

Ministère de l'Enseignement Supérieur et
de la Recherche Scientifique
Ecole nationale Polytechnique



8/04
وزارة التعليم العالي
و البحث العلمي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

THEME

INFLUENCE DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT SUR LES
TRANSFORMATIONS STRUCTURALES D'UN ACIER
INOXYDABLE AUSTENITIQUE (304L) TRAITE A HAUTES
TEMPERATURES

Proposé par : CSC

Dirigé par :

M^f M .BOUABDELLAH

M^{me} K .RAHOUMA

étudié par :

Mr SELLIDJ ZOHIR

PROMOTION JUIN 2004

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

408

THE UNIVERSITY OF CHICAGO
LIBRARY

الملخص

أدى اكتشاف دور الكروم على مقاومة القرض إلى تصنيف الصلب الغير قابل للتأكسد حسب التركيبة الكيميائية , في دراستنا هذه ركزنا اهتمامنا على المميزات البنيوية للصلب الغير القابل للتأكسد الاستثنائي بعد علاجات حرارية مختلفة. وجهتان اتبعهما العلاج الحراري. تأثير نمط التسخين و تأثير نمط التبريد

كلمات مفتاحيه

صلب غير قابل للتأكسد, الاستثنائي, الكروم

RESUME :

La découverte du rôle de chrome sur la résistance à la corrosion atmosphérique et aqueuse conduisit naturellement les aciers inoxydables à être classés en fonction de la composition chimique. Pour notre étude on s'est intéressé à la caractérisation structurale d'un acier inoxydable austénitique après divers traitements.

Deux aspects couvrant le traitement ont été étudiés : influence du mode de chauffage jusqu'aux températures maximales de traitement ainsi que le mode de refroidissement

MOTS CLES :

acier inoxydable, austenite, chrome.

ABSTRACT

The discovery of the role of chromium on the corrosion resistance atmospheric and aqueous led the stainless steels naturally has to be classified according to the chemical composition. For our study one was interested in the structural characterization of an austenitic stainless steel after various treatments.

Two aspects covering the treatment were studied: influence mode of heating until the maximum temperatures of treatment as well as the mode of cooling

KEY WORDS:

Stainless steel, austenitic, chromium.

Dédicace

المدرسة الوطنية المتقدمة للتحريات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
École Nationale Polytechnique

Je dédie ce modeste travail :

À mes très chers parents

À mes frères et sœurs

À mes neveux

À ma grande famille

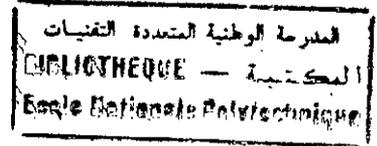
À tous mes Amis

À MOH le Géant

Et à tous ceux qui me sont chers

ZOHIR

Remerciement



Avant tout, DIEU merci pour sa bonté et sa clémence d'avoir bien mener ce travail à terme.

Je remercier tout particulièrement monsieur BOUABDELLAH qui a encadré ce projet de fin d'étude. Il m'a conseillé, encouragé et m'a fait bénéficier de sa remarquable culture métallurgique au cours de nombreuses conversations scientifiques que nous avons eu ensemble.

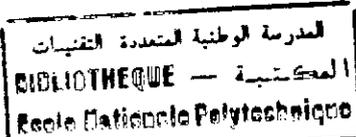
Je tiens à remercier vivement madame RAHOUMA et lui exprimer ma profonde gratitude pour son abnégation dans le suivi permanent de mon travail. Je tiens à souligner ces grandes qualités tant sur le plan scientifique que sur le plan humain.

Mes vifs remerciements vont également à mes enseignants sans exception chacun par son nom.

Je souhaite également remercier KHEIREDDINE responsable de laboratoire de métallurgie au CSC, pour sa disponibilité, sa patience, ces conseils et pour tous ce qu'il a fait pour nous.

Mes sincères remerciements vont également à l'équipe da laboratoire de mécanique et métallurgie de CSC : M^r H MAZA, M^r et M^{me} BELKESSA, YUCEF, NAIMA ainsi que tout le personnel de CSC.

SOMMAIRE



INTRODUCTION GENERALE.....	3
----------------------------	---

CHAPITRE 1 : PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

I- LES ACIERS INOXYDABLES.....	5
I-1-Introduction.....	5
I-2- Influence des différents éléments d'alliage sur la structure.....	5
I-2-1-Action du chrome (système Fe-Cr) :	5
I-2-2-Action du Nickel (système Fe-Cr-Ni).....	6
I-2-3-Action du carbone (système Fe-Cr-C).....	8
I-2-4-Action des autres éléments d'alliages	9
I-3-Principales familles d'aciers inoxydables :	10
I-3-1-Aciers inoxydables ferritiques :	10
a- Propriétés mécaniques	11
b- Propriétés physiques	11
I-3-2-Aciers inoxydables martensitiques :	11
a- Propriétés mécaniques	12
b- Propriétés physiques.....	12
I-3-3-Aciers inoxydables austéno-ferritique (duplex).....	12
a- Propriétés mécaniques.....	13
b- Propriétés physiques.....	13
I-3-4-Aciers inoxydables austénitiques.....	13
a- Propriétés mécaniques.....	14
b- Propriétés physiques.....	14
c- Soudage des aciers inoxydables austénitiques	14
I-3-4-1-Déstabilisation de l'austénite	15
a- Transformation martensitique	15
b- précipitation des carbures	17
c- Formation des phases intermétalliques	18
I-3-4-2-Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques.....	19

A- Traitement d'hypertrempe.....	19
B- Traitement antiferritique.....	20
C- Traitement thermomécanique.....	22
D- Traitement d'optimisation de la tenue au fluage.....	22
II - GROSSISSEMENT DES GRAINS.....	23
II.1-Introduction.....	23
II.2-Migration des joints des grains.....	23
II.2.1-Flux d'atomes échangés entre deux cristaux voisins.....	23
II.2.2 Vitesse de déplacement d'un joint de grains.....	24
II.3-Cinétique de grossissement des grains.....	25

CHAPITRE 2 : PARTIE EXPERIMENTALE

1-Identification du métal de base.....	27
1.1-Analyse chimique	27
1.2-Propriétés mécaniques de l'acier.....	27
2-Prélèvement des éprouvettes	28
3-Traitements thermiques	28
4-Characterisation structurale du mate rien	29
4.1-Essai de dureté.....	29
4.2-Métallographie.....	30
4.2.1-Pollissage des échantillons.....	30
4.2.2-Attaque chimique.....	30
4.2.3-Observation des structures	31
4.3-Mesure de la taille moyenne des grains.....	31
5-Characterisation par diffraction des rayons.....	32
5.1-Principe de la technique.....	32
5.2-Dépouillement des diffractogrammes	33
5.2.1-Identification des pics.....	33
5.2.2-Calcul des intensités des pics.....	34
5.2.3-Calcul de la fraction volumique de la ferrite.....	34
5.3-Séparation des pics cohérents.....	36

CHAPITRE 3 : INTERPRÉTATION DES RESULTATS

1-Evolution de la taille des grains.....	39
1.1-description de la structure.....	39
1.2-mesure de la taille moyenne des grains.....	44
2-Evolution de la dureté Vickers.....	45
3-Evolution de taux de ferrite.....	47
CONCLUSION GENERALE.....	51
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	52
ANNEXES.....	53

INTRODUCTION GENERALE

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

De ce fait, le développement de l'industrie dans le monde ne cesse de s'accroître en entraînant avec lui une importance appréciable de l'impact de la température à savoir les systèmes industriels tel que les réacteurs chimiques, les centrales électrique, l'aéronautique, l'automobile, etc... ; en favorisant les risques de corrosion a haute température. Pour cela le choix des matériaux qui constituent ces systèmes, doit prendre en considération leur résistance à la corrosion a haute température.

