

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



DEPARTEMENT DE METALLURGIE

Projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Thème :

CARACTÉRISATION D'UN TUBE
DE CHAUDIÈRE APRÈS
UTILISATION

Réalisé par :
- N. ZOUACHE
- R. ZOUAOUI

Proposé et dirigé par :
Pr. E. SALHI

Promotion 2007

E.N.P, B.P 182, 10 Avenue Hassen Badi, El-harrach, Alger.

ملخص:

هذا العمل يهدف إلى تحديد حالة تلف أنبوب مولد بخار بعد الاستعمال, لهذا عدة طرق تجريبية استخدمت مثل المعالجة الحرارية, التحليل الكمي.

النتائج المحصل عليها سمحت لنا بالتعرف على أسباب التلف ومنه نوصى بدراسة شروط عمل هذا الأنبوب لتفادي الحوادث.

الكلمات المفتاحية: الفولاذ الضعيف المزج, التحليل الكمي, المعالجات الحرارية, صلابة برينل.

Résumé :

L'étude qui suit, a pour but d'évaluer l'état de dégradation d'un tube de chaudière après utilisation et pour cela diverses méthodes expérimentales ont été utilisées, à savoir la trempe et l'analyse quantitative de taux de phases et de la taille des grains.

Les résultats obtenus nous ont permis, de connaître les causes de cette dégradation et à partir de là, préconiser une optimisation des conditions de fonctionnement à fin d'éviter éventuels accédants.

Mots clés :

Acier faiblement allié, Analyses quantitatives, traitements thermiques, dureté brinell.

Abstract :

The study which follows has for aim to evaluate the state of degradation of a pipe of boiler after use and for this reason various experimental methods were used, namely hardening and the quantitative analysis of rate of phases and the size of the grains.

The results obtained allowed us, to know the causes of this degradation and from there, to recommend an optimization of the operating conditions at end to avoid possible reaching.

Keywords:

Low carbon steel, Quantitative analysis, heat treatments, Brinell hardness.

REMERCIEMENTS

Nous tenons à exprimer nos sincères et profondes gratitudees à tout ceux qui ont contribué de près ou de loïn à ce travail.

Nous remercions le professeur E. SALHI pour avoir proposé ce sujet, de nous avoir conseillé et encadré.

Notre reconnaissance à tout le personnel de la Division Fonderie ROUBA et du CVI pour leur gentillesse et leur disponibilité.

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

Nous remercions Mr ABADLI et Mr BOWABDELLAH d'avoir accepter de juger notre travail.

DEDICACE

A la mémoire de mon père.

A ma très chère mère, pour son sacrifice à mon égard, que Dieu la protège,

A mes frères et sœurs.

A mon grand-père Douadi.

A mes oncles, Hakim, Khaled, Ahmed, Rabie, et toute les familles, ZOUACHE, ATOUI et ZOUADUI.

A tout ceux qui m'aiment,

Jedédie ce travail

N. Zouache.

DEDICACE

A mes chers parents pour leurs sacrifices à mon
égard, que Dieu les protège,

A mes frères et ma sœur

A mes tantes, mes oncles et à toute la famille
ZOUADOU, RAHLI et ZOUACHE

A tout ceux qui m'aiment,

Jedédie ce travail

R. ZOUADOU

DEDICACE

A mes amis, O.Ladjali, Waheb, Hamza, Erraïb,

Brakim COR, Chouli, Bilel24, Akhina

Fouaz, Yob, Hichem21 et Toute la promo07

(Fateh, Amine, COCA) Tabla, Zaras.

Naim, Elhadi, Titouret toutel'équipe de la cité

BOURAOUI Ammar.

Mohrebbek et Ammar echaoui

NABIL & RAJIK

Sommaire

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

Chapitre 1 : Généralités sur les Aciers

1. Introduction	2
2. Différents types d'acier	3
2.1 Aciers non alliés	3
2.1.1 Aciers de construction métallique	3
2.1.2 Aciers au carbone pour appareils à pression	4
2.1.3 Aciers pour armature du béton	4
2.1.4 Aciers pour emboutissage et pliage à froid	4
2.1.5 Aciers non alliés à outils pour travail à froid	4
2.1.6 Aciers non alliés pour tôles magnétiques	5
2.1.7 Aciers non alliés de construction mécanique	5
2.2 Aciers alliés	5
2.2.1 Aciers alliés pour appareils à pression	5
2.2.2 Aciers de construction mécanique	5
2.2.3 Aciers inoxydables	6
2.2.4 Aciers à outils alliés	7
2.2.5 Aciers alliés pour tôles magnétiques	8
3. Éléments d'alliage présents dans les aciers	8
3.1 Solubilité des éléments d'alliage	8
3.2 Influence des éléments d'alliage sur les structures d'équilibre	9
3.3 Influence des éléments d'alliage sur les transformations hors équilibre	13
3.4 Influence des éléments d'alliage sur les propriétés physiques des aciers	14
3.5 Influence des éléments d'alliage sur les propriétés chimiques des aciers	14
4. Performances mécaniques des aciers. Signification pratique	15

Chapitre II : Les traitements thermiques

1 Recuits	16
2 Trempes	17
2.1 Bain de trempe	18

2.2 La trempabilité	19
2.3 Différents types de trempe	20
2.3.1 La trempe martensitique	21
2.3.2 La trempe bainitique	22
2.3.3 La trempe austénitique	23
3 Revenus	23

Chapitre III : Techniques expérimentales

1 Préparation micrographique des échantillons	25
1.1 Prélèvement de l'échantillon, découpage et mise en forme	25
1.2 Enrobage	26
1.3 Préparation de la surface d'examen	27
1.4 Polissage	27
1.5 Ultra – sons	29
1.6 Attaque chimique	30
2 L'analyse microscopique	31
2.1 L'observation au microscope optique	31
3 Analyse chimique	32
4 Etude métallographique quantitative et qualitative	32
4.1 Fraction volumique des phases	32
4.2 Analyse de la taille	33
5 Essai De Dureté	34
5.1 Principe de l'essai de pénétration	34
5.2 Essai brinell	35

Chapitre IV : Résultats et interprétations

1 Analyse chimique	37
2 Observation microscopique et analyse quantitative	37
2.1 Les échantillons traités	37
2.2 Les échantillons non traités	44
Conclusion générale	57
Références bibliographiques	58

Liste des figures

Figure 1.	Diagramme Fer-Carbone	3
Figure 2	Influence du molybdène sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma dans le système fer-carbone-molybdène	10
Figure 3	Influence du manganèse sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma dans le système fer-carbone-manganèse	11
Figure 4	Influence des éléments d'alliage sur la température de l'eutectoïde dans chaque système fer-carbone-élément d'alliage	12
Figure.5	Influence des éléments d'alliage sur la teneur en carbone de l'eutectoïde dans chaque système fer-carbone-élément d'alliage	12
Figure 6 :	Déférentes types de la trempe	20
Figure7:	Presse d'enrobage.....	27
Figure 8 :	Polisseuse.....	28
Figure 9 :	Ultrason.....	30
Figure 10 :	Préparation de nital.	30
Figure 11 :	Microscope optique.....	31
Figure 12 :	Microscope optique métallographique (dit inverser)	31
Figure 13 :	la grille utilisée pour le comptage.	33
Figure 14 :	Principe de BRINELL	35
Figure 15 :	Conditions d'essai de BRINELL	36
Figure 16 :	L'évolution de la dureté en fonction la température.....	43
Figure 17 :	Représentation des différentes faces (A, B, C) de l'échantillon prélevé.....	44
Figure18 :	Représentation des histogrammes de distribution de la taille moyenne de ferrite Dans le sens de la largeur.....	51
Figure 19 :	Représentation des histogrammes de distribution de la taille moyenne de ferrite Dans le sens de la longueur.....	55

Introduction générale

Dans tout système mécanique, il est nécessaire de bien caractériser les propriétés chimiques, physiques et mécaniques des pièces qui le constituent.

L'objet de notre étude consiste en une expertise d'un tube de chaudière endommagé d'une centrale électrique.

Cette expertise a pour but d'une part d'identifier la nature du matériau, de point de vue composition chimique, structurale et propriétés mécanique, et d'autre part d'exprimer l'état de dégradation qu'il a subi.

La première partie consiste en une étude bibliographique qui est composé de deux chapitres :

- ☞ Le premier chapitre est consacré à la présentation des différents types d'acier, leurs éléments d'addition et leurs propriétés mécaniques
- ☞ Le deuxième chapitre comporte les traitements thermiques et leurs utilités.

La deuxième partie est consacrée aux techniques expérimentales utilisées, particulièrement la microscopie optique, les traitements thermiques et l'analyse quantitative.

Les résultats ont été accompagnés d'interprétations qui nous permettrons de tirer une conclusion.

Chapitre I

1. INTRODUCTION

Un acier est un « alliage de fer et de carbone (moins de 2 %) auquel on donne, par traitement mécanique ou thermique, des propriétés variées (malléabilité, résistance...) ».

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 ».

À la lecture de ces deux définitions, on constate que la limite supérieure de la teneur en carbone des alliages Fe-C susceptibles de s'appeler des aciers (par différence avec les fontes) est délicate à préciser. C'est la raison pour laquelle il peut être préférable d'adopter un point de vue plus métallurgique en prenant en compte la différence intervenant lors de la solidification de ces alliages (figure 1) :

- la solidification d'une fonte s'achève par une réaction eutectique qui inclut la précipitation de carbure de fer et/ou de graphite ;
- la solidification d'un acier s'achève en conservant tout le carbone en solution solide dans la structure qui peut être δ , $\delta + \gamma$ ou γ .

On peut donc appeler **acier** un alliage à base de fer, éventuellement allié, et contenant du carbone en quantité telle qu'à haute température, lors de l'achèvement de la solidification, cet élément soit dissous (et donc pas du tout précipité sous forme de carbure ou de graphite).

Par ailleurs, il est utile de distinguer, à partir des états d'équilibre à 20 °C, les aciers qui, à côté de l'agrégat eutectoïde (perlite) contiennent :

- soit de la ferrite proeutectoïde ; ils sont alors dits **hypoeutectoïdes** ;
- soit de la cémentite proeutectoïde ; ils sont alors dits **hypereutectoïdes**.

Les aciers étant des alliages à base de fer, nous allons donc examiner tout d'abord quelles sont les propriétés de ce métal [1].

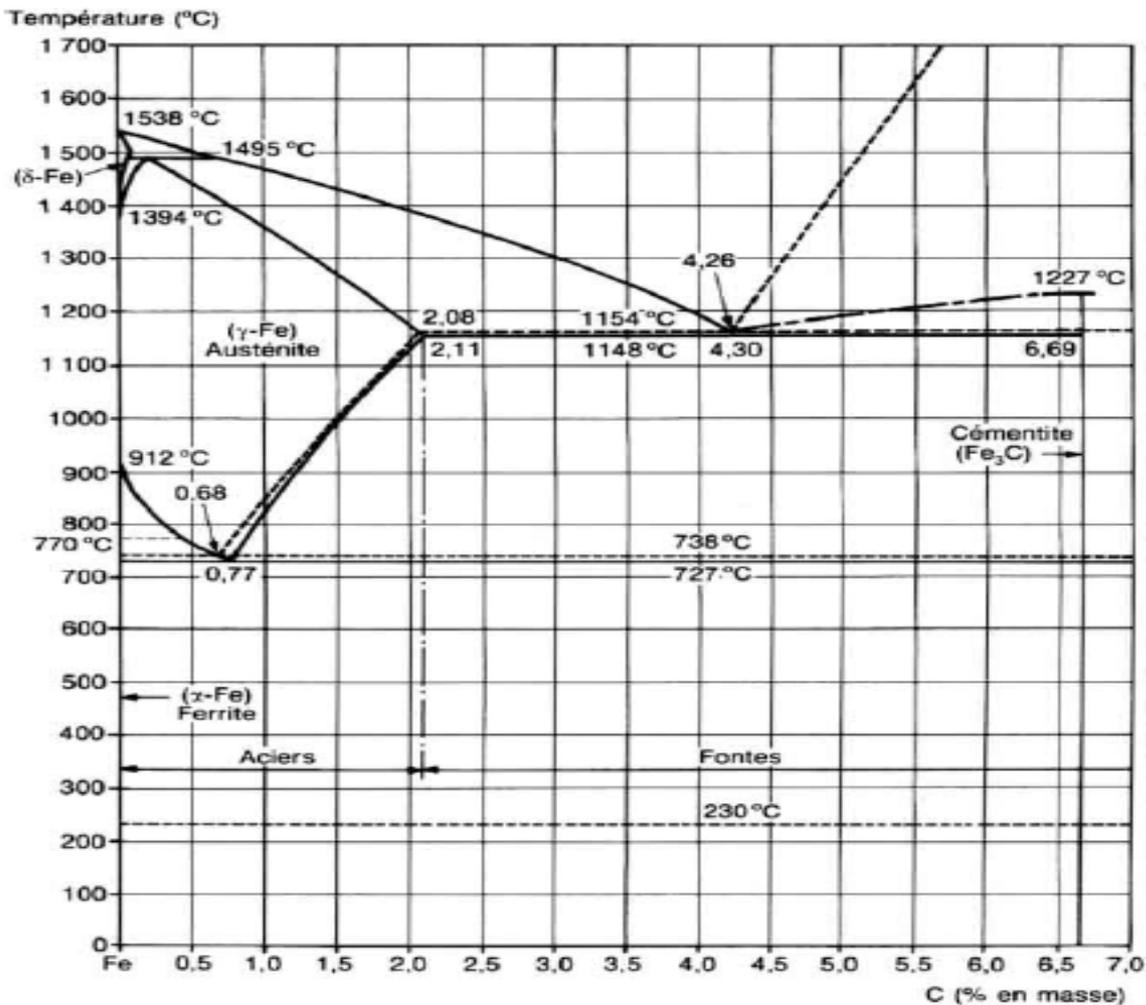


Figure1. Diagramme Fer-Carbone [9].

2 Les différents types d'acier

2.1 Aciers non alliés

2.1.1 Aciers de construction métallique

Aciers de base non alliés au Fe/C ou Fe/C/Mn livrés généralement prêts à l'emploi à l'état ferrito-perlitique et dits parfois *d'usage général*. Ils sont soudables et ne sont pas destinés à subir des traitements thermiques (sauf les traitements de détensionnement après formage ou soudage).

Ils doivent parfois satisfaire à des conditions particulières relatives à leur mise en forme à température ambiante (pliage, bordage...). En température, leur domaine d'emploi est limité. Approximativement à l'intervalle -60 à $+350$ °C.

Dans cette catégorie s'inscrivent les aciers de qualité microalliés dits à dispersoïdes qui sont livrés (après laminage thermomécanique) à l'état ferrito-perlitique, la ferrite étant durcie par précipitation interphase (intragranulaire) de carbures ou carbonitrures de Nb et/ou V provoquée au cours d'un refroidissement contrôlé après laminage [12].

2.1.2 Aciers au carbone pour appareils à pression

Aciers de qualité non alliés (Fe/C ou Fe/C/Mn) auxquels il est demandé de retrouver leur structure d'emploi par normalisation (et éventuellement revenu) après mise en forme à chaud (à l'état austénitique).

Ces aciers doivent satisfaire à des exigences particulières relatives à leur résistance à la rupture fragile et, lorsqu'ils sont employés à température supérieure à l'ambiante, à leur limite d'élasticité à chaud et à leur tenue au fluage [12].

2.1.3 Aciers pour armature du béton

Les armatures incorporées aux bétons sont passives ou actives.

- Les armatures passives (béton armé) sont constituées d'aciers de base non alliés utilisés à l'état brut de laminage à chaud, parfois écrouis, ou après traitement thermique.
- Les armatures actives (béton précontraint) doivent répondre à des exigences particulières (notamment résistance à la relaxation).

Elles sont réalisées en aciers spéciaux non alliés à teneur en carbone élevée parfois traités par trempe et revenu et le plus souvent écrouis et vieillis pour permettre d'améliorer la résistance à la relaxation [12].

2.1.4 Aciers pour emboutissage et pliage à froid

Aciers de qualité livrés en produits plats auxquels il est demandé de présenter des propriétés particulières de ductilité, d'emboutissage et d'état de surface. En général, les teneurs en éléments interstitiels de ces aciers sont réduites le plus possible (sauf parfois en phosphore ajouté pour augmenter la limite d'élasticité).

Parmi ces aciers, on peut classer les aciers pour emballages, aciers de qualité auxquels, outre l'aptitude à l'emboutissage, on demande une propreté inclusionnaire particulière et, dans certain cas, une protection spécifique contre la corrosion (fer blanc et fer chromé notamment) [12].

2.1.5 Aciers non alliés à outils pour travail à froid

Aciers spéciaux au carbone aptes aux traitements thermiques avec, pour certains, de très faibles teneurs en éléments résiduels et pour d'autres de petites additions de Cr ou de V [12].

2.1.6 Aciers non alliés pour tôles magnétiques

Aciers de base auxquels il est demandé de présenter des garanties relatives aux pertes totales spécifiques sous induction magnétique et qui sont livrés soit avec une structure à grains non orientés prête à l'emploi, soit à l'état brut de laminage à froid (tôles semi-finies) et qui doivent alors subir, avant emploi, un traitement thermique spécifique [12].

2.1.7 Aciers non alliés de construction mécanique

Aciers spéciaux destinés à subir des traitements thermiques et devant, de ce fait, répondre à des exigences relatives à leur trempabilité (qui est faible) et à sa régularité. Ils peuvent, par ailleurs, présenter des aptitudes particulières quant à leur mise en oeuvre [12].

2.2 Aciers alliés

2.2.1 Aciers alliés pour appareils à pression

Aciers spéciaux alliés (généralement au molybdène et au chrome) auxquels il est demandé de retrouver leur structure d'emploi par normalisation (et éventuellement revenu) après mise en forme à chaud (à l'état austénitique). Ces aciers doivent satisfaire à des exigences particulières relatives à leur résistance à la rupture fragile et, lorsqu'ils sont employés à température supérieure à l'ambiante, à leur limite d'élasticité à chaud et à leur tenue au fluage [12].

2.2.2 Aciers de construction mécanique

Aciers spéciaux destinés à subir des traitements thermiques et devant, de ce fait, répondre à des exigences relatives à leur trempabilité et à sa régularité. Ils peuvent, par ailleurs, présenter des aptitudes particulières quant à leur mise en oeuvre (usinabilité notamment).

Des éléments d'alliage (Cr, Ni, Mo, V notamment et parfois Si) apportent surtout la trempabilité et, éventuellement, des aptitudes particulières au durcissement. Les plus alliés peuvent atteindre des niveaux élevés de résistance et sont susceptibles d'être utilisés à des températures extrêmes.

Cette catégorie d'aciers comporte de nombreuses nuances prévues pour des usages spécifiques (boulonnerie, chaînes, ressorts, roulements, soupapes...) ainsi que des variantes

destinées à des mises en oeuvre particulières (aciers de décolletage, aciers à usinabilité améliorée, aciers prétraités...) [12].

