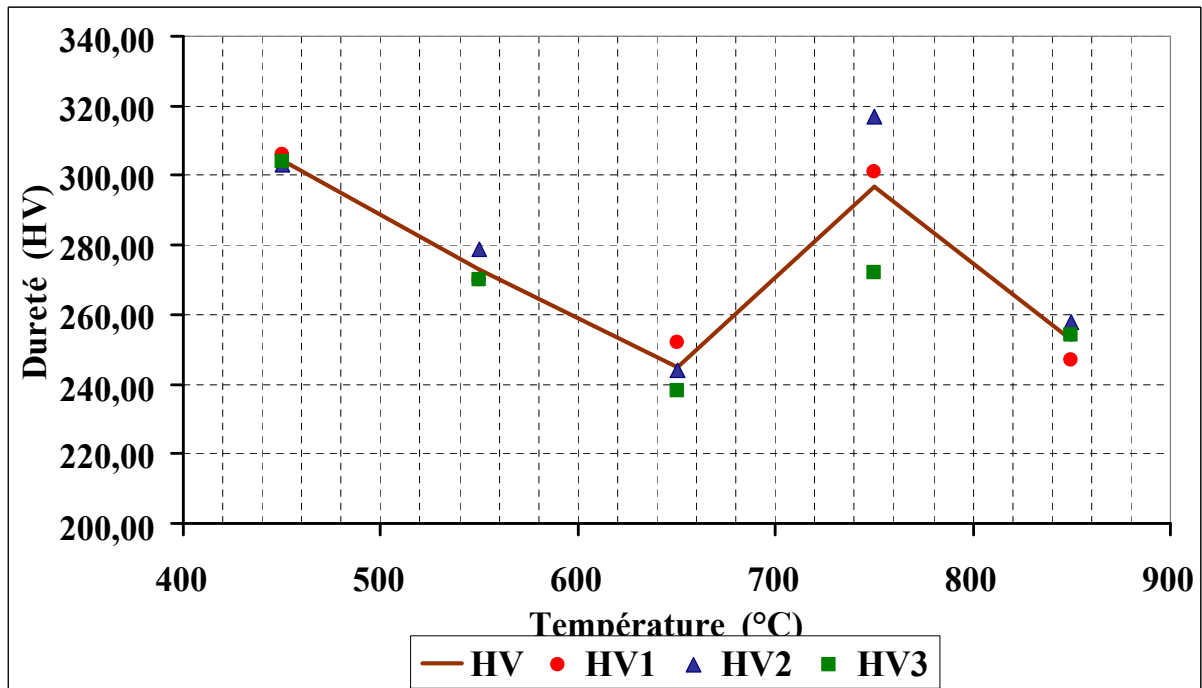


Figure .25: Evolution de la dureté en fonction de température de réchauffage.

III.5.2. Discussion

La figure (24) illustre la variation de la dureté pour les différents modes de refroidissement.

On remarque, que la dureté diminue lorsqu'on augmente la vitesse de refroidissement (respectivement dans le four, dans l'air, et dans l'eau). En effet, notre matériau contient une teneur élevée en Nickel (5%). Il est mentionné [11] que les aciers inoxydables martensitiques du group *IV* peuvent présenter une quantité d'austénite résiduelle après trempe, cette phase a tendance de diminuer les valeur de dureté et de conférer une bonne ténacité au matériau.

On remarque aussi pour le cas du refroidissement lent (four), que la dureté a augmenté par rapport à l'état initial et par rapport au autres milieu de trempe (l'eau et l'air), nous attribuant cette augmentation a la possibilité d'activation d'un phénomène de précipitation au cours du refroidissement pendant le passage par des température critique (voisinage de 450°C) il est connue que les précipités constituent une barrière stoppant le glissement des plans lors de la déformation appliquée par le pénétrateur du duromètre ou du microduromètre.