La découverte du rôle du chrome sur la résistance à la corrosion atmosphérique et aqueuse conduisit naturellement les aciers inoxydables à être classés en fonction de leur composition chimique .Par la suite,d'autres modes de classifications furent envisagés ,au fur et à mesure de l'extension de la connaissance des propriétés de ces aciers à des domaines de plus en plus vaste, tant chimiques que mécaniques,des problèmes relatifs a leur élaboration et a leur mise en forme,et enfin à leur structure cristalline et micrographique.

L'objectif de notre étude est la caractérisation de la structure de l'alliage après divers traitements thermiques. Deux aspects couvrant le traitement ont été étudiés :

- l'influence du mode de chauffage jusqu'à la température maximale de traitement.
- l'influence du mode de refroidissement (trempe à l'eau, trempe à l'huile, trempe à l'air, et refroidissement au four coupé).

Afin de caractériser la structure obtenue à l'issus de ces diverses traitements, nous avons caractérisé la microstructure métallographique ; la taille moyenne des grains; la dureté Vickers ainsi que le taux de ferrite présent dans la matrice

Chapitre 1 :

Partie bibliographique

I- LES ACIERS INOXYDABLES :

I.1 - Introduction :

Les problèmes de corrosion humide qu'affectent les alliages ferreux ont été traités dans de nombreux travaux des recherches pour remédier ces inconvénients. En conséquence, la découverte du rôle du chrome sur la résistance à la corrosion atmosphérique et aqueuse a conduit à la naissance des aciers inoxydables.

Les aciers inoxydables sont des aciers dont l'inoxidabilité est assurée par la présence du chrome qui est l'élément essentiel de l'alliage avec des teneurs supérieures à 10.5%, en favorisant en milieu oxydant, une couche passive à sa surface. D'autres éléments d'addition sont introduits tels que Ni, Mo, Cu, Si.....etc, afin de favoriser la stabilisation du fer α ou bien le fer γ suivant l'état structural final voulu [1].

Dans ce contexte, la structure des diverses nuances d'aciers permet de comprendre la dénomination des différentes familles d'aciers inoxydables à savoir : les aciers ferritiques, les aciers martensitiques, les aciers ferrito-austénitiques et les aciers austénitiques.

I.2 - Influence des différents éléments d'alliage sur la structure :

En général ; les aciers inoxydables sont essentiellement des alliages Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni avec une teneur en carbone assez faible qui varie entre 0.02% à 1%. Pour améliorer la tenue à la corrosion et les propriétés mécaniques de l'acier il est recommandé d'ajouter certains éléments tel que Mo, Cu, Nb, Si, S, N... etc., notons que chaque élément d'alliage a une influence sur la structure de l'acier ; pour cela on doit bien connaître les diagrammes de phases des alliages.

I.2.1 - Action du chrome (système Fe-Cr) :

Le chrome est de plus un élément alphagène ; sa structure cristalline est cubique centré. De ce fait le chrome favorise l'extension du domaine ferritique. Ainsi le domaine de présence de la phase γ est réduit à une boucle sur le diagramme Fe-Cr [2] (fig.1).

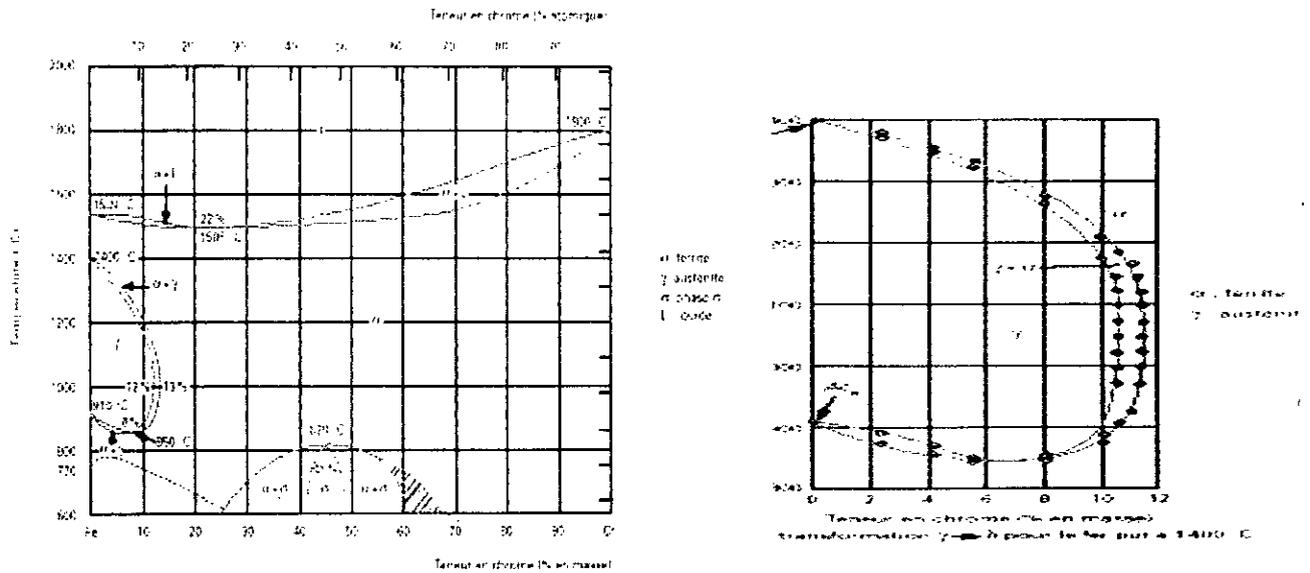


Fig 1 : système Fe-Cr [3]

On peut délimiter deux régions de teneurs en chrome :

-0%<Cr<13% : ces alliages sont susceptibles d'être austénitiques totalement (γ) ou partiellement ($\alpha+\gamma$) et peuvent donc subir des transformations $\alpha \rightarrow \gamma$ par chauffage ou refroidissement ce qui donne des structures hors équilibre.

-13%<Cr<100% : ces alliages sont toujours ferritiques à toutes températures entre l'ambiante jusqu'à celles du solidus, et dans ce cas ils ne peuvent pas subir de trempe martensitique ; cependant pour des teneurs comprises entre 45 et 55 de Cr ; il y a Possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire dure et fragile dite phase δ [2].

1.2.2-Action du nickel (système Fe-Cr-Ni) :

Contrairement au chrome, le nickel élargit le domaine austénitique .C'est un élément gamagène de structure cubique a faces centrées.