2.2.3 Aciers inoxydables

Aciers spéciaux dont l'élément d'alliage de base est le chrome à des teneurs supérieures à 10 % et contenant souvent peu ou très peu de carbone (pour éviter la précipitation de carbures de chrome) mais, par contre, des éléments d'alliage agissant sur l'état structural et sur la résistance à la corrosion (nickel, molybdène, cuivre, titane, niobium...).

Les fortes additions d'éléments d'alliage alphagènes (Cr, Mo...) ou gammagènes (Ni, Mn) modifient profondément l'état structural d'emploi de ces aciers, et on distingue quatre catégories.

- Les aciers inoxydables martensitiques qui contiennent de 12 à 18 % de chrome et des teneurs en carbone variables de 0,1 à 1 % environ. Ils sont utilisés après trempe martensitique et revenu et sont susceptibles, de ce fait, d'acquérir des performances mécaniques élevées mais, du fait de leur composition et leur état structural, ils ne résistent pas à l'agression de tous les milieux.
- D'autres aciers inoxydables sont dits aussi martensitiques mais ils ne contiennent pas d'addition volontaire de carbone ; ils sont durcis au cours d'un vieillissement après trempe martensitique par précipitation de composés intermétalliques formés à partir d'éléments d'addition spécifiques tels que le nickel, le cuivre, le molybdène, le titane et l'aluminium.
- Les aciers inoxydables ferritiques (12 à 20 % de chrome) et super-ferritiques (% chrome > 20) ne comportent pas d'addition de carbone et les résidus présents (< 0,08 %) sont généralement fixés par du titane ou du niobium. Leur composition leur permet de rester ferritiques à toute température et de présenter donc des propriétés mécaniques intéressantes.
- Les aciers inoxydables austénitiques avec des teneurs en chrome égales ou supérieures à 17 % et des proportions de nickel (et de manganèse) suffisantes (en général au moins 8 % de Ni) pour assurer la stabilité de l'état austénitique à toutes températures.

Ces aciers ne comportent généralement pas d'addition volontaire de carbone mais contiennent, le plus souvent, des éléments d'addition améliorant leur tenue aux corrosions tels que molybdène (solutions chlorurées), cuivre, titane, niobium (fixation des résidus de carbone).

Les aciers austénitiques de base affichent de faibles caractéristiques mécaniques de résistance qui peuvent être très sensiblement améliorées :

- Par écrouissage (autorisé par leur grande ductilité) ;
- Surtout par addition d'azote (durcissement par effet de solution solide) sans altération de la résistance à la corrosion ;
- Par précipitation, au cours d'un revenu, de composés intermétalliques à base de titane et d'aluminium ou de composés phosphorés.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques dont la composition (en chrome, nickel, molybdène et silicium notamment) est équilibrée pour conserver à l'état d'emploi une structure mixte constituée d'austénite (30 à 50 %) et de ferrite (70 à 50 %). Cet état confère à ces aciers des performances mécaniques élevées et une résistance particulière à certaines corrosions (intergranulaires et sous contrainte).

Avec les aciers inoxydables on peut classer aussi les aciers dits réfractaires (articles Aciers et alliages réfractaires et Données numériques sur les aciers et alliages réfractaires) qui sont des aciers résistant à la corrosion par les gaz chauds.

Ce sont donc des aciers inoxydables dont les caractéristiques mécaniques à hautes températures (limite d'élasticité, résistance et surtout résistance au fluage) ont été améliorées (généralement par addition d'élément d'alliage carburigènes) [12].

2.2.4 Aciers à outils alliés

Aciers spéciaux (avec notamment des éléments carburigènes) auxquels il est demandé d'être aptes à atteindre, par traitements thermiques, des niveaux élevés de résistance à la température ambiante ou, souvent, à hautes températures. Parmi eux on distingue trois types d'acier.

- ✓ Les aciers alliés pour travail à froid, catégorie comportant :
 - des aciers résistant à l'usure à hautes teneurs en carbone ;
 - des aciers résistant aux chocs avec des teneurs en carbone modérées (0,3 à 0,6 %) ;
 - des aciers résistant à certaines corrosions (hautes teneurs en chrome).
- ✓ Les aciers alliés pour travail à chaud dont le traitement thermique met en oeuvre le durcissement secondaire (ils contiennent de fortes teneurs en éléments carburigènes), on distingue :
 - les aciers résistant aux chocs mécaniques ;
 - les aciers résistant aux chocs thermiques ;

- les aciers résistant à l'usure à températures élevées ;
 - les aciers pour emploi à très hautes températures.
- ✓ Les aciers rapides dont les éléments d'alliage de base sont W, Mo, V, Cr avec des teneurs en carbone de l'ordre de 0,7 à 1 % (aciers de base) ou supérieures à 1 % (aciers surcarburés) et éventuellement des additions de cobalt (5 à 10 % pour améliorer la tenue à chaud) [8].

2.2.5 Aciers alliés pour tôles magnétiques

Ce sont des aciers de qualité alliés au silicium auxquels il est demandé de présenter des garanties relatives aux pertes totales spécifiques sous induction magnétique et qui sont livrés avec une structure à grains orientés prête à l'emploi [12].

3. Éléments d'alliage présents dans les aciers

Les influences des éléments d'alliage susceptibles d'être introduits dans les aciers doivent être étudiées en fonction de divers paramètres :

- leur solubilité ;
- leur action sur les structures d'équilibre ;
- leur aptitude à former certains composés (nitrures, oxydes, sulfures et intermétalliques) ;
- leur action sur les transformations hors équilibre [10].

3.1 Solubilité des éléments d'alliage

Sans être totalement déterminante, la solubilité d'un élément d'alliage dans le fer γ fournit une première information sur les quantités qui peuvent être incorporées dans un acier et solubilisées dans l'austénite.

Bien entendu, au-delà de cette première estimation, il faut examiner les solubilités dans le fer α pour prévoir les tendances d'évolution au cours ou à la suite des transformations allotropiques et, par ailleurs, prendre en compte les composés qui peuvent se former et dont il est nécessaire de considérer la solubilité propre [10].

Le tableau 1 rassemble un certain nombre d'informations relatives à ces différents points.

Elément	Solubilité (% en masse dans le fer				Composées formées avec			
	γ		α					
	max	Effet C	max	à 20°C	Fe	C	N	O
Al	0.625		12	<	+		+	+
B	0.021	↘	0.002	<	+	+	+	+
Co	TOT		77	<				
Cr	12.7	↘	TOT	<	+	+	+	+
Cu	9.5		2.1	<				
Mn	TOT		3			+		
Mo	2	↘	32	<	+	+		
Ni	TOT		7	<	+			
P	0.3		2.65	<	+			
S	0.065		0.020	<	+			+
Si	2	↘	13.5	<	+			+
Ti	0.72	↘	9	<	+	+	+	+
V	1 à 1.4	↘	TOT	<	+	+	+	
W	4	↘	35.5	<	+	+		

↘ La solubilité de l'élément diminue en présence de carbone

Tableau 1 : Informations relatives aux éléments d'alliage [10]

3.2 Influence des éléments d'alliage sur les structures d'équilibre

À des teneurs limitées, les éléments d'alliage changent le tracé du diagramme d'équilibre Fe /C en modifiant tout d'abord les domaines respectifs d'existence des phases α et γ .

C'est ainsi que l'on distingue :

- ❖ les éléments alphagènes qui augmentent la surface du domaine dans lequel la phase α est stable et, de ce fait, diminuent la surface du domaine de stabilité de la phase γ comme l'illustre la (figure 2) en ce qui concerne le molybdène ; la liste des éléments alphagènes comprend presque tous les éléments habituels tels que Si, Al, Cr, Mo, Ti, W ;

- ❖ les éléments gammagènes qui augmentent la surface du domaine d'existence dans lequel la phase γ est stable (figure 3) ;

Une façon de quantifier l'effet des éléments d'alliage sur les domaines de stabilité des phases α et γ consiste à présenter deux diagrammes qui, en fonction de la teneur en élément d'alliage et cela pour chacun d'eux, représentent :

- pour le premier (figure 4), l'évolution de la température eutectoïde ;
- pour le second (figure 5), les variations de la teneur en carbone de l'eutectoïde.

Souvent, ces courbes sont tracées pour des teneurs élevées en éléments d'alliage ; nous avons préféré ne considérer que les parties relatives aux faibles teneurs car la présence d'éléments étrangers amène à des diagrammes d'équilibre souvent très différents quand les proportions de ceux-ci sont importantes.

Les effets des éléments d'alliage sont aussi traduits par des formules liant les points de transformation $Ac1$ et $Ac3$ à la composition chimique.

Ac1 température à laquelle l'austénite commence à se former au cours d'un chauffage lent ;

Ac3 température à laquelle la ferrite achève de se transformer en austénite au cours d'un chauffage lent.

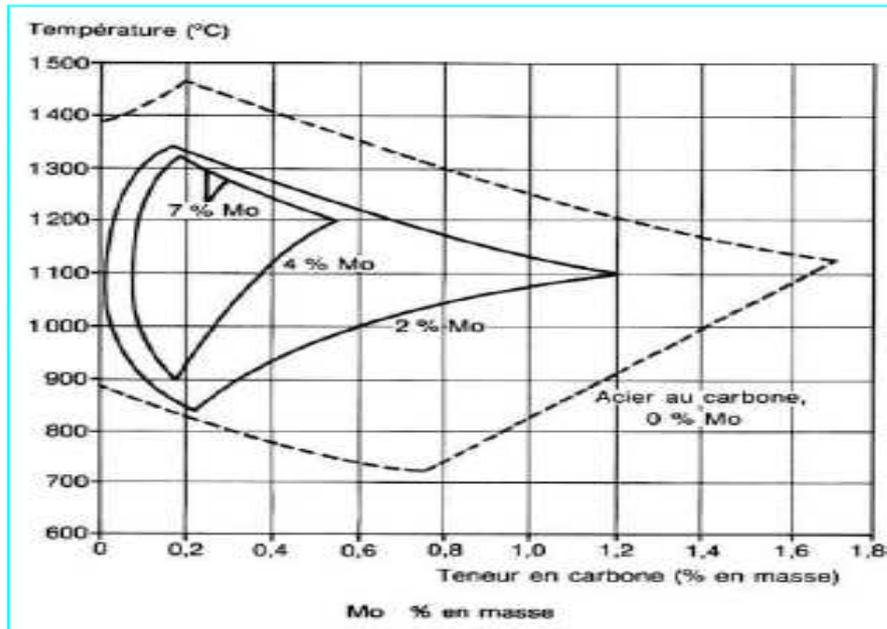


Figure 2 – Influence du molybdène sur l'étendue du domaine de stabilité de la phase gamma dans le système fer-carbone-molybdène [10].

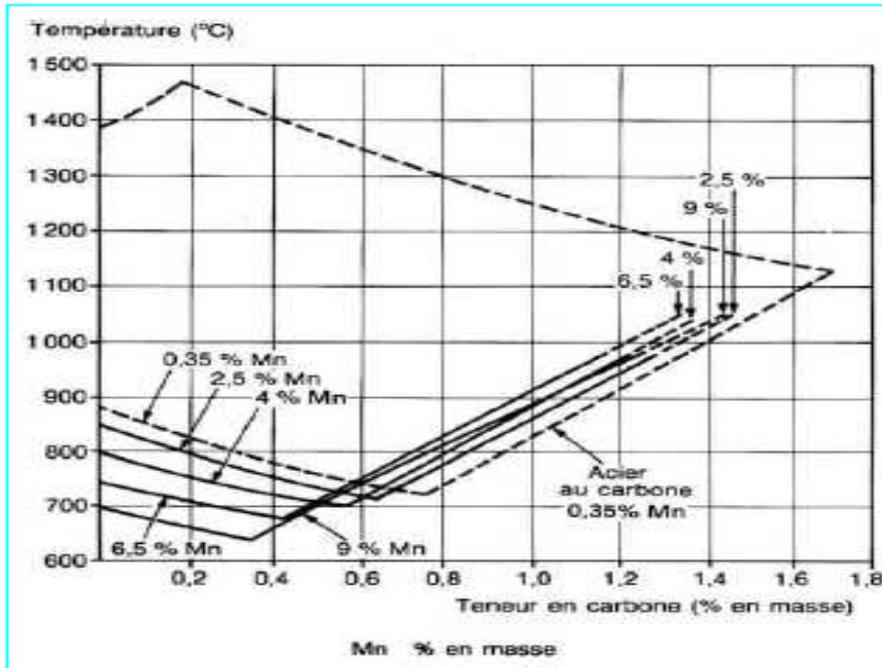


Figure 3 – Influence du manganèse sur l’étendue du domaine de stabilité de la phase gamma dans le système fer-carbone-manganèse [10].

Par ailleurs, certains éléments d’alliage engendrent des modifications des carbures précipités à l’état d’équilibre ; en leur présence le carbone ne précipite plus sous la forme de carbure de fer mais sous d’autres espèces. On est ainsi amené à considérer les éléments dits carburigènes, éléments qui ont pour le carbone une affinité plus grande que celle du fer : ce sont Mn, Cr, Mo, V, W, Nb, Ti. Il faut noter que ces éléments, à faibles teneurs, ont souvent tendance à participer à la formation de la cémentite en se substituant partiellement au fer, donnant ainsi des carbures répondant à la formule générale M_3C . À fortes teneurs, par contre, ils forment les carbures qui leur sont propres (en admettant parfois un peu de fer qui se substitue à eux) [3].

C’est ainsi, par exemple, qu’avec le chrome on pourra former des carbures répondant aux formules suivantes :



Alors qu’avec le vanadium on pourra identifier :



En ce qui concerne ces éléments carburigènes, il est nécessaire de tenir compte de la solubilité des carbures, laquelle conditionne l’intérêt de leur addition, qui n’aura d’influence

directe que s'ils passent en solution dans l'austénite. Les produits de solubilité informent sur les possibilités dans ce domaine.

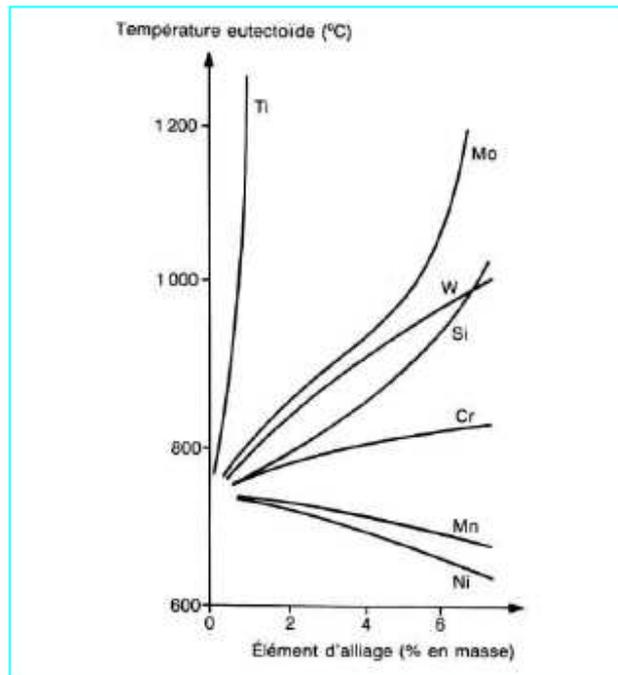


Figure 4 – Influence des éléments d’alliage sur la température de l’eutectoïde dans chaque système fer-carbone-élément d’alliage [10].

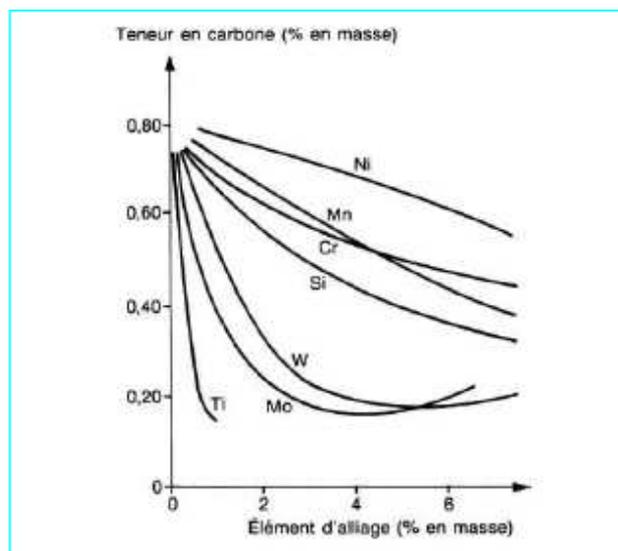


Figure.5 – Influence des éléments d’alliage sur la teneur en carbone de l’eutectoïde dans chaque système fer-carbone-élément d’alliage [10].

3.3 Influence des éléments d'alliage sur les transformations hors équilibre

Les conditions dans lesquelles la structure d'un acier se transforme au cours du retour à la température ambiante après un chauffage à haute température (passage à l'état austénitique avec mise en solution du carbone dans le fer γ) dépendent de la composition chimique de celui-ci.

Ainsi, avec une pièce assez massive en acier hypoeutectoïde refroidie dans un milieu donné, on pourra parvenir, après retour à l'ambiante, à différentes situations :

- ❖ le métal est totalement martensitique : il est donc susceptible, après un judicieux revenu, de présenter ses performances les plus élevées ; il est dit à haute trempabilité (d'autant plus haute que la pièce est plus massive et le refroidissement moins énergétique) ;
- ❖ le métal est totalement ferrito-perlitique et possède donc des caractéristiques de résistance voisines des minima et des caractéristiques de ductilité voisines des maxima dont il est capable ; il est dit à faible trempabilité (d'autant plus faible que la pièce est de faible massivité et le refroidissement plus énergétique) ;
- ❖ le métal est martensitique (ou martensito-bainitique) au voisinage de la peau et ferrito-perlitique à coeur : ses propriétés mécaniques sont alors très variables dans sa section ; il est dit à trempabilité moyenne.

La trempabilité d'un acier se définit donc en fonction des dimensions de la pièce et des conditions de refroidissement mais, toutes choses égales par ailleurs, elle dépend essentiellement de la composition chimique du métal ou plutôt de celle de l'austénite avant refroidissement.

Pratiquement, tous les éléments d'alliage introduits dans l'acier augmentent sa trempabilité à l'exception du cobalt qui la diminue. Mais leur action est modulée par leur éventuel caractère carburigène.

En effet les éléments susceptibles de participer à la précipitation de carbures autres que M_3C modifient sensiblement les conditions de formation de la perlite alors qu'ils n'interviennent pas sur celles des bainites puisque celles-ci restent constituées de cémentite et de ferrite.

- Les éléments non carburigènes retardent aussi bien la formation des structures ferrito-perlitiques que bainitiques ; leur efficacité peut être considérée comme :
 - forte pour Mn ;
 - moyenne pour Ni ;
 - faible pour Cu et Si.