Les traitements de trempe et de revenu à des température élevées produisent dans ces aciers une martensite avec de fine particule en dispersion de ferrite delta et d'austénite résiduelle non transformé et précipité (carbonitruure Ti(C,N), carbure M₂₃C₆ et les composés

M2X. L'austénite résiduelle est l'origine de la bonne ténacité de ces aciers aux basses températures [< 0 °C]. La présence d'une quantité d'austénite sous forme de particule dispersée à l'intérieur d'une matrice martensitique est en générale recommandée, elle confère une bonne ténacité au matériau. Mais il a été établi (C. Gesnoux et al [16]), que le fait d'effectuer des traitements de revenu avec des températures relativement élevées peut dans certains cas provoquer une seconde trempe de l'austénite résiduelle en martensite, ce qui peut expliquer l'augmentation de la dureté de l'échantillon revenu à 750 ° C.

Selon les travaux publiés par D.H. Pinga et al [18,19], les aciers inoxydables martensitiques au Nickel sont susceptible a la précipitation de fine particules de phases intermétallique par traitement de revenu dans la marge de température comprise entre 400 et 600 ° C et cela après une mise en solution complète dans le domaine austénitique suivi d'une trempe, le type des précipités dépend de la nature des éléments d'additions en présence. Dans notre cas la teneur en carbone est faible elle est de 0.0126% et contient des éléments substitutionnels tel que le Cr le Mo le Ni ; Ce qui peut expliquer l'augmentation de dureté observée après à 450 ° C.

Le revenu à 650 °C a engendré un adoucissement et un réarrangement des grains. En produisant ainsi une structure martensitique adoucie. On mentionne qu'il est recommandé pour ce type d'acier de réaliser les traitements de revenu et d'adoucissement dans la marges de température comprise entre 590-620°C [17].

CONCLUSION

Dans notre étude le matériau étudié est un acier martensitique au Ni Mo, C'est un matériau qui possède des propriétés mécaniques très attractives dues à la combinaison entre les propriétés de dureté de la martensite et sa résistance à l'usure, et la propriété de la ténacité conférée par l'austénite résiduelle éventuelle. Les propriétés structurales et mécaniques de ce matériau sont très sensibles à la vitesse de refroidissement lors d'un traitement thermique à haute température. La mise en évidence et la compréhension des évolutions observées nécessitent des examens plus approfondis afin de localiser et d'analyser l'austénite résiduelle et sa morphologie, ainsi que la nature et la dispersion des précipités qui sont parmi les causes probables du durcissement structural observé.

Références bibliographiques

1. **Technique de l'ingénieur ;** Aciers, généralités (M300)
2. **Les aciers inoxydables ;** Heinz Ordenbach, Ev et Vdeh 1989
3. **Technique de l'ingénieur (M 2.1)**
4. **La lettre de l'agence Rhône-Alpes pour la maîtrise des matériaux**
Numéro 4- octobre/décembre 2002
5. **Technique de l'ingénieur (M 4540)**
6. **Les aciers inoxydables ;** Gury David (1990)
7. **Des matériaux (1986) ;** jean Marie Dorlot. Jean Paul Bailon
8. **Précis de métallurgie ;** J. Barralis et G. Maeder, Nathan 1990.
9. **Metal Hand Book N°9**
10. **Technique de l'ingénieur (M 4541)**
11. **Technique de l'ingénieur (M 1155)**
12. **Technique de l'ingénieur (M 1160)**
13. **Mémoire fin d'étude**
14. **Technique de l'ingénieur (M 1115)**
15. **Le clef des aciers 2001.**
16. **Effect of post-weld heat treatment on the microstructure and hydrogen permeation of 13 Cr Ni Mo steels.** C. Gesnouin a, A. Hazarabedian a, P. Bruzzoni a, J. Ovejero-Garc_1a a, P. Bilmes b, C. LlorenteCorrosion Science 46 (2004).
17. **Microstructural change in high temperature heat-affected zone of low carbon weldable 13 %Cr martensitic stainless steels,** D. Carrouge, Pr. H.K.D.H Bhadeshia, Department of Materials science and Metallurgy , University of Cambridge and Dr . P.Woollin, TWI Ltd. Granta park UK.
18. **Microstructural evolution in 13Cr–8Ni–2.5Mo–2Al martensitic precipitation-hardened stainless steel.** D.H. Pinga,, M. Ohnumaa, Y. Hirakawab, Y. Kadoyab, K. Honoa. Materials Science and Engineering A 394 (2005).
19. **Les aciers inoxydables,** P. lacomb, G. beranger.1990.