Par conséquence ; l'addition du nickel aux alliages Fe-Cr élargi la bouche austénitique du digramme Fe-Cr (fig-2) [2]

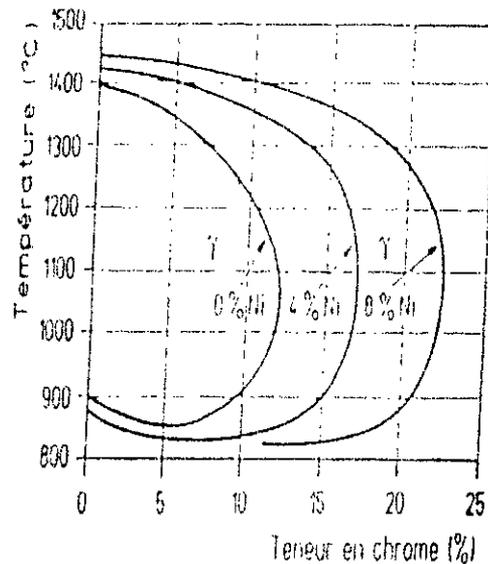


Fig 2 : influence du nickel sur la boucle γ du diagramme Fe-C [2].

A haute température la structure de l'alliage ternaire dépend essentiellement de la teneur en chrome (élément alphagène) et du nickel (élément gamagène).

L'influence de ces deux éléments peut être mise en évidence à partir du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni (fig.3).

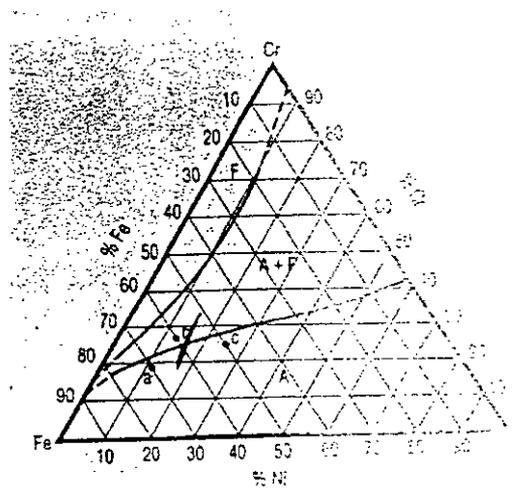


Fig 3 : Section du diagramme ternaire Fe-C [4]

Lorsque la teneur en chrome des aciers inoxydables austénitiques (point a) augmente on assiste à l'apparition de la ferrite δ (point b), et lorsqu'on augmente la teneur en nickel, cela va restituer ensuite la structure entièrement austénitique γ (point c) [4]

Les coupes verticales du diagramme ternaire, parallèle au plan verticale T-%Ni, montrent qu'une teneur en chrome élargit le domaine ferritique, ainsi un alliage à 17-18% de Cr

reste entièrement ferritique a toute température si le ternaire ne contient pas plus de 4%Ni (fig.4) [1].

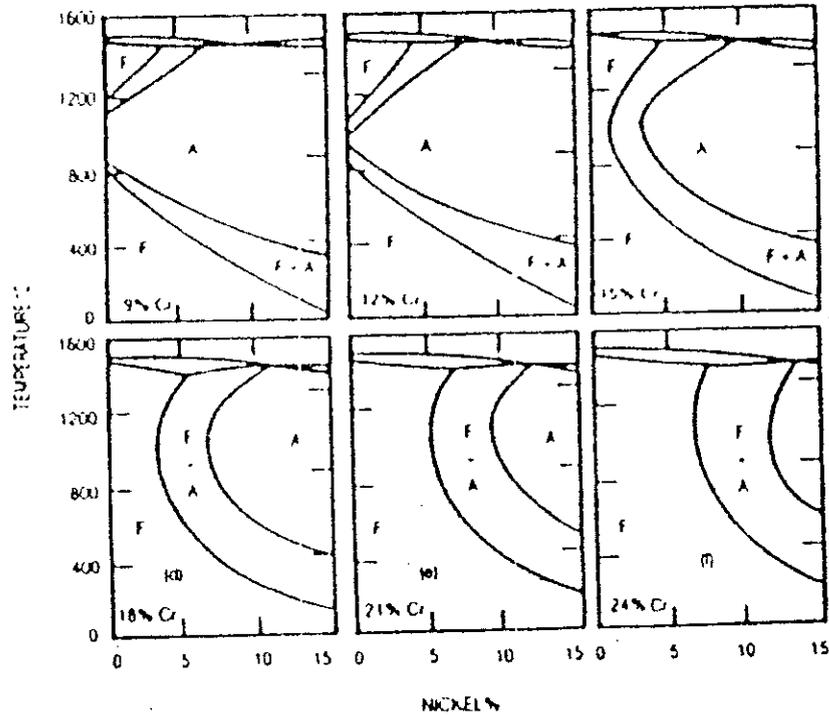


Fig 4 : coupe verticale du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en Cr
L.2.3 - Action du carbone (système Fe-Cr-C) :

Le fait d'ajouter du carbone qui est un élément gamagène a un alliage binaire Fe-Cr, le domaine d'existence de la phase austénitique γ s'élargit considérablement en température et en concentration. On constate bien que la tangente verticale à la boucle γ du binaire Fe-Cr se déplace vers les teneurs croissantes en chrome d'autant plus que la teneur en carbone est plus élevée (voir fig.5) [2].

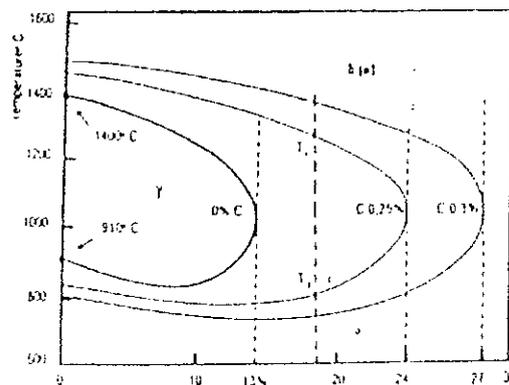


Fig 5 : influence du carbone sur l'extension
 De la boucle γ des alliages Fe-Cr-C [1]

En conséquence, par addition d'une teneur en carbone suffisante on peut obtenir une structure hors équilibre de type martensitique lorsqu'un traitement d'austénitisation entre T_1 et T_2 pour un alliage par exemple à 17% Cr, qui est avant le traitement se trouve dans un état ferritique dans tout le domaine de température, et peut être austénitique entre T_1 et T_2 [1].

I-2-4-Action des autres éléments d'alliages : [5,6]

A - Action du manganèse :

C'est un élément gammagène stabilisateur il assure aussi:

- l'augmentation de la résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides ;
- formation des sulfures améliorant l'usinabilité ;
- posséder un pouvoir carborigène supérieur à celui du fer et le chrome également ;
- Durcit légèrement la ferrite ;
- Améliorer les propriétés mécaniques des aciers.

B- Action du l'azote :

Elément gammagène qui :

- contribue également à stabiliser l'austénite ;
- Permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intragranulaire ;
- Agit avec le carbone sensiblement sur la résistance à la corrosion du fait de leurs faibles solubilités dans la matrice ferritique des aciers.