- Les éléments carburigènes ne retardent pas également la formation des structures ferrito-perlitiques et bainitiques :

— pour retarder la formation des structures ferrito-perlitiques leur efficacité peut être considérée comme :

- Forte pour V (à faibles teneurs), Mo et Nb,
- Moyenne pour Cr et W ;

— pour retarder la formation des structures bainitiques leur efficacité peut être considérée comme

- Forte pour Cr,
- Moyenne pour Mo,
- Faible pour Nb, V et W.

Par ailleurs, au cours du revenu des structures martensitiques et bainitiques, la présence d'éléments carburigènes induit une évolution particulière du durcissement : le durcissement dit « secondaire » (qui parfois ne se traduit que par un retard à l'adoucissement).

À des températures supérieures à 500 °C, en effet, la cémentite préalablement précipitée, disparaît et les carbures des éléments carburigènes apparaissent plus fins et plus dispersés que Fe₃C et, de ce fait, plus durcissants.

Il faut noter qu'un élément non carburigène, le silicium, agit sensiblement sur les processus du revenu de la martensite ; il retarde l'adoucissement en perturbant la formation de la cémentite (précipitation plus fine reportée à plus hautes températures) [10].

3.4 Influence des éléments d'alliage sur les propriétés physiques des aciers

S'ils sont présents en fortes proportions, les éléments d'alliage peuvent modifier les propriétés physiques des aciers.

3.5 Influence des éléments d'alliage sur les propriétés chimiques des aciers

Nous n'évoquerons ici, en matière de propriétés chimiques, que la résistance des aciers à l'agressivité chimique de leur environnement (articles de la rubrique Corrosion dans ce traité).

Dans ces conditions, il ne reste pratiquement à citer que le chrome qui est l'élément d'addition essentiel qui permet de conférer aux aciers un caractère d'inoxidabilité, c'est-à-dire

une aptitude à s'autoprotéger par formation d'une couche protectrice qui, après sa formation, arrête ou ralentit très fortement la progression de la corrosion. En corrosion aqueuse, cette couche dite passive a une composition très complexe qui dépend de celle de l'acier et de celle du milieu agressif ; elle contient généralement des ions hydroxydes, des cations des métaux oxydables contenus dans l'acier et des anions issus du milieu corrosif. En corrosion sèche à chaud, cette couche est essentiellement formée d'oxyde de chrome Cr_2O_3 .

D'autres éléments peuvent, à des degrés moindres, augmenter la résistance des aciers aux agressions chimiques ; ce sont :

- le molybdène, le cuivre et le nickel en corrosion aqueuse ;
- le silicium, l'aluminium et le nickel en milieux oxydants à chaud [10].

4. Performances mécaniques des aciers. Signification pratique

Les propriétés mécaniques des aciers sont mesurées à l'aide de divers essais (traction, rupture par choc, mécanique de la rupture, fatigue...) qui permettent de connaître les niveaux atteints par les caractéristiques de : [11]

- ❖ résistance statique ;
- ❖ ductilité ;
- ❖ résistance au choc (résilience) ;
- ❖ ténacité ;
- ❖ endurance.

Chapitre I

Dans ce chapitre, nous allons énoncer les différents types de traitements thermiques qui sont l'outil principal de l'ingénieur pour modifier les propriétés mécaniques d'un matériau métallique.

Les traitements thermiques sont classés en deux grandes catégories ; ceux qui ramenaient le matériau plus proche à son état d'équilibre, comme le traitement d'homogénéisation, de précipitation, le revenu, et la recristallisation, et ceux qui éloignaient le matériau de cet état d'équilibre notamment les trempes qui ont pour but de maintenir un état structural hors d'équilibre.

Pour les systèmes qui ont possibilité de transformations sans diffusion, une trempe peut aussi mener à une telle structure. Les diagrammes TTT et TRC contiennent plusieurs informations spécifiques au sujet des microstructures et propriétés pour un matériau donné soumis à des conditions de refroidissement données.

1 Recuits

Le rôle principal d'un recuit est de conférer à l'alliage une structure la plus proche possible de sa structure d'équilibre.

Les recuits ont les fonctions suivantes :

- Homogénéiser un alliage du point de vue tant chimique que micrographique : c'est, par exemple, le cas des alliages moulés, hétérogènes et de taille de grains non uniforme ;
- Modifier sa structure micrographique, par exemple par coalescence d'une phase ou par affinement du grain (normalisation) ;
- Restaurer la structure d'un alliage après écrouissage, soudage, ou traitement thermique antérieur ;
- Diminuer les contraintes internes (relaxation).

Les buts des recuits sont principalement les suivants :

- Adoucissement favorisant la mise en forme par déformation plastique ou par usinage ;
- Stabilisation de l'alliage, surtout d'un point de vue dimensionnel, mais aussi pour diminuer sa résistance aux efforts mécaniques.

On précise souvent, dans la dénomination d'un recuit, soit le but dans lequel il est effectué (homogénéisation, régénération, normalisation, coalescence, restauration, recristallisation, adoucissement, détente, relaxation, dégazage, etc.), soit le moyen employé ou les conditions choisies pour l'effectuer (en pot, en caisse, au passage, au défilé, à la volée, isotherme, brillant, blanc, noir, bleu, etc.).

Un recuit se réalise par chauffage à une vitesse choisie, avec éventuellement des paliers de température progressifs jusqu'à une température déterminée en fonction du but recherché.

La température de recuit étant atteinte, on effectue un maintien isotherme ou des oscillations autour de cette température, pendant un temps déterminé également en fonction du but recherché.

Le refroidissement a lieu à une vitesse choisie en fonction de la nature de l'alliage, parfois selon un programme soigneusement contrôlé. Cette vitesse est relativement lente pour rester en permanence le plus proche possible des conditionnements d'équilibre. Elle peut être aussi faible que quelques degrés par heure pour certains aciers.

Les phénomènes se produisant pendant le recuit étant thermiquement activés, le temps de recuit est d'autant plus court que sa température est élevée. De même, la structure micrographique obtenue après recuit est d'autant moins fine que la température de recuit est plus élevée, le temps de maintien plus long et le refroidissement moins rapide. Quand il s'agit de recuit d'homogénéisation, celui-ci peut s'effectuer en un temps d'autant plus court et à une température d'autant plus basse que la structure micrographique est plus fine, ou l'alliage est plus homogène.

C'est ainsi que les pièces moulées, où les phénomènes de ségrégation sont souvent importants, nécessitent des températures de recuit plus élevées ou des temps de recuit plus longs que des pièces corroyées (filées, forgées, etc.) [6].

2 Trempes

Tout chauffage au-dessus de A_{c3} , suivi d'un refroidissement rapide est défini comme une trempe. Il importe que la vitesse de refroidissement soit supérieure à la vitesse de trempe critique de l'alliage, de telle sorte que la formation de perlite ou de constituants intermédiaires soit évitée et que la martensite apparaisse.

- Le chauffage, ou mise en solution solide de certains éléments (carbone pour l'acier) conduira à une phase stable à haute température.
- La dureté envisagée fera recourir à différentes méthodes de refroidissement :
 - ❖ Réglage de la vitesse (choix du milieu de refroidissement).
 - ❖ Revenu de la martensite (constituant de la trempe).
 - ❖ Trempe isotherme (en choisissant correctement la température de traitement).

En fait, aux lois de refroidissement, viennent s'ajouter deux autres facteurs de trempe importants :

- la température de chauffage
- la composition chimique de l'acier

Tous ces éléments devront être parfaitement définis pour établir une gamme de traitement de trempe [13].

2.1 Bain de trempe

La vitesse de refroidissement dépend principalement, pour une pièce déterminée de :

- La chaleur spécifique et la conductibilité thermique de l'acier.
- La masse, la forme et l'état de surface de la pièce.
- Le pouvoir refroidissant du bain.

Le choix du milieu de refroidissement va revêtir une importance essentielle dans la définition de la vitesse de refroidissement. (Chaleur spécifique, conductibilité, masse, forme et état de surface de la pièce sont imposés).

Le pouvoir refroidissant d'un bain de trempe est une propriété très complexe, faisant intervenir différents facteurs physiques comme :

- La chaleur spécifique
- La viscosité
- La conductibilité thermique du bain
- La chaleur de vaporisation
- La chaleur de décomposition
- La formation des couches isolantes gazeuses.....etc.

Les milieux de trempe les plus employés, par ordre de pouvoir refroidissant décroissant sont :

- L'eau froide (tiède, chaude, bouillante)
- Les solutions aqueuses (eau salée)
- L'huile
- L'air soufflé
- L'air calme
- Les bains de sels ou de métaux fondus
- Les bains de sable (refroidissement plus progressif)

La neutralisation des effets de ségrégations mineures s'obtient en maintenant le métal dans le domaine austénitique à une température aussi élevée que possible de façon à accélérer la diffusion des éléments en présence. (Plus la température est élevée, plus la diffusion (vitesse) devient importante. Inconvénient : grossissement du grain austénitique).

Pour chaque nuance d'acier, il faudra choisir un compromis entre ces deux impératifs. Dans la majorité des cas, deux considérations interviennent :

- La température de chauffage ne doit pas approcher le solidus, car il y aurait fusion partielle, notamment au joint des grains (alliage brûlé).
- Le chauffage à température trop élevée entraîne la surchauffe du grain, ce qui est nuisible à tous égards [13].

2.2 La trempabilité

La vitesse de refroidissement est maximale à la surface de la pièce et diminue vers le cœur.

Le constituant de trempe MARTENSITE ne se forme que dans les zones où la vitesse critique de trempe est dépassée.

Dans les aciers au carbone non alliés, la vitesse critique est si grande qu'elle n'est dépassée que dans les couches très superficielles minces et dans le cas de la trempe à l'eau. La propagation du refroidissement vers l'intérieur dépend du rapport de la masse à la surface.

Ainsi la trempe à cœur est très rarement obtenue dans le cas d'aciers au carbone d'où la nécessité de faire intervenir les éléments d'addition modifiant favorablement la pénétration de la trempe, et la vitesse critique de trempe de l'alliage [13].

2.3 Différents types de trempe

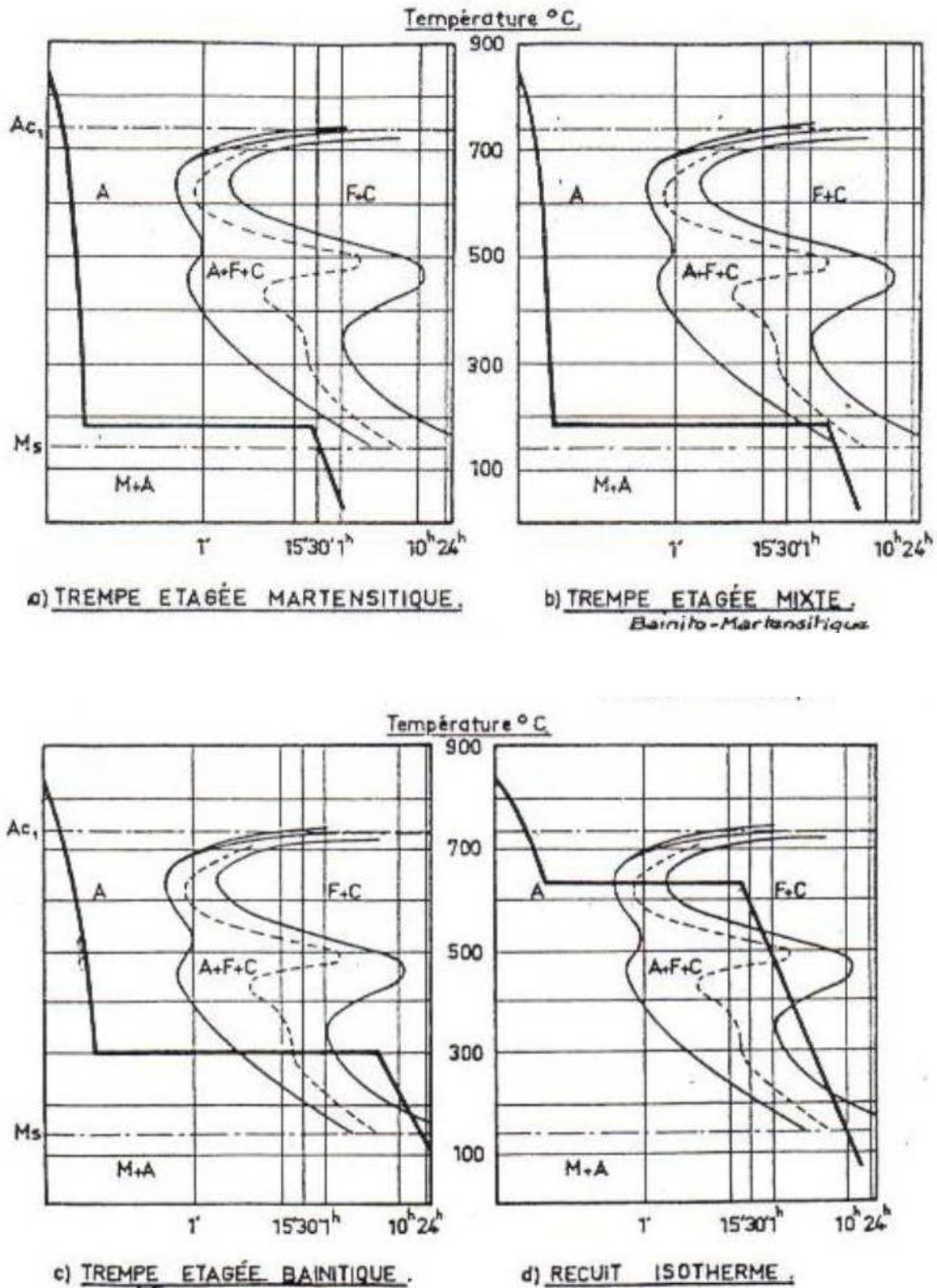


Figure 6 : différentes types de la trempe [13].

La trempe martensitique

Cette trempe consiste à porter la pièce en solution solide austénitique puis à la refroidir de telle sorte qu'elle subisse un changement total de phase accompagné d'un accroissement sensible de la dureté (qui sera fonction de la teneur en carbone).

Le refroidissement peut être continu jusqu'à une température inférieure à M_F (température à laquelle la transformation de l'austénite en martensite est pratiquement complète au refroidissement). Le refroidissement doit être assez rapide pour éviter les zones de transformation perlitiques et bainitiques de l'austénite.

C'est ce traitement qui est généralement désigné comme TREMPE sans autres précisions.

Martensite : Solution solide d'insertion en saturation de carbone dans la maille du fer. On la désigne par solution solide du fait que la structure cubique centrée du fer est déformée.

En réalité la maille est quadratique → déformation en fonction du % de carbone.

La martensite est très dure et très fragile, cette fragilité sera atténuée par un traitement ultérieur d'amélioration ou REVENU.

Le refroidissement peut être discontinu (trempe différée, étagée ou encore interrompue), le refroidissement s'opère en deux temps avec maintien isotherme par palier entre ces deux phases de refroidissement. Il convient d'éviter tout début de transformation de l'austénite au cours de ce palier dont la température sera fixée en fonction des indications fournies par les courbes de refroidissement continu de l'acier en cause. Cette température est supérieure environ de 20 à 30°C par rapport à M_S (température à laquelle la transformation d'austénite en Martensite commence au refroidissement).

La durée de maintien doit être suffisante pour atteindre au plus près l'équilibre thermique de la pièce. On refroidit ensuite dans des conditions telles que la transformation martensitique soit aussi complète que possible (il reste en fait toujours un peu d'austénite résiduelle).

Ce refroidissement discontinu présente l'avantage de provoquer la formation de martensite dans l'ensemble de la pièce amenée à une température homogène très voisine de M_s (limitation de risques de tapures et de déformations) [13].

La trempe bainitique

Transition entre Perlite et Martensite (transformation bainitique).

Le but de cette trempe est d'obtenir une structure à prédominance de bainite mais avec présence de martensite en proportion variable.

Le chauffage se fait dans les mêmes conditions que précédemment.

Le refroidissement doit être assez rapide pour éviter la transformation perlitique mais à la limite de la zone bainitique du diagramme.

Le refroidissement peut prendre deux allures :

- Un refroidissement puis un maintien à température constante dans le domaine bainitique, puis refroidissement quelconque jusqu'à la température ambiante.
- Un refroidissement ralenti par la traversée.

Bainite : La bainite se forme dans les aciers au cours de transformations isothermes à des températures inférieures à celles qui correspondent au domaine perlitique. On admet que le mécanisme de la transformation et de la germination de la bainite se fait par le fer α .

Cette ferrite se formerait par un cisaillement du réseau de l'austénite accompagné d'une diffusion à courte distance permettant une redistribution du carbone. Les cristaux de ferrite se développent dans la matrice austénitique suivant des directions préférentielles bien définies qui sont celles des plans octaédriques du réseau CFC.

Les structures bainitiques très fines sont très recherchées pour leurs propriétés mécaniques, la bainite des aciers présente une résistance mécanique excellente, alliée à une bonne ductilité [13].

La trempe austénitique (ou hypertrempe)

Ce traitement a pour but de maintenir l'austénite jusqu'à la température ambiante, aucune transformation ne se produisant durant le refroidissement. Ceci implique que le point M_s soit rejeté au-dessous de la température ambiante grâce à l'action des teneurs élevées en éléments d'alliages [13].

3 Revenus

Un revenu a pour rôle essentiel de faire évoluer une structure hors d'équilibre, obtenue par trempe, vers un état proche de l'équilibre.

Le revenu s'effectue à température modérée inférieure à la température de trempe et à celle de recuit, pendant des durées limitées. Le plus souvent, il ne permet donc pas d'atteindre l'état d'équilibre obtenu par recuit.

La nature des phases obtenues et leur composition sont en général voisines de celles obtenues par recuit, mais la structure micrographique est considérablement plus fine, ce qui, associé au mécanisme particulier d'évolution des phases pendant le revenu, confère aux alliages revenus une résistance mécanique considérablement plus élevée que celle des mêmes alliages recuits.

Il existe comme pour les recuits, des équivalences entre le temps et la température de revenu, que l'on regroupe généralement sous la forme d'une formule définissant un paramètre de revenu fonction de la température et du temps.

Tous les couples de température et de temps qui confèrent à ce paramètre la même valeur sont équivalents et correspondent à une même évolution structurale. Mais un tel paramètre n'est valable que dans un domaine limité de température correspondant à un type particulier d'évolution structurale, celle-ci pouvant être différente pour des températures de revenu différentes.

Suivant l'évolution structurale qui en découle, les revenus ont les buts suivants :

- durcissement par précipitation dans une phase sursaturée (alliages d'aluminium) ou par décomposition d'une phase métastable, obtenue par trempe (austénite des aciers) ;
- adoucissement d'une phase trop fragile obtenue par trempe (cas de la martensite des aciers au carbone) ;
- relaxation des contraintes résiduelles après trempe, sans évolution structurale.