C- Action du silicium :

C'est un élément alphagène

- il améliore les propriétés d'emploi à haute température ;
- il diminue la résistance à la fissuration lors d'un soudage ;
- Il ne forme pas de carbures ;
- Il accroît la fragilité des aciers ;
- Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud.

D- Action du soufre :

- Il améliore l'usinabilité mais remet en cause la résistance à la corrosion.

E- Action du phosphore :

- il augmente la résistance des aciers à bas carbone.
- Il garde la plasticité à son niveau maximum.

F- Action du molybdène :

C'est un élément alphasène qui :

- améliore la résistance à la corrosion ;
- Améliore la résistance du film passif ;
- Rétrécit le domaine austénitique ;
- Il a tendance à former des carbures nettement plus élevés que le Cr.

G- Action du titane :

- Il fixe le carbone afin d'éviter que l'austénite soit trop chargée en carbone et qu'elle se transforme en martensite après l'opération de soudage.

I.3 – Principales familles d'aciers inoxydables :**I.3.1 - Aciers inoxydables ferritiques :**

Avec une structure identique à celle du fer (cubique centré), les aciers inoxydables ferritiques ont une teneur élevée en éléments alphasène (la ferrite) tel que ; Cr, Mo, Si, Ti, ou Nb ; le domaine austénitique est fortement rétréci.

La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$; où $\gamma \rightarrow \alpha$ n'affecte qu'une seule partie, la transformation est pratiquement impossibles ; la structure est exempte de précipitation et consiste en un assemblage de grains polyédriques [1].

nuance	Composition en masse%				
	Cr	C	Ni	Mo	Autres éléments stabilisants (Nb)
Acier inoxydable ferritique	13-30%	<0.1	sans	Avec	0.08- 0.2

Tableau 1 : composition en masse des aciers inoxydables ferritiques [7]

A- Propriétés mécaniques :

nuance	Limite d'élasticité (MPa)	Charge à la rupture (MPa)	Ductilité (%)
Aciers inoxydables ferritiques	$200 < R_{p0.2}$	$420 < R_m < 750$	$10 < A\% < 30$

Tableau 2 : propriétés mécaniques des aciers inoxydables ferritiques [8].

B- Propriétés physiques :

Toutes les nuances d'aciers inoxydables ferritiques sont ferromagnétiques jusqu'à leur température de curie $T_c = 750^\circ\text{C}$

La conductivité thermique est faible (ces nuances nécessitent, si besoin, un chauffage lent). Le coefficient de dilatation est relativement faible [2].

I.3.2 Aciers inoxydables martensitiques :

Les aciers inoxydables martensitiques ont un comportement comparable à celui des aciers de traitements thermiques classiques. À des fortes teneurs en chrome et en présence des éléments gamagènes comme le C, N et Ni conduisent à un élargissement du domaine austénitique qui rend possible la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ se qui permet d'effectuer la trempe martensitique de ce fait et ces teneurs en éléments d'addition, la trempabilité est excellente ; parfois, la vitesse critique de trempe martensitique correspond à un refroidissement à l'air. La présence du Mo dans ces aciers améliore sensiblement la résistance à la corrosion et la trempabilité et le Ni augmente la ténacité.

Les propriétés d'emploi des aciers martensitiques au chrome qui les différencient de tous les autres groupes d'aciers inoxydables par leur haute dureté et leurs valeurs de résistance élevées dépendent fortement de l'état structural obtenu après traitement thermique.

Les teneurs en éléments d'addition dans les aciers inoxydables martensitiques varient comme suit : Cr (12 à 18%) ; Ni (jusqu'à 7%) ; C (0.05 à 1.2%) ; Mo (jusqu'à 3%).

La variation de la teneur en chrome et Nickel explique l'existence de quatre groupes d'aciers.



Dans les aciers martensitiques au Nickel qui se distinguent des aciers martensitiques proprement dits par une meilleure ténacité et de meilleure résistance à la corrosion. Ces dernières peuvent être encore plus élevées par addition de Mo.

La martensite au Nickel est apte à un excellent durcissement par précipitation de phases intermétalliques dans le domaine de température allant de 450° C à 600°C, avec le Titane, on obtient un effet durcissant maximal [1].

nuance	Composition en masse (%)				
	Cr	C	Ni	Mo	Autres éléments (Ti, Nb, V)
Aciers inoxydables martensitiques	12-18	0.05-1.2	7	3	0.02-0.4

Tableau 3 : composition en masse des aciers inoxydables martensitiques [7].

A- Propriétés mécaniques :

nuance	A l'état	Limite d'élasticité (MPa)	Charge à la rupture (MPa)	Ductilité (%)
Aciers inoxydables martensitiques	recuit	$R_{p\ 0.2} > 280$	$450 < R_m < 800$	$A\% > 12$
	trempe	$R_{p\ 0.2} > 850$	$950 < R_m < 2000$	$A\% > 5$

Tableau 4 : propriétés mécaniques des aciers martensitiques [8].

B- Propriétés physiques :

Toutes les nuances martensitiques sont ferromagnétiques. La conductivité thermique est faible et s'abaisse avec l'addition du chrome. Le coefficient de dilatation est faible [2].

I.3.3 - Aciers inoxydables austéno-ferritique (duplex) :

Les propriétés des aciers inoxydables duplex sont encore mal connues. Ils sont constitués de deux phases :

L'austénite et la ferrite. Pour les aciers duplex forgés, la phase austénitique forme de longues aiguilles dans la matrice ferritique.

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

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

Ils contiennent en générale entre 30 et 60% de la phase α ; ces aciers sont caractérisés par des caractéristiques mécaniques supérieures que celles des aciers austénitiques ; une résistance à la corrosion meilleure que les austénitiques ; un très bon comportement au soudage. Ces aciers contiennent un pourcentage de chrome variant de 22 à 27% et environ 4 à 8 %Ni ; outre le chrome et le Nickel, les aciers austéno-ferritiques peuvent comporter des additions de Mo, de Cu et /ou de l'Azote [1].

nuance	Composition en masse (%)				
	Cr	C	Ni	Mo	Autres éléments (N)
Aciers inoxydables austénitoferritiques	24-27	0.05-1.2	4.5-7	2-6	0.05-0.2

Tableau 5: composition en masse des aciers inoxydables austénito-ferritiques [7].

A- Propriétés mécaniques :

nuance	Limite d'élasticité (MPa)	Charge à la rupture (MPa)	Ductilité (%)
Aciers inoxydables austénito-ferritiques	410 $R_{p0.2}$	630 R_m <math>< 900</math>	17 $A\%$ <math>< 25</math>

Tableau 6 : propriétés mécaniques des aciers duplex [8]

B- Propriétés physiques :

Ces propriétés dépendent dans la plupart des cas de la proportion des deux phases austénitique et ferritique.

Les aciers inoxydables austénito-ferritique présentent une bonne ductilité et toutes les nuances sont ferromagnétiques.

Les aciers duplex possèdent des propriétés de superplasticité qui présentent un inconvénient lors de traitement thermique : la résistance au fluage est très faible et au dessus de 950°C les aciers se déforment sous de faible charge [2].