Après trempe, certaines évolutions structurales peuvent s'effectuer spontanément vers l'état d'équilibre à la température ambiante : c'est le cas de la maturation des alliages d'aluminium ou du vieillissement de certains aciers doux. Une accélération de ces phénomènes peut être obtenue par une légère augmentation de température au cours d'un vieillissement accéléré [6].

Chapitre I II

1 Préparation micrographique des échantillons

Dans tout travail métallurgique se basant sur une observation microscopique, il est très important de bien préparer l'échantillon afin d'aboutir aux meilleurs résultats possibles.

Pour cela nous devons adopter les étapes suivantes :

1.1 Prélèvement de l'échantillon, découpage et mise en forme

Le nombre d'échantillons ainsi que le lieu de prélèvement et les plans à examiner sont généralement définis selon une norme. En général, le prélèvement est établi en fonction du but de l'examen.

Lors du prélèvement, des précautions doivent être prises pour ne pas favoriser une modification de la structure du métal, résultant soit d'un échauffement, soit d'une déformation du métal entraînant un écrouissage. Dans le cas d'un prélèvement effectué par oxycoupage, le prélèvement doit être de taille suffisante de façon à ce que la surface prévue pour l'examen soit située dans une partie non affectée thermiquement.

Dans notre cas, nous avons découpé des échantillons à différents endroits du tube endommagé dont trois (03) sur la partie déchiquetée, trois (03) autres sur une partie non endommagée et trois (03) échantillons sur le tube d'origine.

Pour cela nous avons utilisé une scie à métaux avec un arrosage abondant afin d'éviter une échauffe de l'échantillon et de ce fait une modification de sa structure.

Par la suite nous avons procédé à une abrasion à l'aide d'une tronçonneuse pour arrondir les cotés et faciliter la manipulation des échantillons lors du polissage.

Des échantillons supplémentaires du tube d'origine ont été prélevés afin de subir une trempe.

Ce traitement thermique est fait dans le but de déterminer la température de transformation Ac_3 de ce matériau, et pour cela nous avons introduit les échantillons deux à deux dans le four à traitement thermique du laboratoire de chimie (SNVI-DF-ROUIBA) préalablement chauffés à la température voulue. En débutant par $T_1 = 760 \text{ }^\circ\text{C}$ qui est légèrement au dessus de la température eutectoïde.

Les pièces sont maintenues à la température choisie, pendant 30 minutes, lorsque cette durée est écoulée les échantillons sont sortis du four et plongés dans un bac de trempe contenant une eau à la température ambiante.

Par la suite nous procédons à une observation microscopique et des essais de dureté, afin de situer la température Ac_3

Les étapes qui suivent sont indispensables pour obtenir un état de surface assez clair pour favoriser une bonne étude.

1.2 Enrobage

Cette technique consiste à enrober de matière plastique (résine) les échantillons métallurgiques céramiques et minéralogiques afin de :

- faciliter la manipulation de l'échantillon lors du polissage et de l'observation microscopique.
- Préserver l'échantillon des altérations chimiques extérieur
- Différencier par des méthodes pratiques les échantillons comme par exemple mettre des étiquettes ou écrire au feutre permanent sur l'enrobage

➤ **Masse d'enrobage à chaud (la résine) :** Ce sont des matières plastiques servant à enrober les échantillons métallurgiques, céramiques et minéralogiques.

Nous distinguons deux types de résine :

- Les résines de matière acrylique du groupe « thermo- plastique », elle fondent aux température de plus de 100°C et sont chauffées et refroidies sous pression.
- Les résines qui sont de la bakélite du groupe « duro- plastique », durcissant à chaud, de poudre, elles deviennent masse compacte sous pression et à une température d'environ 140°C. [1]

➤ **Presse d'enrobage :** Presse d'enrobage automatique, muni d'un moteur, pour l'enrobage à chaud rapide des échantillons métallographiques.



Figure7: Presse d'enrobage

Après avoir introduit l'échantillon et la résine dans l'unité d'enrobage, on met en marche le processus d'enrobage par réglage du temps de chauffe désiré.

Ensuite le processus se déroule automatiquement avec chauffage électrique suivi par refroidissement à l'eau, la force de pression pré-réglée est maintenue durant tout le processus d'enrobage électrique suivi par refroidissement à l'eau. Après une courte durée (0 - 15min), l'échantillon enrobé est obtenu. [1]

1.3 Préparation de la surface d'examen

L'échantillon est découpé de façon à obtenir une surface ayant en général une aire comprise entre 1 et 10 cm² et peut présenter divers types d'état de surface dont les plus usuels sont :

- brut de tronçonnage
- ayant subi une passe sur bande abrasive
- rectifié

Ces états de surface sont obtenus en veillant à réduire au maximum l'échauffement des échantillons, par exemple en arrosant abondamment avec un liquide adapté. [3]

1.4 Polissage

Le polissage se fait généralement en deux étapes :

- Pré - polissage
- Polissage de finition

Ces opérations peuvent être effectuées manuellement ou à l'aide de machines automatiques de polissage.

Afin d'obtenir une surface plane et éviter un arrondissement des bords de l'échantillon lors du polissage, l'échantillon peut être inséré dans un montage mécanique ou enrobé. Dans certains cas, la surface latérale de l'échantillon peut être protégée par un dépôt métallique électrolytique. [3]



Figure 8 : Polisseuse

- **Pré - polissage :**

Il se fait par frottement de l'échantillon, à l'aide de tout moyen approprié, par exemple sur des papiers abrasifs de granulométries de plus en plus fines. Dans le cas où des papiers abrasifs sont utilisés, ceux-ci peuvent être fixés sur des disques tournant à une vitesse donnée ou sur des platines planes immobiles, l'échantillon étant alors frotté à la main sur les papiers. Le polissage se fait habituellement avec arrosage d'eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.

Le polissage consiste à éliminer successivement les traces de polissage d'un papier d'une granulométrie donnée par de nouvelles suivantes. A chaque changement de granulométrie, l'échantillon doit être lavé à l'eau et séché à l'air comprimé.

De plus, lors du polissage manuel, à chaque changement de granulométrie, l'échantillon doit subir une rotation de 90° de façon à ce que les nouvelles raies de polissage soient perpendiculaires aux raies précédentes.

Granulométries utilisées (dans l'ordre de leur emploi) : l'échantillon passe successivement par la bande abrasive : 80, 280, 400, 600, 800, 1000 et 1200.

- **Polissage de finition** : trois principaux modes de polissage de finition sont généralement utilisés :
 - **Polissage à l'alumine** : Consiste à frotter l'échantillon sur des disques de feutre ou draps immobiles d'une suspension d'alumine. Les granulométries sont généralement caractérisées par le temps nécessaire au dépôt de l'alumine en suspension, après agitation. Plus l'alumine est fine, plus cette durée est longue.
 - **Polissage à la pâte diamantée** : Ce polissage se fait comme précédemment, l'agent de polissage étant de la pâte diamantée répartie à l'aide d'un diluant sur le disque. Différentes granulométries caractérisées par la taille moyenne en micromètres des grains, sont utilisées :
 - Polissage de semi finition 6μ
 - Polissage de finition 3μ
 - Polissage de super finition 1μ
 - **Polissage électrolytique** : Le polissage électrolytique est fondé sur la dissolution anodique de la surface de l'échantillon plongé dans un électrolyte approprié, et sous un potentiel et un courant déterminés. [3]

1.5 Ultra - sons : « METASON » :

Les appareils de nettoyage aux **ultrasons** se composent d'une cuve pour le liquide de nettoyage et d'un générateur qui produit un courant haute fréquence qui se transforme en ultra-sons par les oscillateurs placés sous la cuve, pour ensuite se propager dans le liquide.

L'ultrason cause une formation et un écrasement rapide de bulles microscopiques (cavitation) produisant l'effet de nettoyage. La fréquence utilisée est de 50.000 HZ, permettant un bon nettoyage. De même l'ultrason a le pouvoir de pénétrer dans les criques étroites de l'objet à nettoyer. [1]



Figure 9 : Ultrason

1.6 Attaque chimique : Pour chaque réactif, le mode de préparation ainsi que le domaine d'application a été établi sur la base de la pratique actuelle.

→ Les produits utilisés pour la composition de ces réactifs :



Figure 10 : Préparation de nital

- **Solution alcoolique nitrique (nital) :** composé de 95 % alcool éthylique + 5 % acide nitrique. [3]
- **Domaine d'application :** acier au carbone faiblement allié
- **Durée d'attaque :** de 5 à 15 secondes suivant les nuances et les traitements, l'attaque s'effectuant à la température ambiante. [3]

2 L'analyse microscopique

2.1 L'observation au microscope optique

Les matériaux dont la microstructure est le plus souvent observée sont les matériaux métalliques et les céramiques, l'examen de la microstructure se fait par réflexion de la lumière sur une surface préparée à cet effet, appelée coupe métallographique.



Figure 11 : Microscope optique

Le pouvoir de résolution du microscope optique est limité par la longueur d'onde de la lumière utilisée. Il est de l'ordre de $0,2 \mu\text{m}$, autrement dit, le grossissement utile de cet appareil ne dépasse guère 1500 X.

Pour être observés au microscope optique, les échantillons doivent être spécialement préparés, après avoir prélevé l'échantillon de la pièce à étudier, la microstructure de l'échantillon est mise en évidence par une attaque chimique. [2]

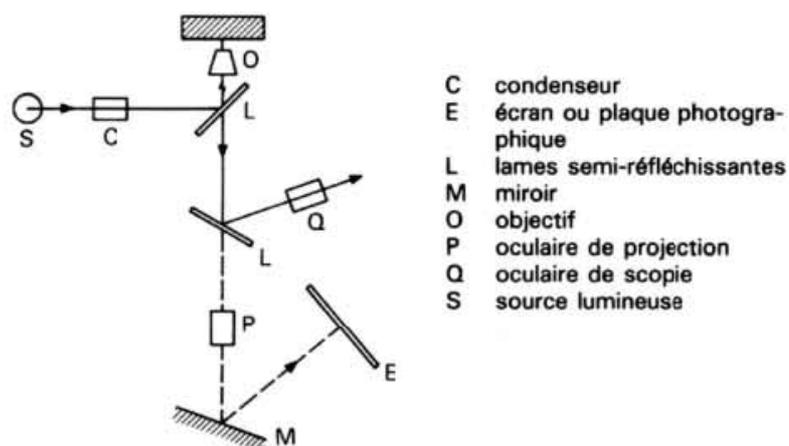


Figure 12 : Microscope optique métallographique (dit inverser)

Après avoir observé nos échantillons au microscope et avoir choisi les zones les plus caractéristiques, nous avons pris des clichés de ces parties pour une analyse quantitative.

3 Analyse chimique:

Ce procédé nous renseigne sur la composition chimique de la pièce, cet examen a été réalisé au niveau de laboratoire de contrôle de l'entreprise S.N.V.I-DFR de Rouïba.

Les méthodes utilisées dépendent des éléments à analyser:

- Analyse échographique (pour le carbone et le soufre).
- Analyse spectrophotométrie (pour les éléments d'additions).

4 Etude métallographique quantitative et qualitative

Pour caractériser de manière précise l'état de la pièce et connaître son évolution ou son comportement, nous devons maîtriser son état structural d'une part et déterminer les relations existantes entre les paramètres de la structure, les grandeurs mécaniques, physiques et chimiques.

Après la préparation micrographique (prélèvement, polissage, attaque chimique, observation au microscope optique et prise de photos) de chaque échantillon sur plusieurs plages à des grossissements différents afin de mener à bien l'expertise. Nous procédons à l'étude quantitative et qualitative [4], [5].

Les mesures de la métallographie quantitative sont de nature statistique. On suppose implicitement que le matériau étudié présente un large domaine dans lequel la structure est répétitive.

4.1 Fraction volumique des phases

Pour calculer le taux de ferrite et de perlite, nous avons utilisé la méthode de comptage systématique qui consiste à superposer sur la photographie à analyser, un papier calque, sur lequel on trace une grille du réseau carré, les dimensions de la maille du réseau dépendent de l'agrandissement et de la taille des grains (dans notre cas la grille est de dimension $8 \times 8 \text{ mm}^2$).

Les fractions volumiques de la perlite sont mesurées, par le calcul du nombre d'intersections de la grille (nœuds) situées sur cette phase, divisé par le nombre total de nœuds de la grille

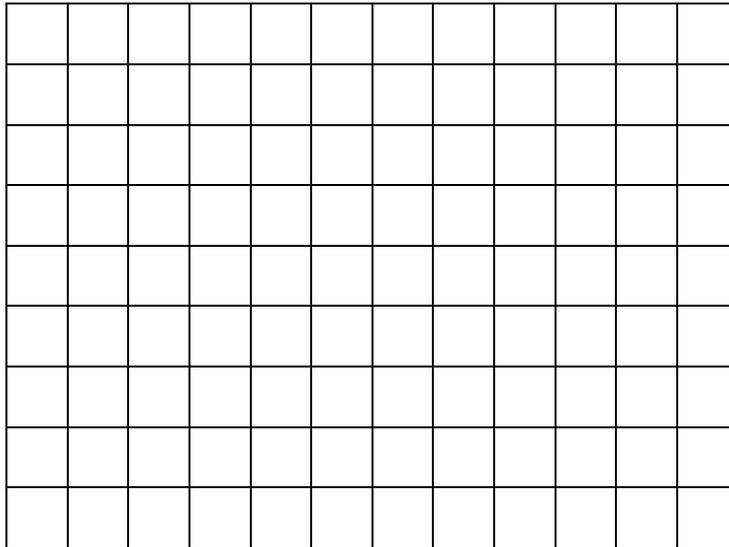


Figure 13 : la grille utilisée pour le comptage.

La fraction volumique de la ferrite se déduit à partir de la fraction volumique de la ferrite et du graphite [4], [5].

4.2 Analyse de la taille

On mesure sur des photos d'échantillons attaqués de façon à ce que les différents joints de grains de chaque phase soient bien visibles. Les photos représentent différentes plages pour chaque échantillon.

Nous avons utilisé deux grilles portant des segments de droite, espacés par une même distance, superposées sur les photos puis à la main les grains de ferrite sont délimités et mesurés afin d'obtenir les diamètres moyens de ces derniers et enfin faire l'étude statistique.

Les mesures des dimensions des nodules ont été faites comme suit:

❖ Soit d ; les diamètres moyens mesurés dans les intervalles suivants :

0 à 2 ; 2 à 4 ; 4 à 6 ; 6 à 8 ; 8 à 10 ; 10 à 12 ; 12 à 14 ; 14 à 16 ; 16 à 18 .

❖ Soit n ; les nombres des particules dans les intervalles considérés. La taille

moyenne des nodules du ferrite est calculée par:

$$d = \frac{\sum n_i d_i}{\sum n_i}$$

Le calcul de l'écart type σ de cette distribution est nécessaire pour la connaissance de la concentration de cette distribution.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum n_i (d_i - \bar{d})^2}{\sum n_i}}$$

σ : Écart type

n : nombre de particules dans l'intervalle.

d : la taille moyenne des nodules.

d : diamètre moyen des nodules dans l'intervalle [4-5].

5 Essai De Dureté

Les essais de dureté sont d'une grande utilité pour le métallurgiste, grâce à leur simplicité et leur caractère peu destructif. Cependant, il faut bien noter que la dureté n'est pas une propriété simple des matériaux métalliques.

La dureté caractérise la résistance à la déformation et les valeurs obtenues permettent de faire certains classements. Cela dit, le processus opératoire doit être très précis pour assurer la reproductibilité et la fidélité des résultats. C'est ce qui explique le grand nombre de normes dans ce domaine, pour les essais proprement dits, les machines d'essais et les étalons. Les essais les plus courants se font par pénétration [6-7].

5.1 Principe de l'essai de pénétration

L'essai 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 mou.

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

$$H = F/S$$

On aurait donc tendance à exprimer H en MPa, [6-7].

5.2 Essai brinell

L'essai consiste à imprimer dans la pièce à essayer, une bille en acier ou en carbure de tungstène, de diamètre D sous une charge F , et à mesurer le diamètre d de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge (fig. 13).

La dureté Brinell HB est un nombre proportionnel au rapport F/S où S est la surface en mm^2 de l'empreinte.

S : surface en mm^2 de l'empreinte [6-7].

❖ Symboles et désignations.

F = charge d'essai en newtons.

D = diamètre de la bille en mm.

d = diamètre de l'empreinte en mm.

$$\text{HB} = (0,102 \times 2F) / [\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})] \quad \text{ou}$$

$$F = K \times 9,81 \times D^2$$

Avec $K = 30$ pour les aciers

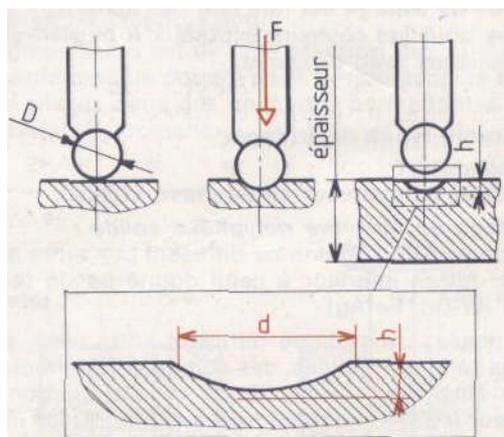


Figure 14 : Principe de BRINELL [6].

❖ Conditions d'essais

- L'essai est normalement conduit à température ambiante.
- La charge est appliquée progressivement, sans chocs ni vibrations et maintenue à sa valeur finale pendant 10 à 15 s.
- On prépare la surface pour éviter toute altération.
- Epaisseur de la pièce ≥ 8 x profondeur d'empreinte (aciers).
- Pour des essais successifs on choisira :
 $a \geq 2,5 d$; $b \geq 4d$ (fig 15) (aciers)
- La pièce doit reposer sur un support rigide.

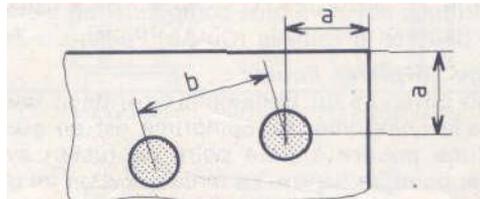


Figure 15 : Conditions d'essai de BRINELL [6].

Chapitre I V

1 Analyse chimique

Cette analyse a montré que le matériau du tube de chaudière à caractériser est un acier faiblement allié avec une teneur en carbone de l'ordre de 0.2%, avec la présence d'un certain nombre d'éléments d'additions que nous avons réunis dans le tableau suivant :

Eléments	C	Si	Mn	Cu	S	P	Mg	Fe	Cr
% en masse	0.2	0.141	0.806	0.227	0.00602	0.061	0.008	98.245	0.097
Eléments	Al	Mo	Pb	Sb	As	Ti	Sn	Ni	
% en masse	0.008	0.037	0.008	0.009	0.011	0.023	0.010	0.087	

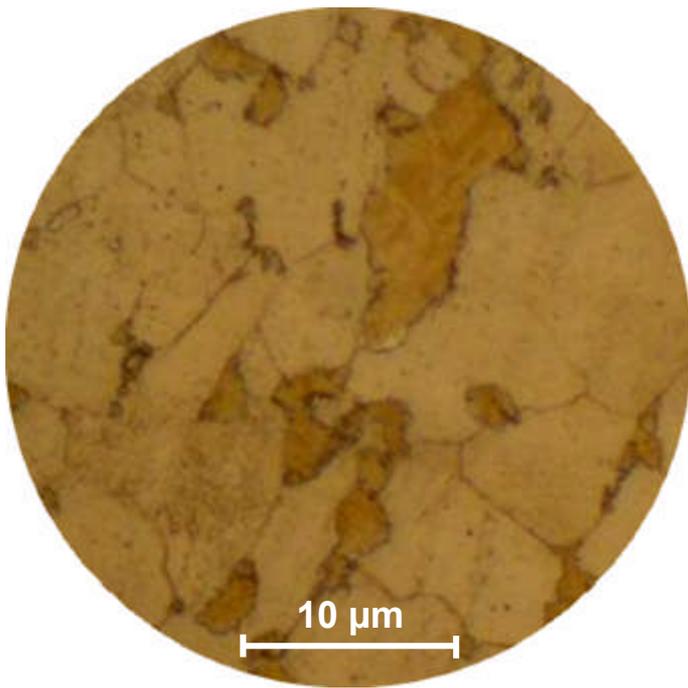
Cette composition chimique nous a conduit à l'appellation suivante : **(XC 20)**

2 Observation microscopique et analyse quantitative :

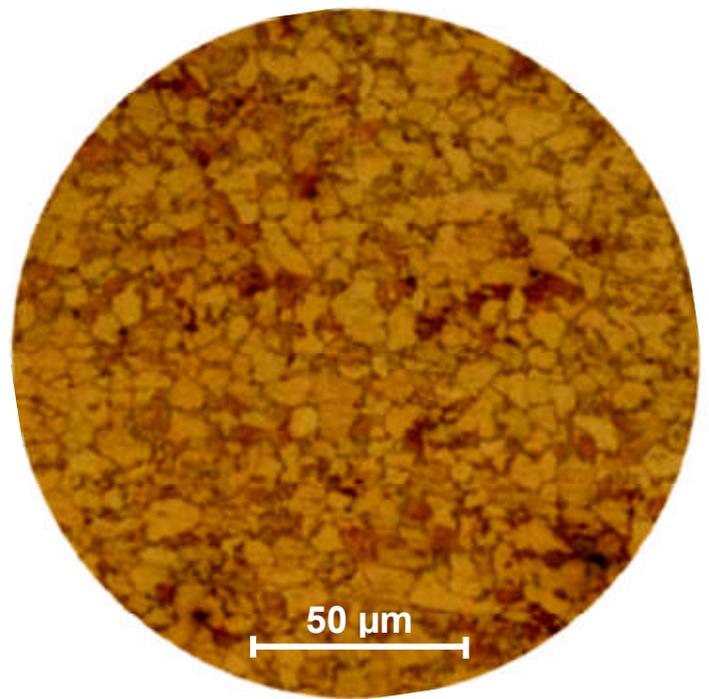
Nous présentons ci-dessous les différentes photos des échantillons prises à des grossissements G200 et G1000.

2.1 Les échantillons traités (trempés):

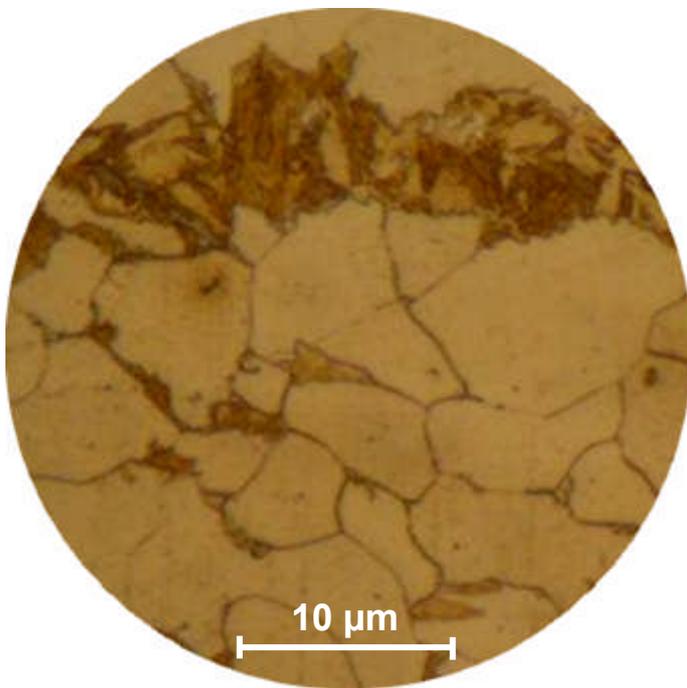
Les micrographies suivantes représentent des structures obtenues à différentes températures de trempe de l'échantillon d'acier d'origine.