1.3.4. Acier inoxydable austénitique :

Les nuances austénitiques cristallisent de le système cubique a faces centrées. Puisque le nickel est un élément gammagène, il a tendance a stabiliser l'austénite. Selon leur teneur en chrome, en Nickel et en carbone, ces aciers peuvent conserver la structure

austénitique (cfc), Même à des températures inférieures à la température ambiante, et ils présentent l'avantage d'une ductilité remarquable.

En effet, ces aciers ne présentent pas de point de transformation. Ils ne peuvent pas être durcis par trempe à la température ordinaire, du fait que l'austénite ne se transforme pas en martensite quelle que soit la vitesse de refroidissement il ne peuvent être durcis que pas écrouissage. Ils sont sensibles au grossissement de grains lors d'un maintien prolongé à haute température, mais grâce à leur structure (cfc) ils restent ductiles. [1]

A- Propriétés mécaniques :

Nuance	Limite d'élasticité (MPa)	Charge de rupture (MPa)	Ductilité (%)
Aciers inoxydables austénitiques	180 < $R_{p0.2}$	440 < R_m < 950	33 < $A\%$ < 45

Tableau 7 : propriétés mécaniques des aciers austénitiques [8].

B- Propriétés physiques :

Les nuances austénitiques se caractérisent par trois différences importantes : coefficient de dilatation élevé, conductivité thermique faible, amagnétique. Les principales valeurs sont indiquées dans le tableau 8 :

Masse volumique	Module d'élasticité	Coefficient de dilatation linéique à 100°C	conductivité thermique à 20°C	Capacité thermique	Résistivité	Perméabilité relative
Kg/dm ³	GPa	En 10 ⁻⁶ K ⁻¹	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	J.kg ⁻¹ .k ⁻¹	μΩ.cm	
7.9 à 8	193	16.5	14.6	500	72 à 74	1.02

Tableau 8 : caractéristiques physiques des aciers austénitiques [8].

C- Soudage des aciers inoxydables austénitiques :

Pour réaliser une soudure de bonnes qualités, le métal déposé doit avoir les mêmes qualités de résistances à la corrosion que le métal de base et les joints doivent être exempt de fissures pour prévoir la microstructure et les propriétés des joints soudés.

Les aciers inoxydables austénitiques ont un coefficient de dilatation thermique élevé. L'existence de contraintes induites par la solidification et les ségrégations interdendritiques

fait que les soudures purement austénitiques (après refroidissement complet) sont sensibles à la fissuration à chaud. La présence de 3 à 8 % de ferrite δ dans le métal déposé par soudage permet de réduire la sensibilité à la fissuration à haute température. La ferrite interdendritique dissoudrait les impuretés (S, P, Se, Sn...), évitant ainsi la formation de composés à bas point de fusion qui sont la cause de la fissuration sous l'action des contraintes de solidification [4].

Dans ce cas un refroidissement relativement rapide est nécessaire pour que la ferrite delta δ persiste.

Pour une utilisation à basse température, la microstructure du métal déposé doit contenir très peu de ferrite en réseau discontinu. En effet, il faut prendre en compte la température de transition de la ferrite au-dessous de laquelle la rupture est du type fragile. Moins de 8% de ferrite delta sont nécessaires pour éviter la formation d'un réseau continu. A haute température, la ferrite delta peut se transformer en phase fragile sigma, ce qui requiert aussi le contrôle de la teneur en ferrite delta. Pour chaque nuance d'acier inoxydable austénitique, il existe un volume spécifique de ferrite delta qui correspond au maximum de ductilité. la présence de ferrite peut jouer un rôle sur la résistance à la métal déposé. [4]

I.3.4.1 - Déstabilisation de l'austénite :

A- Transformation martensitique :

- Transformation martensitique par refroidissement à basse température :

Par refroidissement rapide depuis 1050-1100°C, la transformations de l'austénite (structure cubique à faces centrées) en martensite α' (structure cubique centrée) débute à partir de température M_s . Indépendante de la diffusion sur le plan cinétique, cette transformation se manifeste par l'apparition brutal de la martensite α' formée selon un mécanisme de cisaillement.

Tous les éléments en solution dans l'austénite abaissent la température M_s . Plusieurs formules empiriques illustrent l'effet de la composition chimique (pourcentages massiques) sur la température M_s , notamment la suivante:

$$M_s (^{\circ} C) = 502 - 810 (\%C) - 1230 (\%N) - 13 (\%Mn) - 30 (\%Ni) - 12 (\%Cr) - 54(\%Cu) - 6(\%Mo).$$

Dans les aciers inoxydables austénitiques les moins alliés, la transformation partielle de l'austénite en martensite peut intervenir à température ambiante si la température M_s est supérieure à celle-ci. Pour les aciers inoxydables austénitiques plus alliés, donc plus stables, la température M_s est nettement inférieure à la température ordinaire ; la transformation martensitique est obtenue lors d'un traitement par le froid [4].

-Transformation martensitique par écrouissage :

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

La quantité de martensite formée est fonction à la fois de la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, du mode, du taux de et la vitesse de déformation et naturellement, de la température.

L'effet des éléments d'alliage (pourcentages massiques) est mis en évidence par la formule :

$$-M_{d30}(^{\circ}\text{C}) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) - 8.1(\%Mn) - 13.7(\%Cr) - 20(\%Ni) - 18.5(\%Mo)$$

Où M_{d30} est la température à laquelle 50% de martensite est formé sous l'effet d'une déformation varie de 30%. L'augmentation de la teneur en nickel inhibe la formation de la martensite d'écrouissage α' . La stabilisation par le titane exerce un effet contraire par réduction du carbone et de l'azote en solution solide.

Des études cristallographiques ont mis en évidence la présence de la martensite α_2 , de structure hexagonale compacte, à côté de la martensite α' cubique centrée.

La martensite ϵ , non magnétique, est difficile à détecter en microscope optique.

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

$$-E.D.E (\text{mJ.m}^{-2}) = 25 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0.9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1.2(\%Mn)$$

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

La martensite ϵ est formée dans les aciers inoxydables austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement. La martensite ϵ est obtenue par :

- trempe à -196°C .
- trempe ou écrouissage à température ordinaire.

Si l'énergie de défaut d'empilement est respectivement inférieure à 43 et 30 mJ.m^{-2} .

La formation de la martensite est indépendante de la diffusion et les cristallites de cette phase croissent suivant certaines directions privilégiées et de la phase initiale.

Les martensites ϵ et α' sont métastables et la transformation inverse en austénite se produit au chauffage avec une hystérésis importante. La réversion de la martensite ϵ en austénite a lieu entre 150 et 400°C tandis que celle de la martensite α' intervient entre 400 et 800°C [4].

B- Précipitation des carbures :

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent contenir jusqu'à 0,15% de carbone qui va former avec les autres éléments d'alliage des précipités de type $M_{23}C_6$. Ils sont principalement constitués de carbure de chrome $Cr_{23}C_6$ (voir fig7) [4].