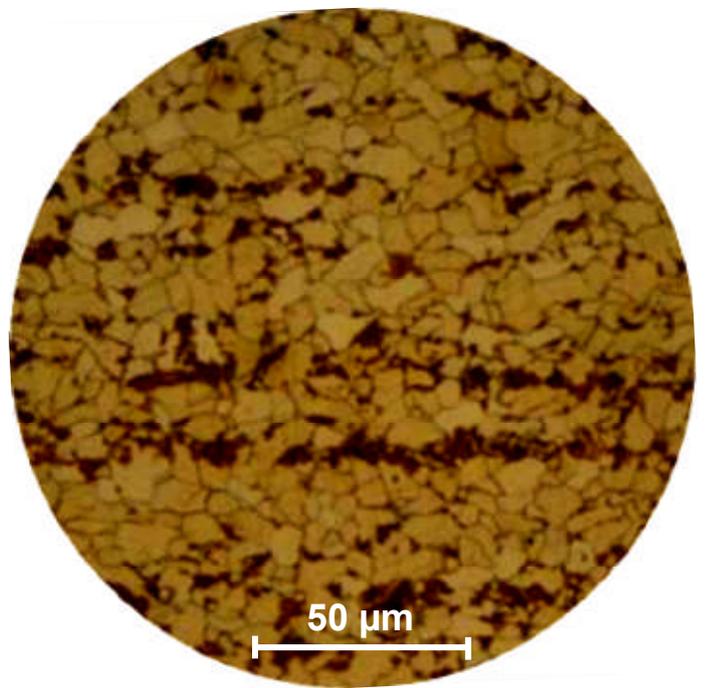
Trempé à 760 °C
G1000



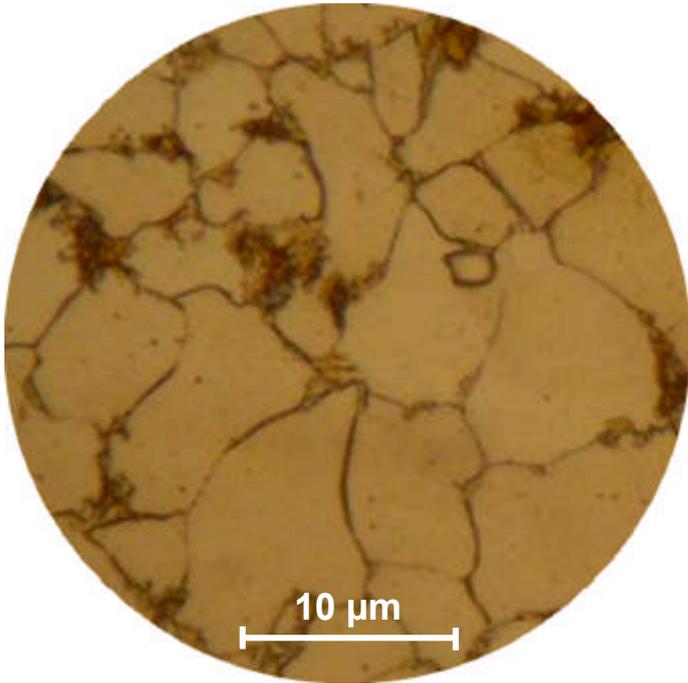
Trempé à 760 °C
G200



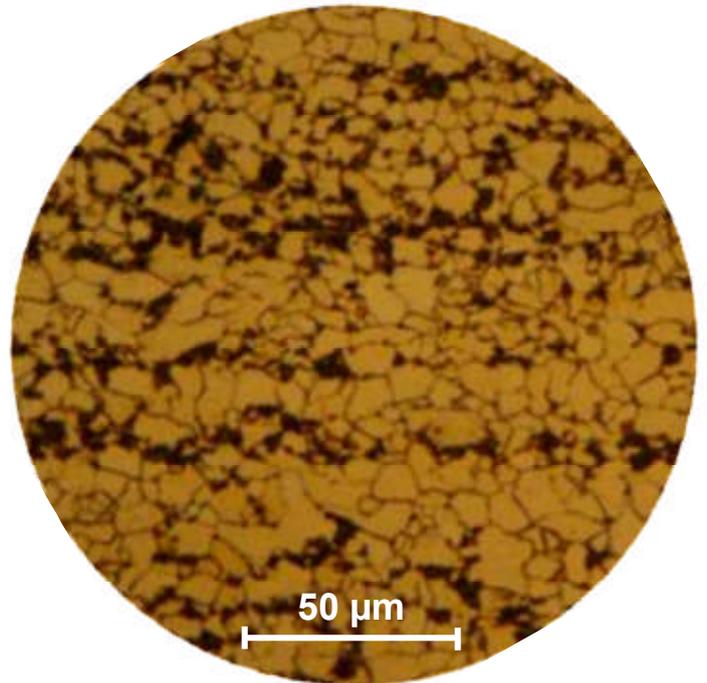
Trempé à 780°C
G1000



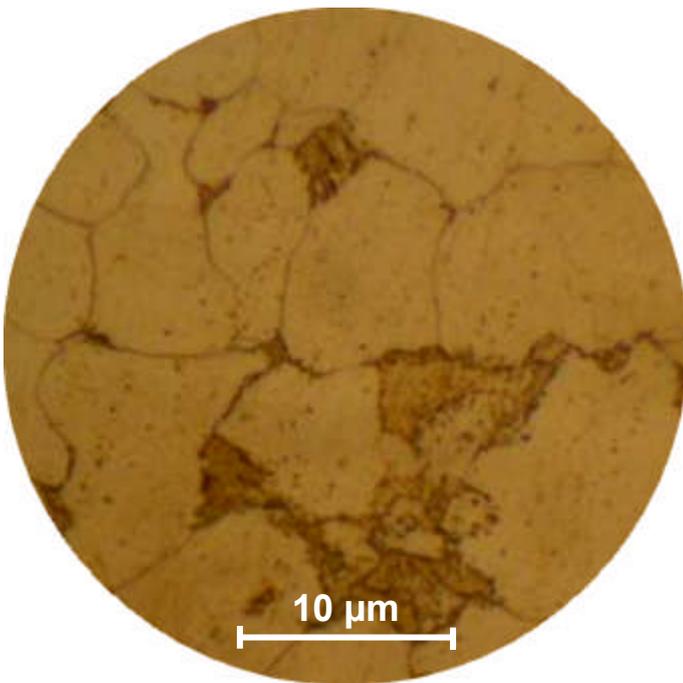
Trempé à 780°C
G200



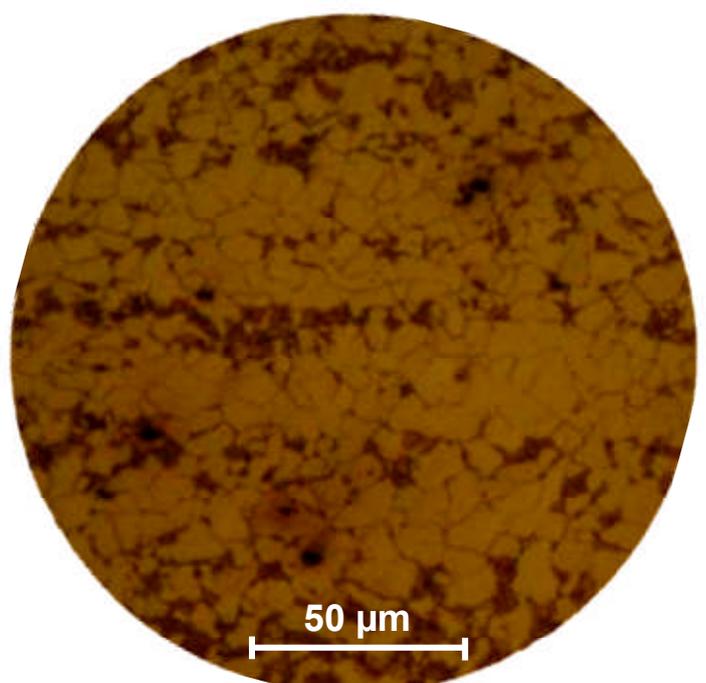
Trempé à 800°C
G1000



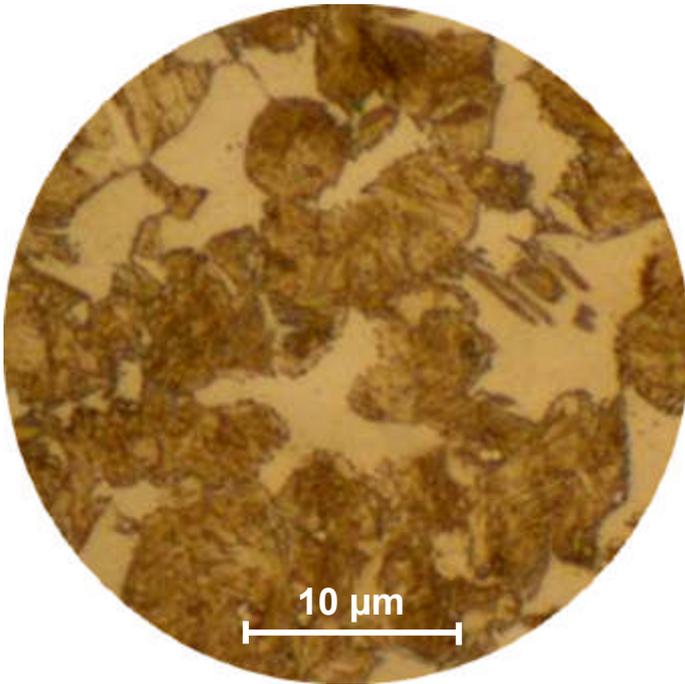
Trempé à 800°C
G200



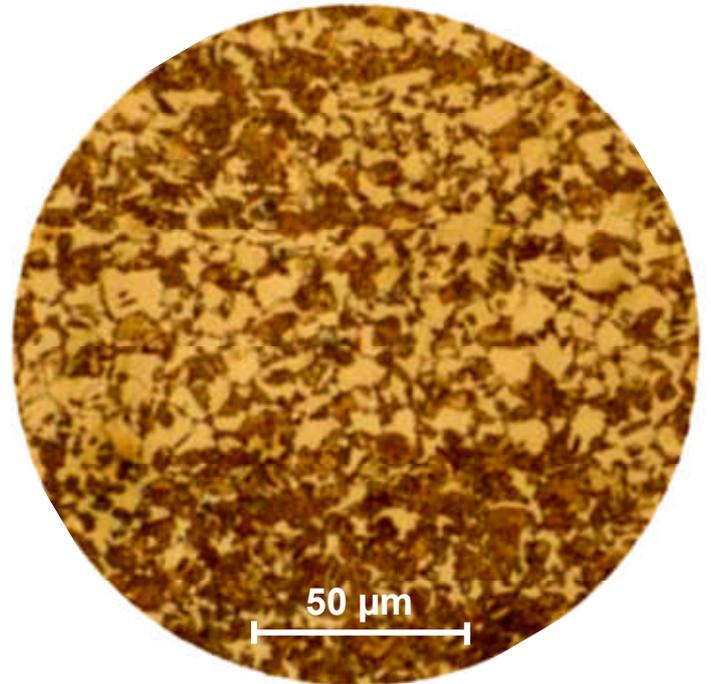
Trempé à 820°C
G1000



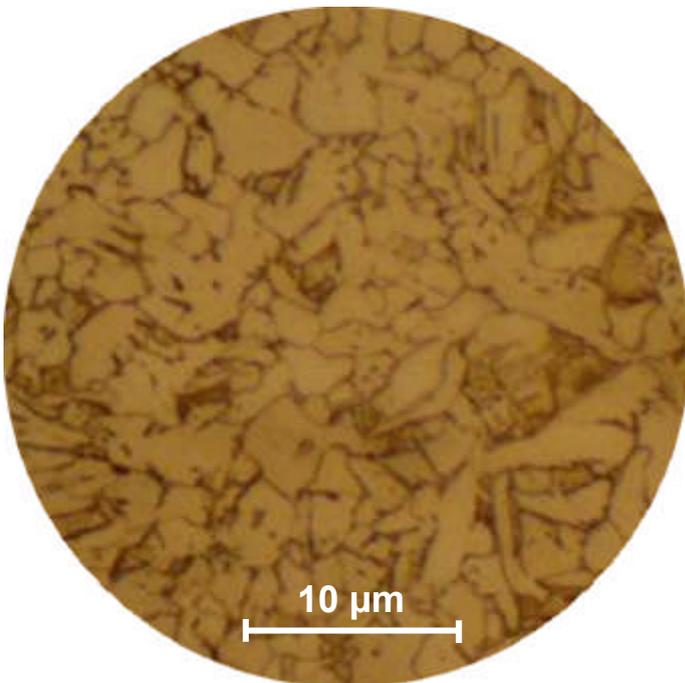
Trempé à 820°C
G200



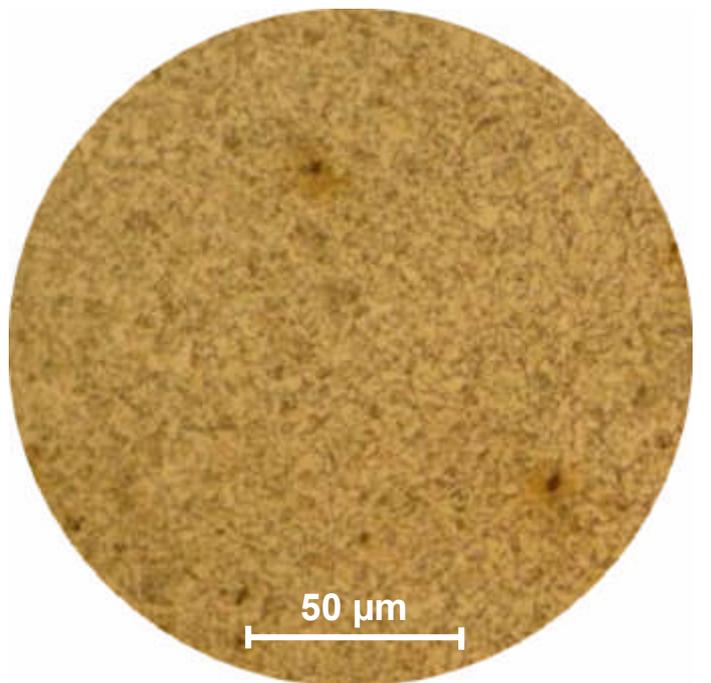
Trempé à 840°C
G1000



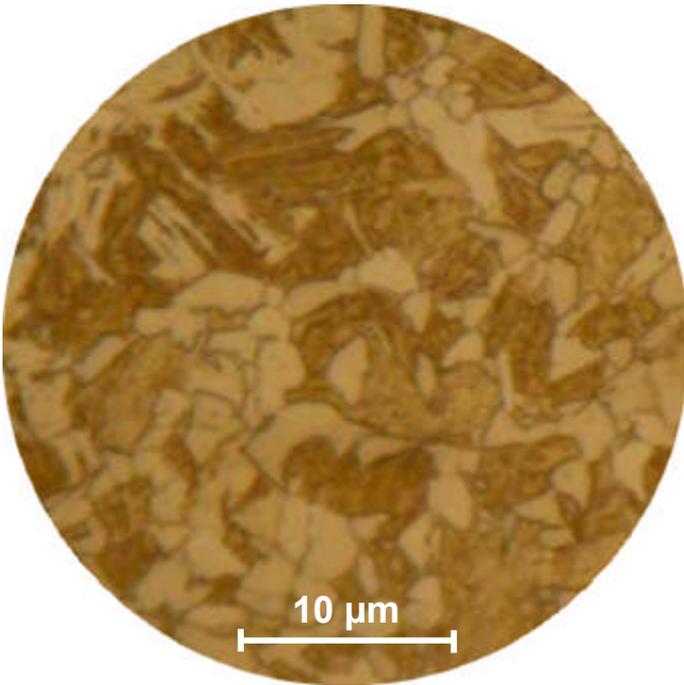
Trempé à 840°C
G200



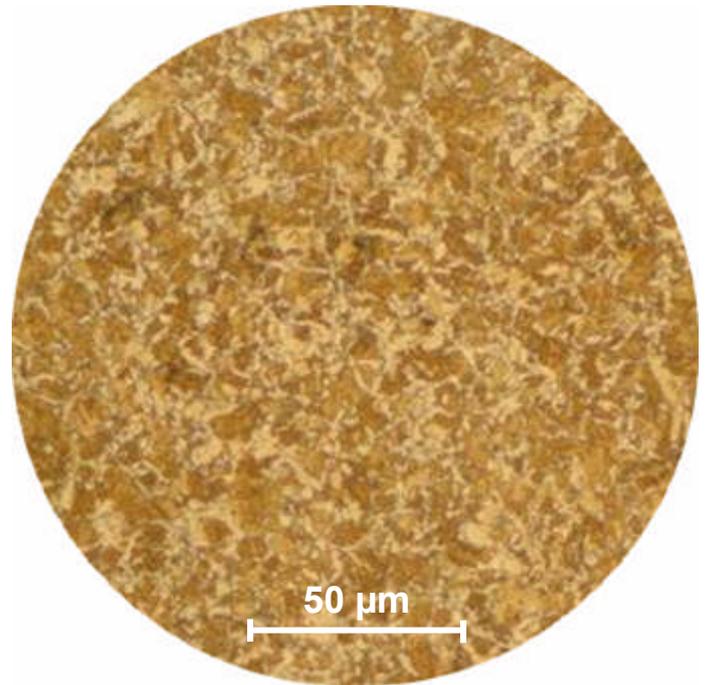
Trempé à 860°C
G1000



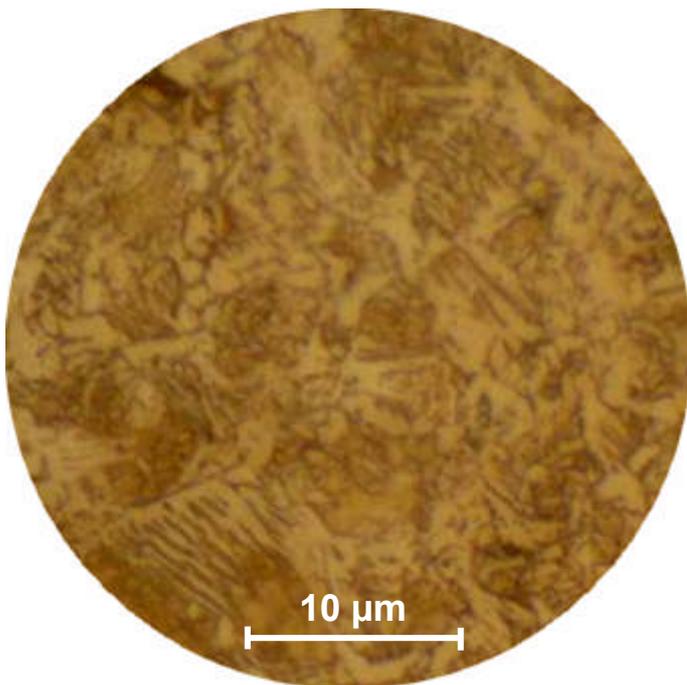
Trempé à 860°C
G200



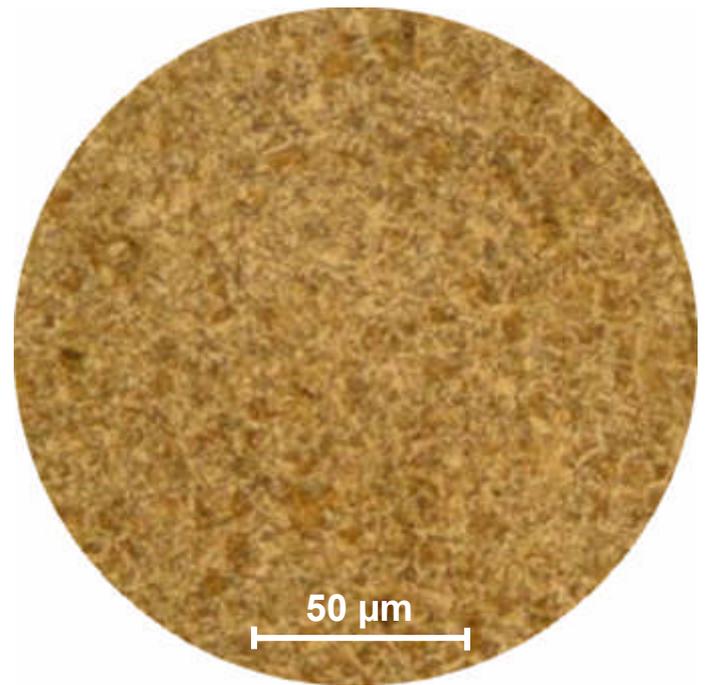
Trempé à 880°C
G1000



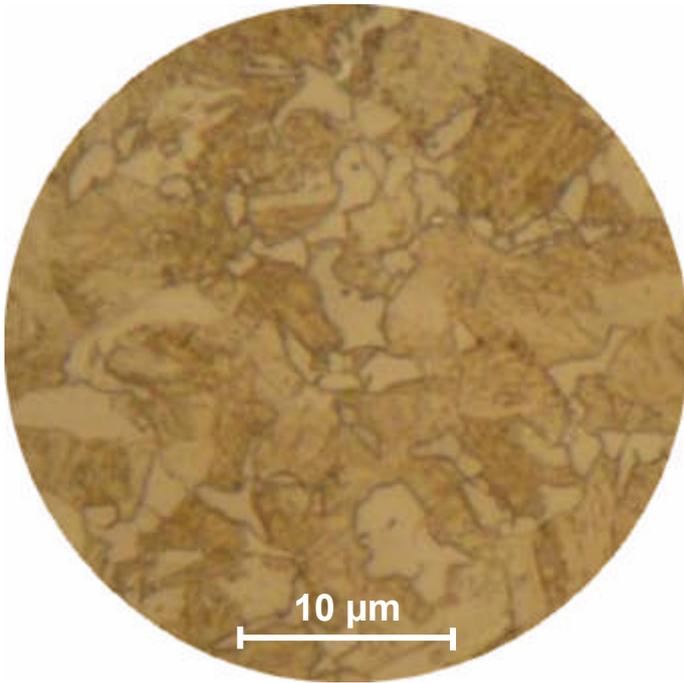
Trempé à 880°C
G200



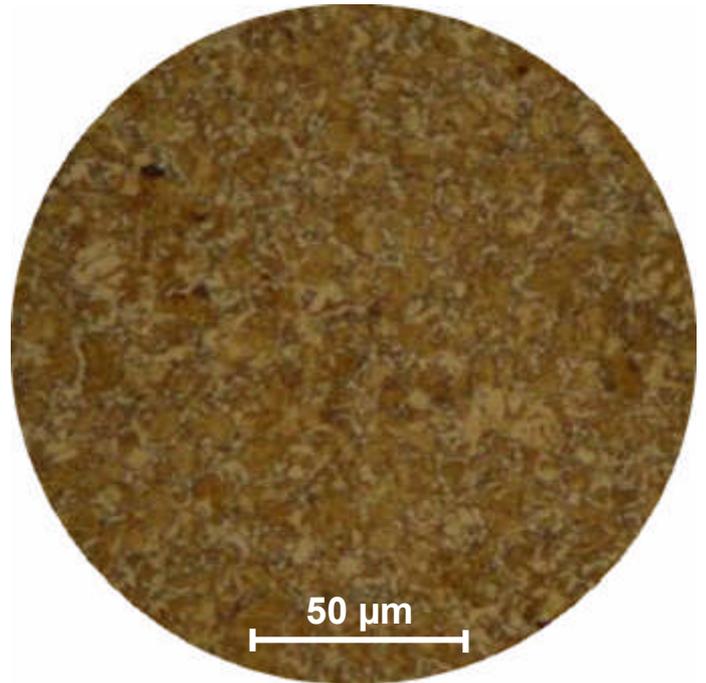
Trempé à 900°C
G1000



Trempé à 900°C
G200



Trempé à 920°C
G1000



Trempé à 920°C
G200

❖ **Le taux de phase**

Le tableau suivant représente le taux de la surface de diffusion du carbone aux différentes températures de trempe.

Tableau : le taux de la surface de diffusion du carbone.

Trempé à (°C)	760	780	800	820	840	860	880	900	920
La surface de diffusion du carbone (%)	14.87	18.18	32.23	41.48	58.67	64.32	86.77	89.2	92.3

❖ **Essai de dureté**

Le tableau rassemble les différentes valeurs de la dureté moyenne obtenues après plusieurs mesures pour chaque échantillon.

Tableau : résultats de l'essai de dureté

Température de trempe	760 °C	780 °C	800 °C	820 °C	840 °C	860 °C	880 °C	900 °C	900 °C
La dureté HB	197	204	207	121	235	243	255	267	302

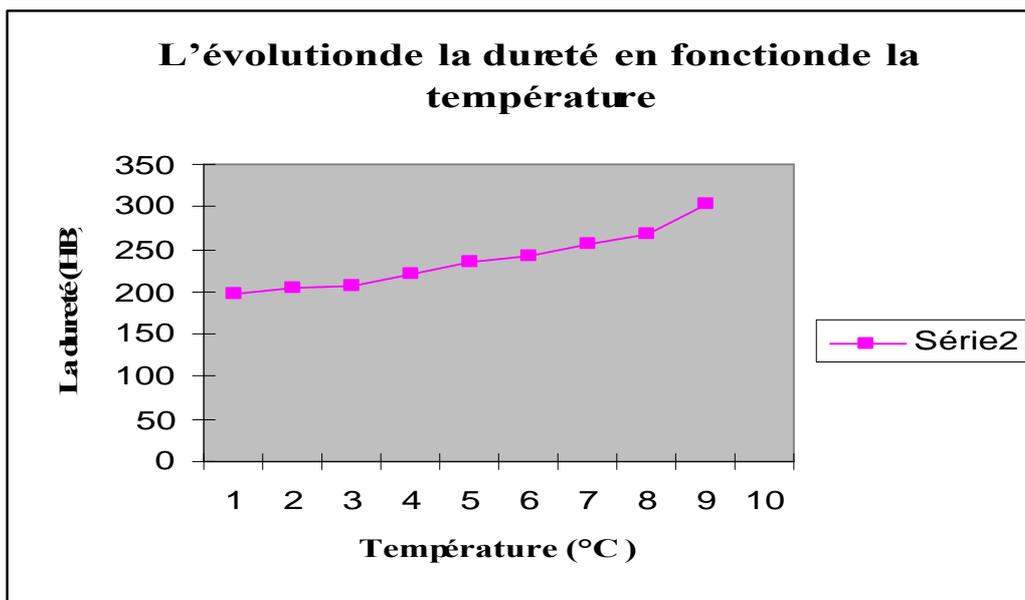


Figure 16

❖ Interprétation

Nous observons, qu'au fur et à mesure que la température de trempe augmente, la surface de diffusion du carbone augmente, ce qui est traduit par les résultats de taux de phase et de dureté.

Le domaine de transformation austénitique n'a pas pu être déterminé avec précision du fait que la structure est très fine, et même un agrandissement G1000 n'a pas pu révéler les aiguilles de martensite.

Cependant, sur la micrographie prise de l'échantillon trempé à 840 °C nous distinguons à peine une structure en aiguilles, qui peut être de la martensite qu'un plus grand grossissement aurait mieux révélé.

Théoriquement un temps de 30 mn aurait été suffisant pour détruire entièrement la perlite, mais un temps de trempe plus long nous aurait donné de meilleurs résultats et une courbe de dureté complète.

2.2 Les échantillons non traités

Les micrographies suivantes représentent les structures obtenues des échantillons de différentes parties du tube d'origine et utilisés en prenant les trois faces a b et c.

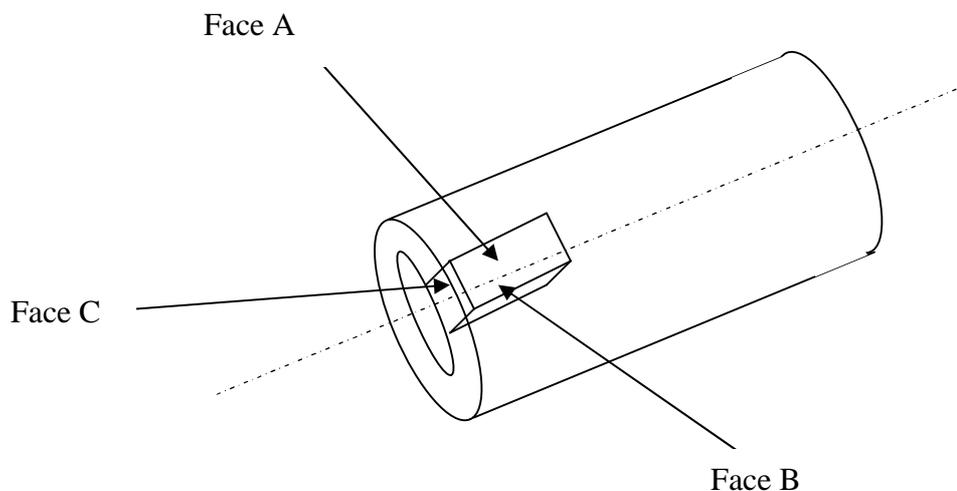
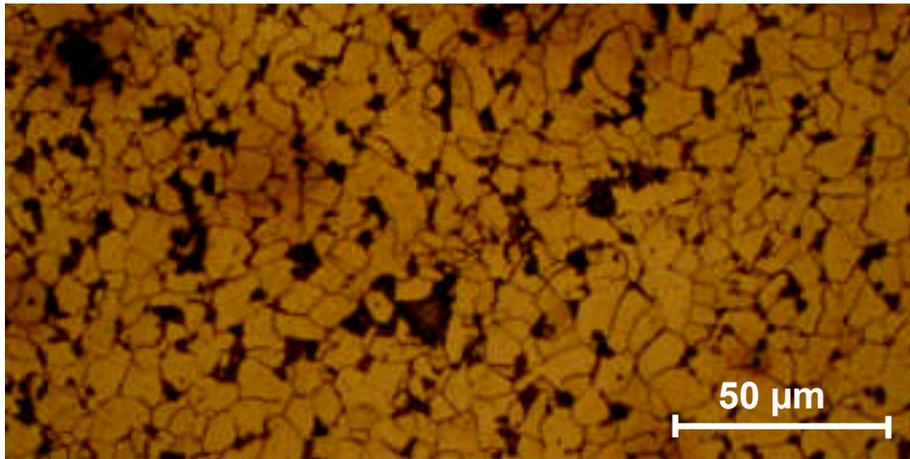
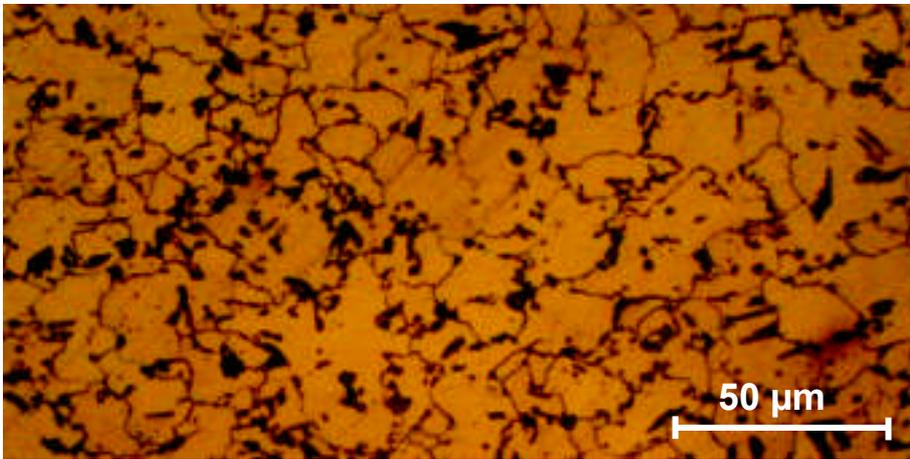