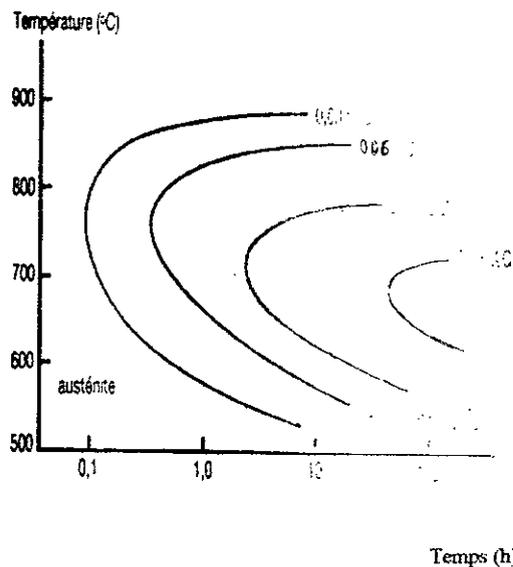


Fig 6 : influence de la teneur en C sur la cinétique de précipitation des Carbures $M_{23}C_6$ dans un acier austénitique du type 18Cr-10Ni [4].

Un maintien prolongé entre 425 et 800°C, entraîne la précipitation des carbures de chrome très riches en chrome qui est diffusé de l'intérieur des grains γ vers les joints en créant des zones de chromées auprès des carbones formés, c'est-à-dire dans les joints de grains. ces zones sont sensibles à la corrosion d'où la corrosion inter granulaire ;

- pour des nuances à bas carbone les carbures $M_{23}C_6$ précipitent d'abord dans les joints de grains et aux joints de macles non cohérentes et enfin au sein des grains austénitiques (voir fig.8).

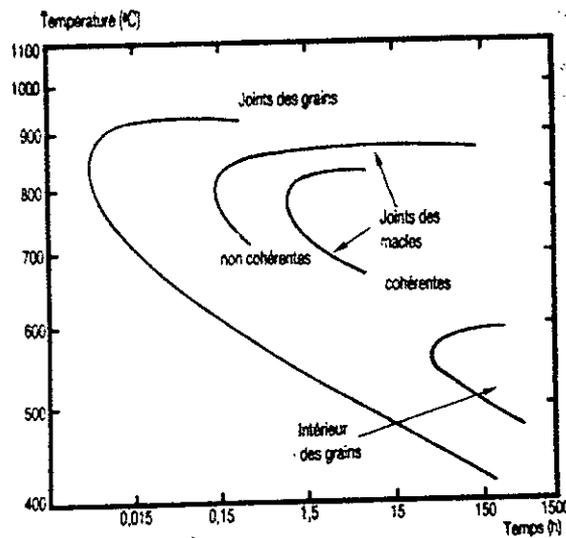


Fig 7 : diagramme de précipitation de $M_{23}C_6$ dans un acier austénitique de type 18Cr-9Ni contenant 0,05% C et trempé depuis 1250°C [4].

Pour éviter la corrosion ; il suffit d'assurer une teneur en carbone qui ne dépasse pas 0,03%.

-pour des nuances stabilisées ayant des teneurs en quantités suffisantes en Ti et Nb provoquent la formation de TiC et NbC bloquant ainsi le carbone et interdisant la précipitation des carbures de chrome (car les carbure de titane ou de niobium sont plus stable que les carbures $Cr_{23}C_6$ [4].

C- Formation des phases intermétalliques :[4]

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent contenir des phases intermétalliques tel que la phase sigma σ ; la phase chi (χ) et une phase dite phase de laves. La présence de 8 à 10%de nickel évite ou limite la précipitation éventuelle de la phase σ . la fig.9 montre qu'en principe cette phase σ n'apparaît pas dans les nuance austénitiques courantes de type 18Cr-8%Ni qui se situent dans le domaine monophasé γ . En revanche des nuances plus chargée en chrome telle que 25%Cr-20%Ni peuvent donner lieu à me formation de la phase σ .

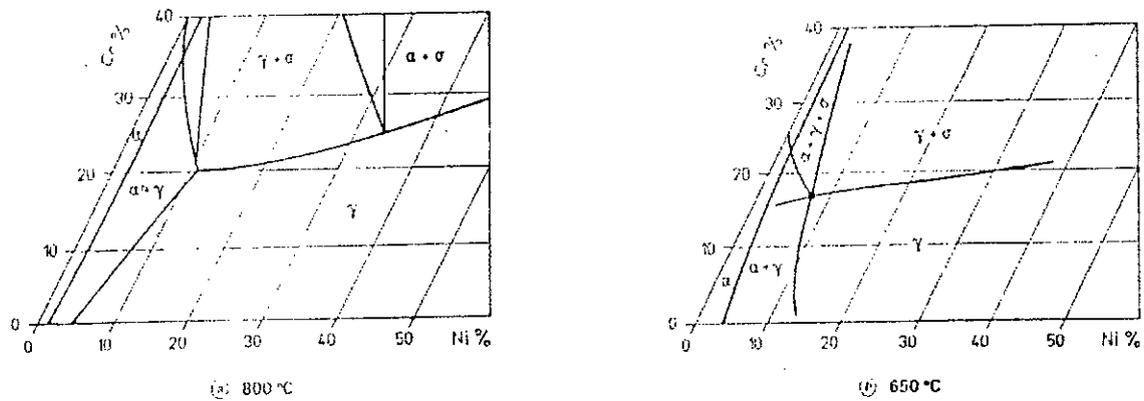


Fig 8 : domaine d'existence de phase σ dans les alliages Fe-Cr-Ni [3].

La présence des éléments d'alliages tels que principalement le molybdène favorisent la formation des phases chi (χ) (cubique centrée) de type $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_2\text{Mo}_{10}$ et les phases de laves (hexagonales), de type Fe_2Mo . En conséquence, ces deux dernières phases n'apparaissent que pour des nuances stabilisées [3].

L3.4.2 - Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques :

A- traitement d'hypertrempe :

Il consiste en un maintien à haute température (de 1 000 à 1 150 °C) suivi d'un refroidissement rapide. Ce traitement a pour but d'obtenir à l'ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments, en particulier carbone et azote, se trouvent en solution solide.

Comme nous l'avons mentionné précédemment, le carbone peut précipiter à basse température sous forme de carbures de chrome intergranulaires de type M_7C_3 ou M_{23}C_6 provoquant une sensibilité à la corrosion intergranulaire par appauvrissement en chrome aux joints de grain. Ces carbures sont solubles dans l'austénite à haute température, et la mise en solution peut être conservée à l'ambiante par refroidissement rapide.

À l'ambiante, la phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques peut être, suivant la composition de la nuance (équilibre des éléments alphas et gammagènes), métastable ou thermodynamiquement stable. La phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques est, quelle que soit la composition, stable à haute température (de 1 000 à 1 100 °C par exemple). Refroidir le métal suffisamment rapidement de cette température à l'ambiante permet de conserver l'austénite à l'ambiante, même si celle-ci n'est pas stable thermo-dynamiquement (l'austénite est alors dans un état métastable et peut, en particulier,

se transformer en martensite sous l'effet d'une déformation plastique, voire d'un simple maintien à basse température).

D'autre part, certains aciers austénitiques sont sujets à la formation de phases intermétalliques de type σ , χ , ou de Laves, dans des domaines de températures compris entre 600 et 1 050 °C suivant les nuances et les phases formées. Ces phases sont généralement préjudiciables à la tenue à la corrosion et causent une fragilité de l'acier. Elles peuvent être remises en solution à haute température, lors du traitement d'hypertrempe. Les phases intermétalliques les plus stables en température (jusqu'à 1 050 °C environ) sont celles liées à la présence de molybdène dans le métal.

Pour finir, signalons que la phase ferritique δ peut apparaître pour certaines nuances au-dessus de 1 100 °C et que cette phase peut être conservée lors du refroidissement, aggravant les risques de fragilisation ultérieurs (précipitation de phase σ).

-pour les nuances stabilisées; la température d'hypertrempe peut être choisie dans l'intervalle 1 000-1 100 °C : 1 000 °C suffisent pour redissoudre d'éventuels carbonitrides de chrome (nuances non stabilisées) et il n'y a pas de phases intermétalliques très stables liées à la présence de molybdène.

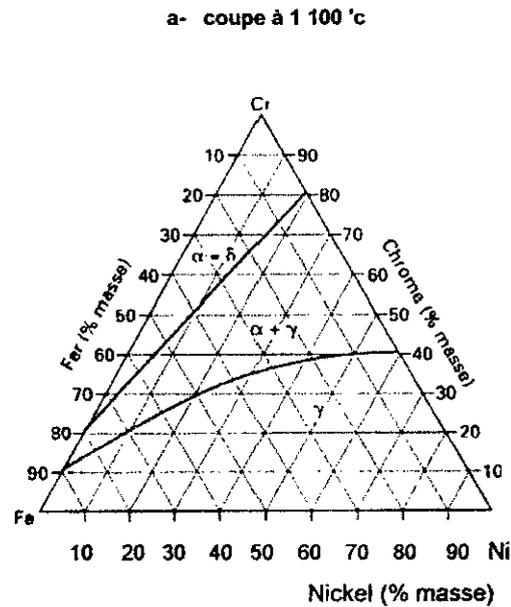
-pour des nuances stabilisées (au molybdène); la température sera choisie entre 1 050 et 1 150 °C pour dissoudre les phases intermétalliques et le cas échéant les carbonitrides ;

L'austénite a une faible conductivité thermique qui impose également des maintiens suffisamment longs à la température d'hypertrempe pour permettre la mise en température de toute la pièce. En conséquence, le choix de la durée du maintien est relatif avec les dimensions de la pièce [9].

B- Traitement Antiferritique :

C'est un traitement d'homogénéisation effectué sur demiproduits ou pièces moulées de grande dimension à une température supérieure à celle du traitement d'hypertrempe et la précédant. Dans le cas d'une opération de mise en forme intermédiaire, la présence de ferrite apporte d'autres risques car une structure biphasée austénite-ferrite dont la teneur en ferrite est comprise entre 10 et 45 % présente une mauvaise forgeabilité. Pour les opérations difficiles, comme le filage à chaud de tubes, il faudra limiter la teneur en ferrite à 5 %.

La fig.10 qui présente une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni illustre la situation à 1 100 °C et à la solidification. La teneur en ferrite atteint d'autre part sa teneur d'équilibre très rapidement (quelques minutes) lors de maintiens à haute température.



b- coupe juste au-dessous du liquidus

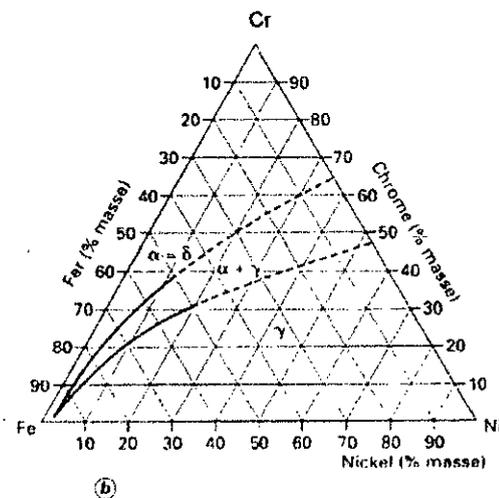


Fig 9 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe - Cr - Ni [9].

L'apparition de ferrite est favorisée par les ségrégations formées lors de la solidification: la composition locale peut avoir une tendance ferritique supérieure à celle de la matrice et cela peut amener une solidification en austénite plus ferrite (la figure 9b

montre que le domaine $\alpha+\gamma$ est, sous le liquidus, proche des compositions usuelles de nuances austénitiques). De la ferrite peut subsister lors de l'hypertrempe, dans ces zones ségréguées, qui ne sont pas forcément éliminées au cours des cycles de corroyage et chauffage ultérieurs, et dont la composition conduit à la présence de ferrite en dessous de 1 100 °C [9].

Pour éliminer ou minimiser ces ségrégations, on utilise un traitement d'homogénéisation de 24 à 36 h à une température allant de 1 150 à 1 200 °C durant lequel la diffusion accomplit son oeuvre, suivi d'un refroidissement jusqu'à la température d'hypertrempe suffisamment lent pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la diminution de température [9].

C- Traitement thermomécanique :

On peut augmenter les caractéristiques mécaniques à l'ambiante d'un acier inoxydable austénitique en achevant le laminage, lors des dernières passes, à une température suffisamment basse pour qu'il n'y ait pas recristallisation ni entre passes ni après la dernière passe. Une partie de l'écroissage à chaud est ainsi conservée dans le métal, ce qui augmente la limite d'élasticité. Cette phase finale de laminage aura été précédée par une phase à plus haute température durant laquelle on affine le grain par des cycles écroissage-recristallisation. Un tel type de laminage est parfois appelé contrôle.

Une autre possibilité d'augmentation des caractéristiques mécaniques à l'ambiante est de précipiter des carbures ou carbonitrides fins et répartis. Ces carbonitrides seront de niobium si l'on veut ne pas sensibiliser l'acier à la corrosion intergranulaire[9].

D- Traitement d'optimisation de la tenue au fluage :

Une précipitation intragranulaire fine et bien répartie de carbure ou de carbonitrides a également un effet favorable sur la tenue au fluage entre 650 et 750 °C de certaines nuances. On peut appliquer à ces nuances un traitement thermique ou thermomécanique de durcissement structural explicité au-dessus. Dans ce cas, la sensibilisation à la corrosion intergranulaire en milieu humide n'est pas un problème à prendre en compte et le durcissement structural peut être réalisé à l'aide de carbures de chrome [9].

II-GROSSISSEMENT DES GRAINS

II-1 –Introduction :

Le grossissement des grains apparaît lors d'un recuit à une température suffisante, l'importance de ce grossissement dépend de la température et de la durée de maintien en effet, au cours d'un recuit, un polycristal a tendance à diminuer son énergie libre totale en réduisant la surface totale des interfaces, cela peut s'expliquer par la mobilité des plans d'interface et la migration des joints.

II.2-Migration des joints de grains :

Un atome ayant acquis sous l'effet thermique une énergie d'activation ΔG^* , peut traverser le joint pour se positionner dans le réseau du grain voisin. Il est évident que les atomes au voisinage du joint, privés de certains de leurs voisins, se trouvent dans un état d'énergie supérieur. Cette énergie leur communique une fréquence de vibration supérieure à celle des atomes du cœur d'où la possibilité d'une migration vers un site vacant dans le réseau du cristal voisin [10].