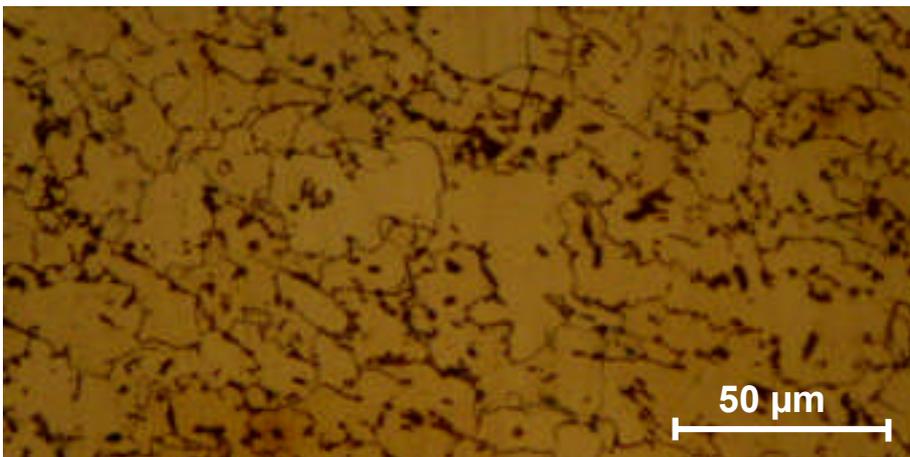
Figure 17 : représentation de la efférentes faces (A, B, C) sur l'échantillon prélevé



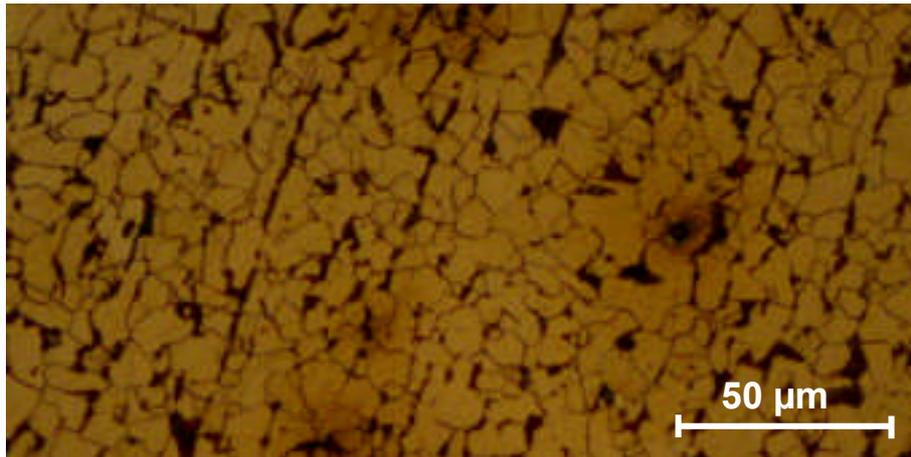
Acier d'origine face A



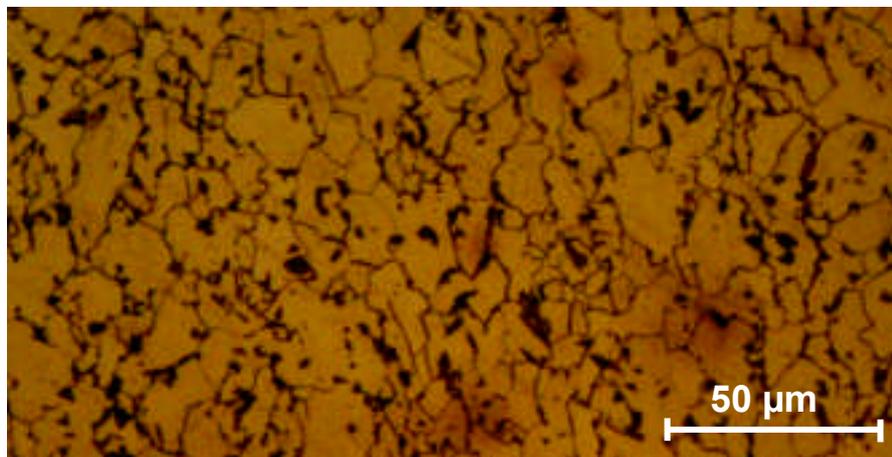
Après utilisation face A



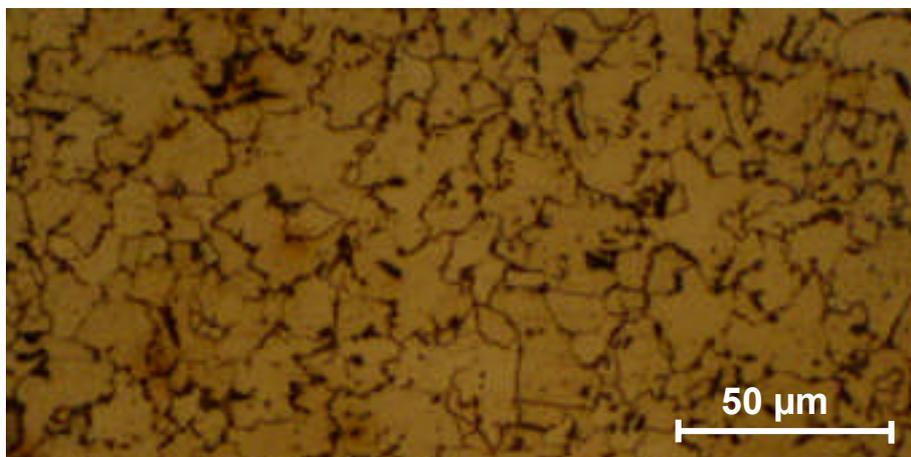
La partie déchetée face A



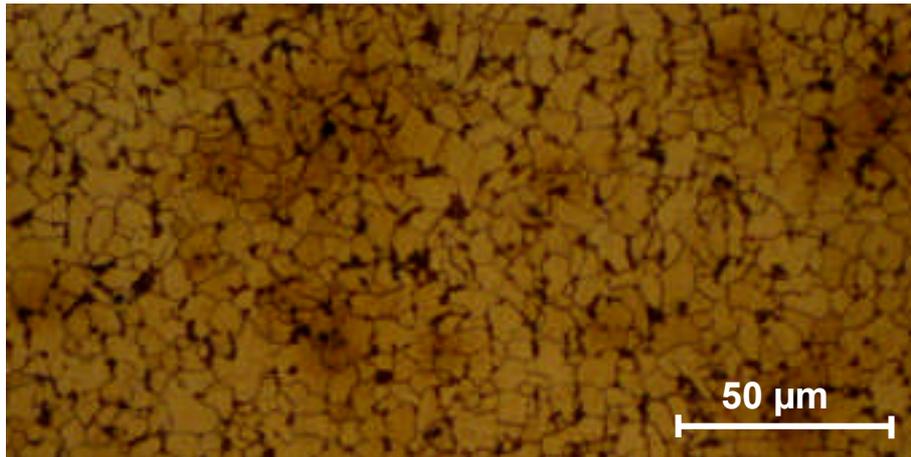
Acier d'origine face B



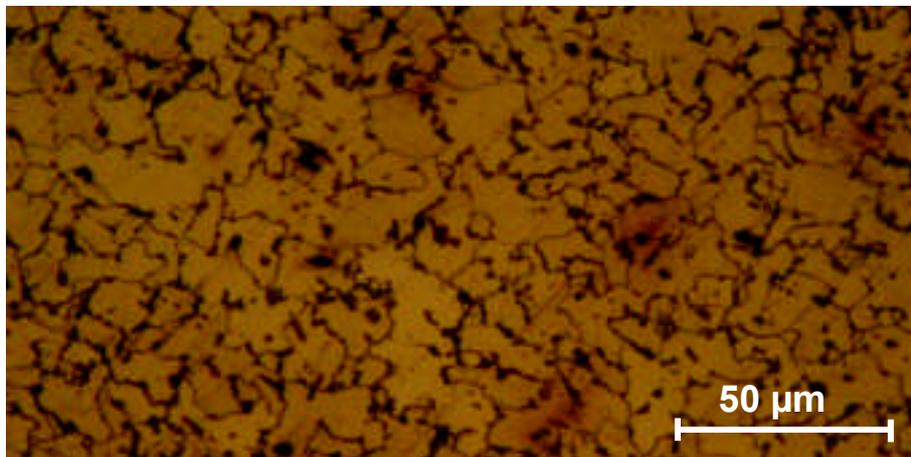
Après utilisation face B



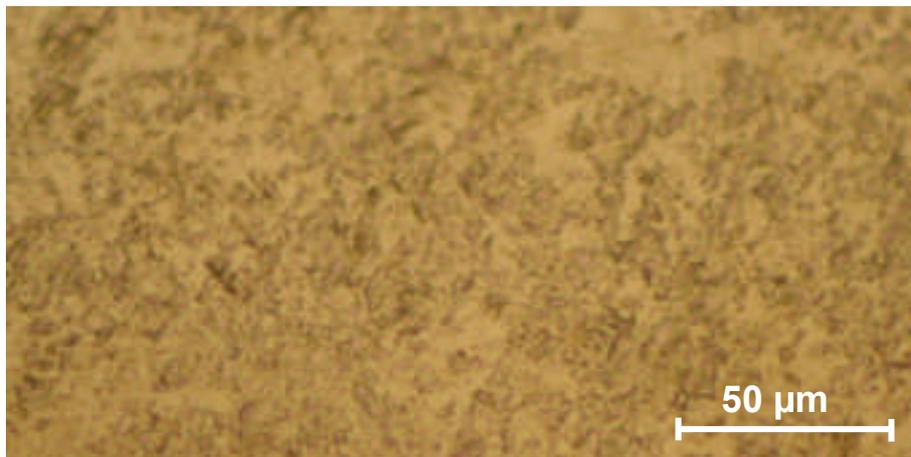
La partie déchetée face B



Acier d'origine face C



Après utilisation face C



La partie déchetée face C

Le tableau qui suit regroupe les observations des images ci-dessus

Aciers		Observations
Acier d'origine	Face A	<ul style="list-style-type: none"> - Structure ferrito-perlitique. - Les grains de ferrite sont polygonaux. - Homogénéité de la taille des grains. - Grains de perlite anisotrope.
	Face B	<ul style="list-style-type: none"> - Structure ferrito-perlitique. - Grains de ferrite polygonaux. - Taille des grains homogènes sur toute la surface.
	Face C	<ul style="list-style-type: none"> - Structure ferrito-perlitique. - Grains de ferrite polygonaux. - Taille des grains relativement petits comparés aux autres faces. - Homogénéité des tailles.
Acier après utilisation	Face A	<ul style="list-style-type: none"> - Structure ferrito-perlitique. - Joints de grains grossiers. - Grains de ferrite anisotropes avec des joints brisés. - La perlite se trouve au niveau des joints de grains.
	Face B	<ul style="list-style-type: none"> - Structure ferrito-perlitique. - Les grains sont en zigzag. - Présence de carbure au niveau des joints de grains. - Grains de ferrite grossiers et hétérogènes.
	Face C	<ul style="list-style-type: none"> - Des grains fins. - Toujours la présence de carbures aux joints de grains. - Hétérogénéité des grains. - Joints de grains brisés.
Acier déchiqueté	Face A	<ul style="list-style-type: none"> - Perlite répartie aux joints de grains. - Présence de carbure au niveau des joints de grains. - Présence de carbures au niveau des joints de grains. - Les joints de grains ont grossis
	Face B	<ul style="list-style-type: none"> - Des grains fins - Grains de ferrite grossiers et hétérogènes. - Les grains sont hétérogènes.
	Face C	<ul style="list-style-type: none"> - LA structure est très fine à cause d'un étirement de la partie endommagée. - En ce qui concerne l'agrandissement G1000 nous remarquons que la structure est ferrito-perlitique avec une perlite qui s'est logée aux joints de grains.

❖ **Le taux de phase**

Tableau : les taux phases

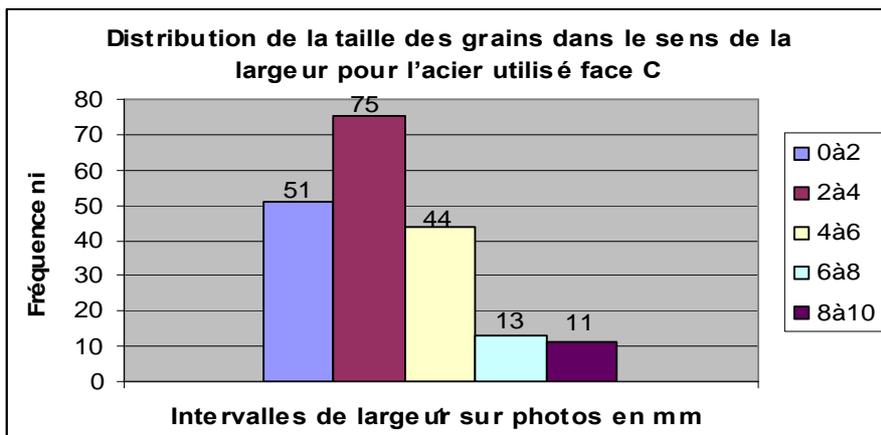
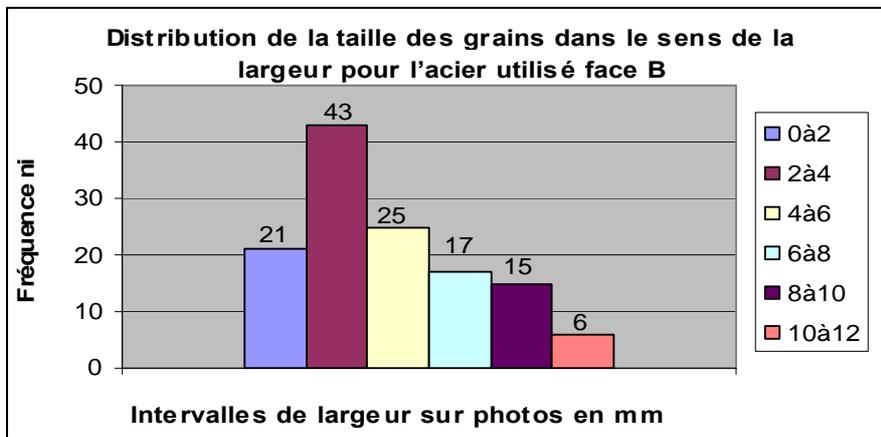
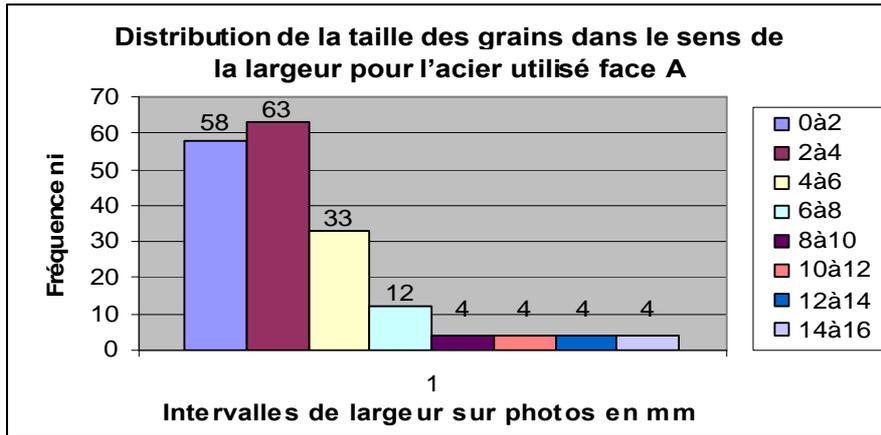
	Acier d'origine			Acier après utilisation			Acier déchiqueté		
	Face A	Face B	Face C	Face A	Face B	Face C	Face A	Face B	Face C
%perlite	13.22	08.26	09.10	12.40	07.80	08.26	12.80	07.10	——
%ferrite	86.78	91.74	90.90	87.60	92.20	91.74	87.20	92.90	——

Résultats de la taille moyenne de ferrite Dans le sens de la largeur.

La distribution de la taille moyenne de ferrite pour tous les échantillons est présentée sur le tableau ci dessous.

Tableau : la taille moyenne de ferrite.

L_i (mm)	Acier d'origine			Acier après utilisation			Acier déchiqueté	
	Face A	Face B	Face C	Face A	Face B	Face C	Face A	Face B
0 à 2	51	53	76	58	21	51	15	23
2 à 4	71	58	89	63	43	75	43	48
4 à 6	42	45	48	33	25	44	35	50
6 à 8	12	07	12	12	17	13	19	23
8 à 10	—	05	05	04	15	11	16	14
10 à 12	—	—	—	04	06	—	13	07
12 à 14	—	—	—	04	—	—	01	06
14 à 16	—	—	—	04	—	—	—	—
$\sum n_i$	176	168	230	182	127	194	142	171
\bar{d} (mm)	3.17	1.91	3.09	3.78	4.68	3.53	5.29	5.02
\bar{d} (um)	5.66	3.41	5.52	6.75	8.36	6.3	9.45	8.97
Ecart type	1.56	2.59	1.72	3.05	2.83	2.19	2.98	2.97



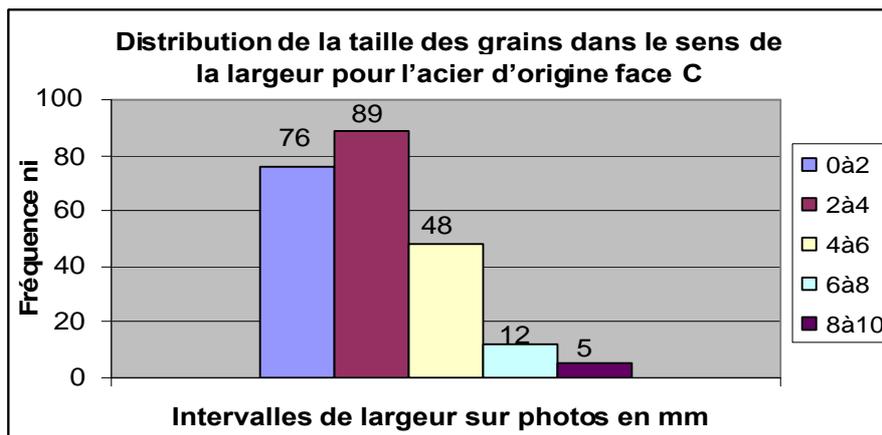
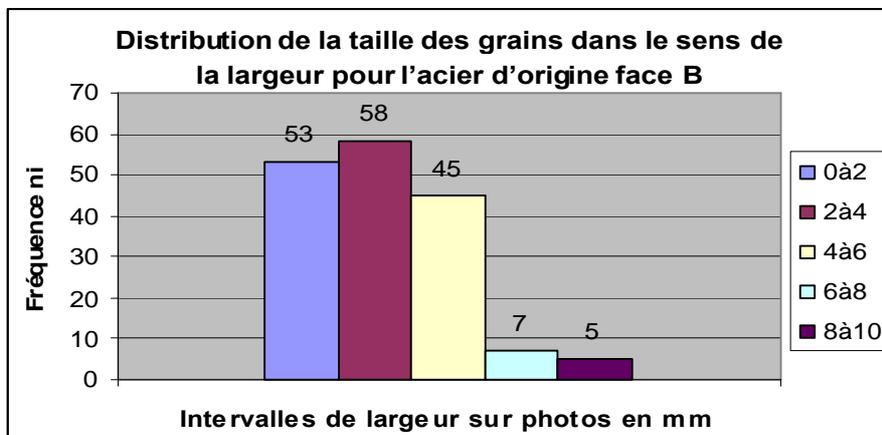
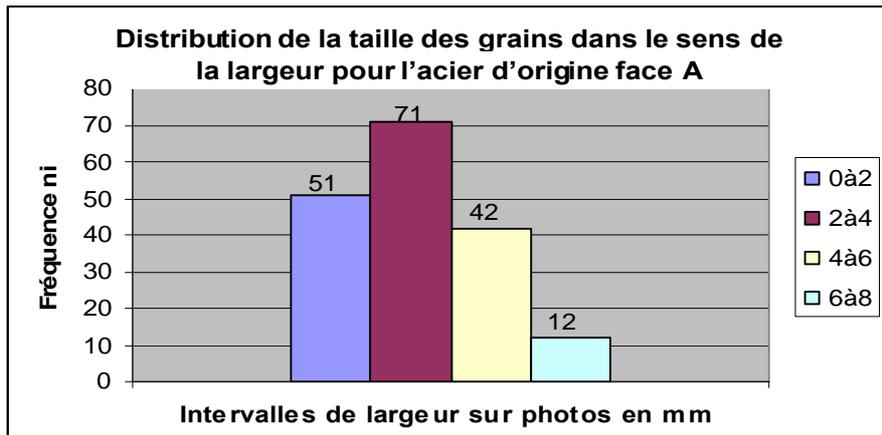


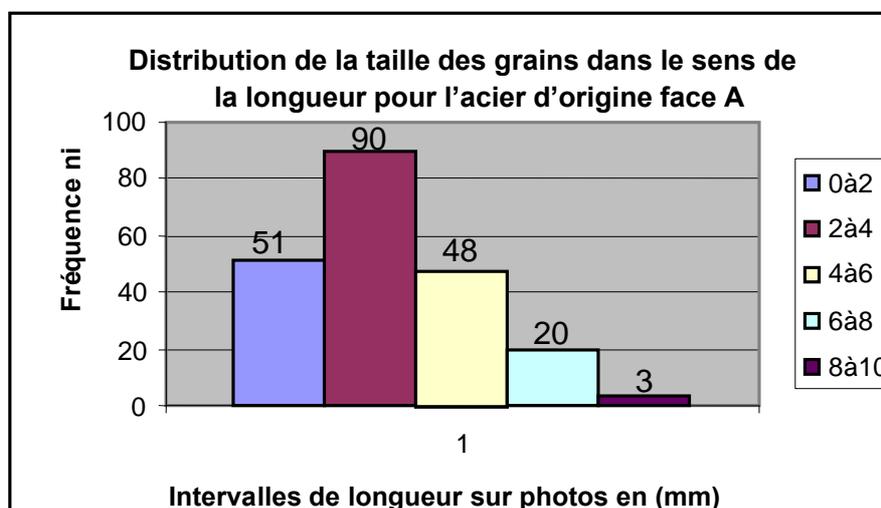
Figure18 : Représentation des histogrammes de la distribution de la taille moyenne de ferrite Dans le sens de la largeur.

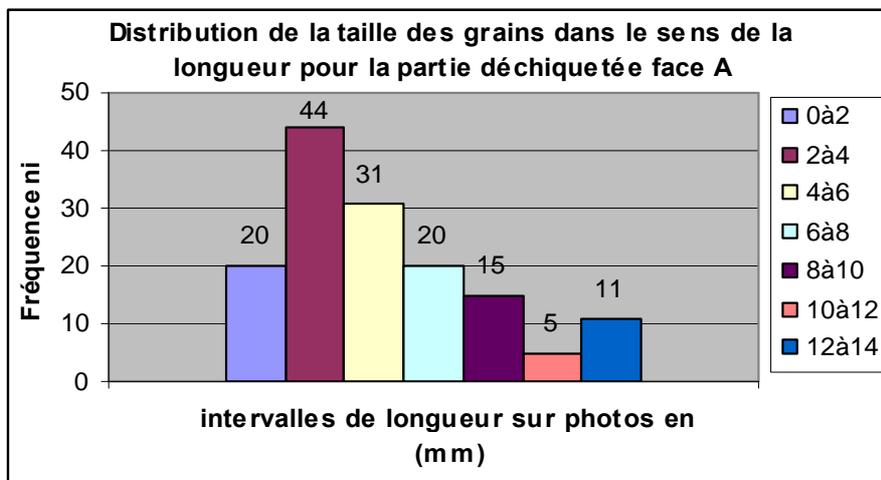
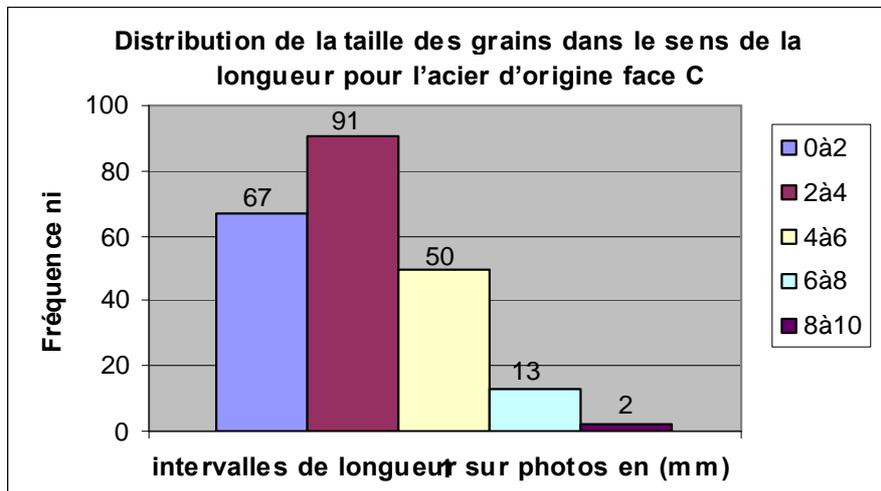
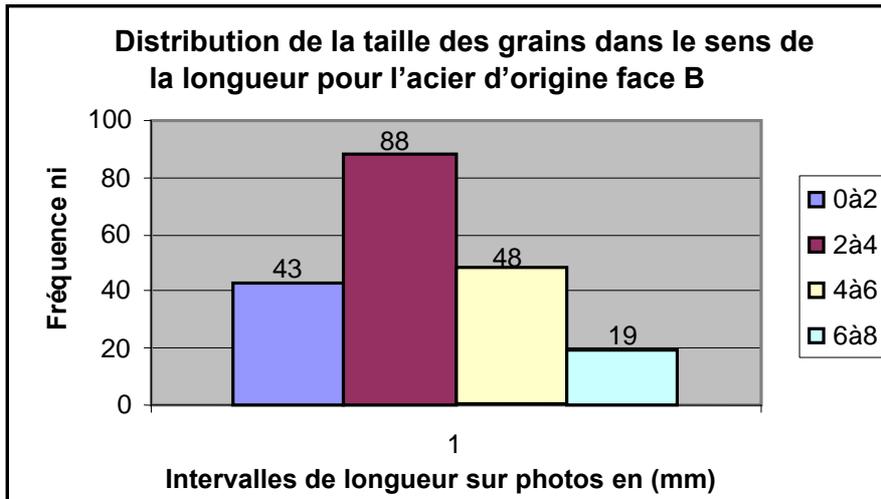
Résultats de la taille moyenne de ferrite Dans le sens de la longueur.

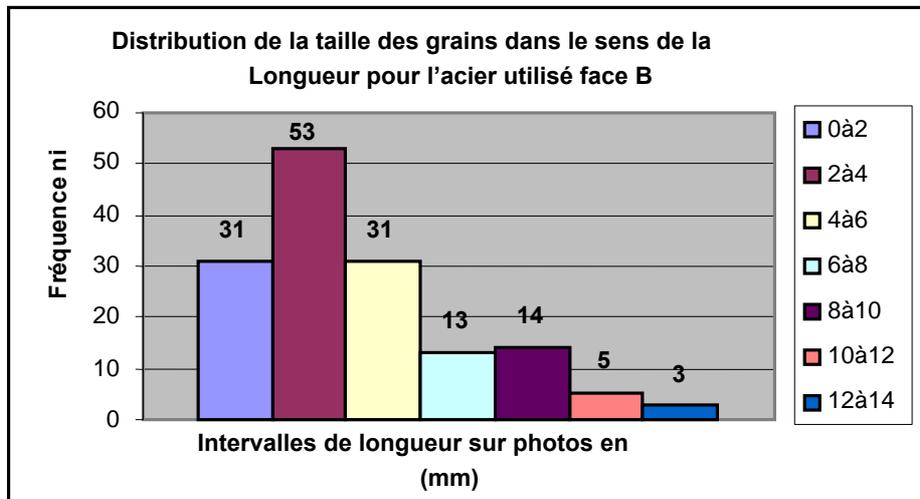
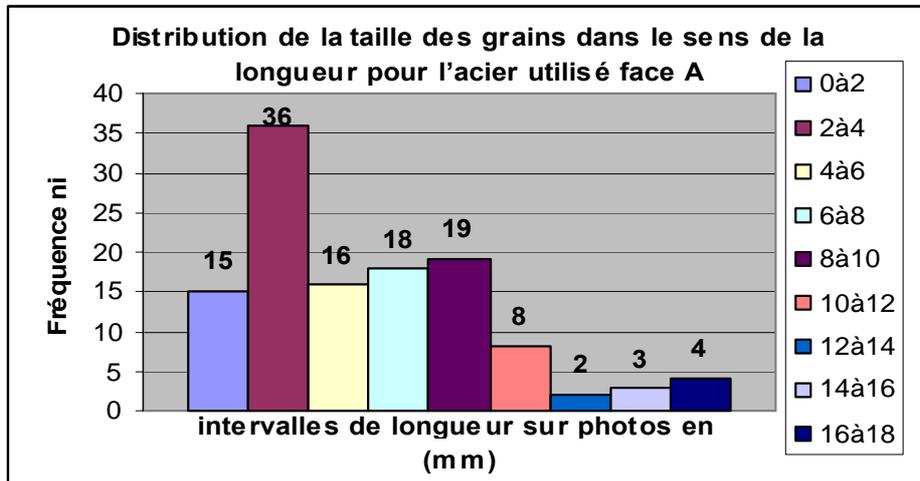
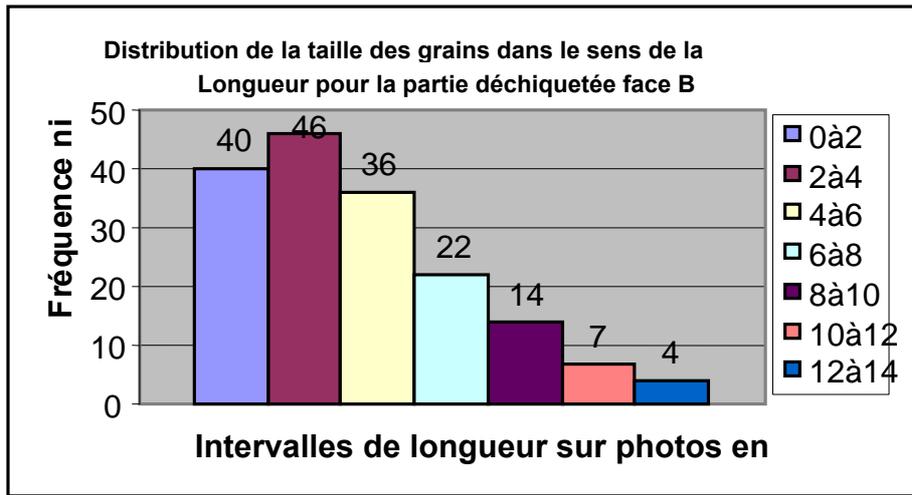
La distribution de la taille moyenne de ferrite pour tous les échantillons est présentée sur le tableau ci dessous.

Tableau : la taille moyenne de ferrite.

L _i (mm)	Acier d'origine			Acier après utilisation			Acier déchiqueté	
	Face A	Face B	Face C	Face A	Face B	Face C	Face A	Face B
0 à 2	51	43	67	15	31	29	20	40
2 à 4	90	88	91	36	53	46	44	46
4 à 6	48	48	50	16	31	44	31	36
6 à 8	20	19	13	18	13	23	20	22
8 à 10	3	—	2	19	14	20	15	14
10 à 12	—	—	—	8	5	—	5	7
12 à 14	—	—	—	2	3	—	11	4
14 à 16	—	—	—	3	—	—	—	—
16 à 18	—	—	—	4	—	—	—	—
$\sum n_i$	212	198	223	121	150	162	146	169
\bar{d} (mm)	3.434	3.434	3.134	6.01	4.37	4.49	5.34	4.538
\bar{d} (um)	6.125	6.125	5.6	10.73	7.80	8.02	9.53	8.1
Ecart type	1.924	1.784	1.826	3.99	2.94	2.5	3.39	2.79







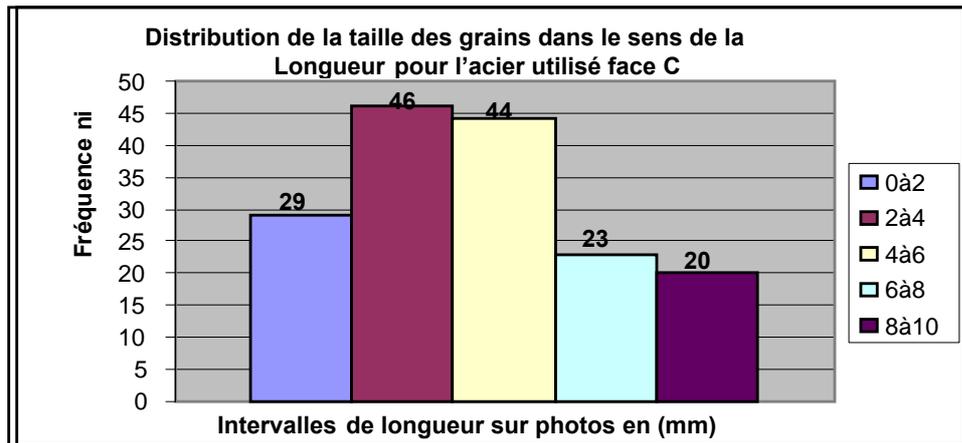


Figure 19 : Représentation des histogrammes de distribution de la taille moyenne de ferrite Dans le sens de la longueur.

❖ Interprétation

Nous remarquons que les grains de ferrite de l'acier d'origine sont polygonaux, contrairement à ceux de l'acier utilisé et la partie déchiquetée, qui sont de taille plus grande et de structure brisée, ce qui est en concordance avec les histogrammes de distribution de taille.

les grains de perlite qui au départ dans l'acier d'origine avaient une certaine forme ont pris refuge aux joints de grains devenus de ce fait gros, sans que la pièce ne subisse une décarburation.

Cela est conforté par l'étude du taux de phase qui est pratiquement le même pour les trois échantillons.

Cette nouvelle forme qu'a pris la perlite peut conduire à une amorce de fissures probables.

Nous remarquons un même phénomène, qui s'est reproduit à cette face des échantillons, où des carbures, se sont formés aux joints de grains de l'acier utilisé et de la partie déchiquetée, sans qu'il y ait pour autant décarburation du tube, chose qu'on a confirmé à l'aide des résultats obtenus du taux des phases.

La taille des grains a augmenté par rapport à celle de l'acier d'origine avec une perte de polygonalité.

Le grossissement des grains observés est en concordance avec les résultats de l'analyse de taille représentés par les histogrammes précédents.

Les grains de ferrite ont subi un grossissement par rapport à ceux de l'acier d'origine ce qui est bien visible sur les micrographies et conforté par les histogrammes de distribution de taille.

La face C de la partie déchiquetée n'a pas pu être présentée, vu la taille très fine de ses grains pour cause d'une texture prononcée due à l'explosion du tube.

Les joints de grains de l'acier utilisé ont grossi par rapport à ceux de l'acier d'origine, ce qui est dû aux hautes températures cycliques ou continues auxquelles est exposé le tube en question. Ceci conduit à d'éventuelles fissurations du tube qui vont le conduire par la suite à l'accident.

Conclusion générale

L'expertise, fait pour le tube de chaudière éclaté de la centrale électrique, a mis en relief les points fondamentaux suivants :

- ☞ Le matériau de tube est un acier faiblement allié contenant **0,2 % C** et de structure biphasée (ferrito-perlitique).
- ☞ La température de transformation austénitique est située entre **840** et **880 °C**.
- ☞ La dureté du matériau en question est de **114 HB**.
- ☞ La taille des grains de ferrite à l'état d'origine suit une distribution selon la **loi de GAUSS**.
- ☞ La forme des grains de ferrite du tube d'origine est polygonale, contrairement à celle du tube utilisé.
- ☞ Le tube présente, un état de dégradation accés élevée, et pour cause le grossissement de grains de ferrite d'une part et la perlite qui a diffusé vers les joints de grains d'autre part, conduisant ainsi, à des annonces de fissures probables.

Ajoutées à cela, les conditions extrêmes, sous lesquelles le tube fonctionne, à savoir les hautes températures et les pressions élevées l'éclatement est inévitable.

Un meilleur choix du matériau, ou de traitements thermiques adaptés aux besoins, aurait pu évité cette accident.

Références Bibliographiques

- [1] **Stuers** Scientific Instruments, Copenhagen-Denmark.
- [2] **J.POKORNY / A.POKORNY**, Métallographie. Technique de l'ingénieur réf: M90, 1997.
- [3] technique d'examen micrographique, éditée et diffusée par l'association française de normalisation « AFNOR » (décembre 1985).
- [4] **J.BERNARD**, Métallurgie générale, édition MASSON 1984.
- [5] **R.T.DEHOFF et F.N.RHINES**, Microscopie quantitative, édition MASSON, 1972.
- [6] **J.BARRALIS et G.MAEDER**, Pricis de la métallurgie appliquée, 5^e édition, 1990.
- [7] **G.CHAUSSIN**, Métallurgie Tome 1,2 édition DUNOD 1976.
- [8] **R.LEVEQUE**, « Aciers à outils », technique de l'ingénieur, réf : M330, 2002.
- [9] **B.OCHEID, P.POUPEAH**, Diagramme d'équilibre, tec de l'ingénieur M 76.
- [10] **BAIN (E.C.) et PAXTON (H.W.)**. Les éléments d'addition dans l'acier (traduction par C. LEYMONIE). DUNOD (1968).
- [11] **SANZ (G.)**. La rupture des aciers. La mécanique de la rupture. Collection IRSID-OTUA.
- [12] **BATES (A.A.), BROPHY (G.R.) et HERZIG (A.J.)**. Technique de l'ingénieur, M330, 2002.
- [13] **B.MILET, A.ROOS**, Métallurgie appliquée, troisième édition LAVOISIER ,1982.