II.2.1 - Flux d'atomes échangés entre deux cristaux voisins [10]:

Le déplacement mutuel des atomes entre deux cristaux voisins peut se traduire par la relation du flux net d'atomes échangés suivante :

$$J_{net} = J_1 - J_2 \quad (1)$$

J_n : flux de déplacement des atomes à partir d'un cristal vers un cristal voisin

Avec :

$$J_1 = p_2 n_1 v_1 \exp(-\Delta G^* / kT) \quad (2)$$

$$J_2 = p_1 n_2 v_2 \exp(-(\Delta G^* - \Delta G) / kT) \quad (3)$$

P_n : probabilité pour qu'un atome rencontre un site favorable dans le réseau.

v : fréquences de vibration des atomes

n : nombre d'atomes

ΔG^* : énergie d'activation des atomes pour sauter d'un site à un autre

ΔG : différence d'énergie entre les atome.

On peut mettre :

$p_1 = p_2 = p$ (l'atome déplacé ne trouve pas de difficulté pour trouvé un vacant)

$p_1 n_2 v_2 = p_2 n_1 v_1 = pnv$ (pour ΔG petit, ce qui est souvent le cas)

Donc le flux net peut s'écrire :

$$J_{\text{net}} = J_1 - J_2 = pnv \exp(-\Delta G^*/kT) [1 - \exp(-\Delta G/kT)] \quad (4)$$

De fait que $\Delta G \ll kT$:

$$J_{\text{net}} = pnv (\Delta G/kT) \exp(-\Delta G^*/kT) \quad (5)$$

II.2.2 - Vitesse de déplacement d'un joint de grains [10] :

La relation qui relie la vitesse de déplacement du joint (v) avec le flux d'échange (J_{net}) est la suivante :

$$J_{\text{net}} = v/V \quad (6)$$

Ou V : volume atomique

Donc, l'expression de la vitesse de déplacement d'un joint peut s'écrire sous la forme :

$$v = pnvV (\Delta G/kT) \exp(-\Delta G^*/kT) \quad (7)$$

Ou bien sous la forme :

$$v = pnvV^2 (\Delta G/VkT) \exp(-\Delta G^*/kT) \quad (8)$$

Posons :

$$M = (pnvV^2/kT) \exp(-\Delta G^*/kT) \quad (9)$$

M : facteur qui dépend de essentiellement de la température, appelé mobilité atomique

$$\Delta G/V = 2\gamma/r \quad (10)$$

$2\gamma/r$: facteur qui dépend de l'interface

γ : travail nécessaire pour créer une unité d'interface à température et pression constante.

Donc la vitesse de déplacement peut s'écrire comme suit :

$$v = (2M\gamma/r) \exp(-\Delta G^*/kT) \quad (11)$$

II.3 - Cinétique de grossissement des grains [10] :

Si \bar{D} représente le diamètre du grain moyen, le rayon de courbure moyen peut s'exprimer par $(\bar{D}/2)$. donc l'énergie motrice moyenne est proportionnelle à $4\gamma/\bar{D}$.

donc ce cas ,la vitesse moyenne de croissance des grains dans une structure donnée soumise à un traitement de recuit à celle de haute température aura ,en première approximation ,une forme similaire à celle de la vitesse de migration d'un joint (relation 8).on peut alors écrire que :

$$\frac{d\bar{D}}{dt} = \frac{\gamma}{\bar{D}} \cdot \alpha \cdot M \quad (12)$$

Où α est coefficient de proportionnalité.

Par intégration on trouve :

$$\frac{\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2}{2} = \int_0^t \gamma \cdot \alpha \cdot M dt \quad (13)$$

On déduit alors que :

$$\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2 = 2 \cdot \alpha \cdot \gamma \cdot M \cdot t \quad (14)$$

Pour simplifier, posons $\tilde{D} = \bar{D}^2 - \bar{D}_0^2$, avec $\tilde{D} \geq \bar{D}_0^2$. En maintenant constante la température de traitement, le phénomène de grossissement des grains n'évolue qu'en fonction du temps .on peut alors grouper les termes constants en un seul facteur K tel que $K = (2\gamma\alpha M)^{1/2}$.

On obtient alors une relation simple du paramètre moyen du grain :

$$\tilde{D} = K\sqrt{t} \quad (15)$$

Pour une température donnée, le facteur K est en effet constant. Cependant, lorsque la température croît, la mobilité du joint augmente, entraînant une augmentation sensible du facteur K .

En pratique, il a été vérifié expérimentalement que la croissance des grains dans un alliage Monophasé obéit à une loi similaire $\tilde{D} = K't^x$

Par contre, les mesures de l'exposant x sont toujours à 0,5, sauf dans le cas où le métal est très pur et la température relativement élevée. Auquel cas, l'exposant x devient proche de 0,5. Les raisons de cette différence proviennent du fait qu'en réalité la migration des joints de grains n'est pas une fonction linéaire de l'énergie motrice ΔG .

Notons ici que la relation précédente ne concerne que les grains dits normaux, car, occasionnellement, on assiste à la croissance d'un certain nombre limité de grains dits subnormaux au détriment des autres pour occuper un volume important de la matrice. Ce type de croissance des grains alentour est connu sous le nom de croissance discontinu, ou recristallisation secondaire, ou coalescence.

Chapitre 2 :

Partie expérimentale

PARTIE EXPERIMENTALE

1 - Identification du métal de base :

Le métal de base est un acier inoxydable austénitique du type 304 L selon la norme AISI et il est connu sous le nom Z 2 CN 18-10 selon la norme AFNOR.

1.1 - Analyse chimique:

Le tableau 9 illustre la composition chimique de cet acier indiqué par les normes NF A 35-574, 35-575 et 35-577.

élément	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
%	≤0.03	2.0	0.04	0.03	1.00	9.0-11.0	17-18	-

Tableau 9 : composition suivant les normes

Pour confirmer cette composition un échantillon a été analysé par spectrométrie de fluorescence des rayons X. les résultats de l'analyse sont donnés dans le tableau 10

Elément	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	Cu
%	0.034	1.61	0.023	0.007	0.44	9.8	18.30	0.03	0.08

Tableau 10 : composition suivant l'analyse

En comparant les deux compositions, les teneurs obtenues confirment ceux donnés par les normes

1.2-proprietés mécaniques de l'acier :

Type d'aciers	Limite d'élasticité Rp (Mpa)	Résistance à la rupture Rm (Mpa)	Allongement de rupture A (%)	Dureté Vickers (Hv)
304 L (Z2CN18-10)	248	530	50	160

Tableau 11 : propriétés mécaniques

2 - Prélèvement des éprouvettes :

A partir d'un tube de diamètre 50 mm et d'épaisseur de 4 mm, nous avons découpé des éprouvettes de dimensions $30 \times 30 \times 4$ mm³ destinées aux traitements thermiques.

Après le traitement thermique et à l'aide d'une micro-tronçonneuse, nous avons découpé à partir de chaque éprouvette un échantillon de dimensions $30 \times 3 \times 4$ mm³. Cet échantillon est par la suite observé métallographiquement avant d'être testé par dureté (fig 10)

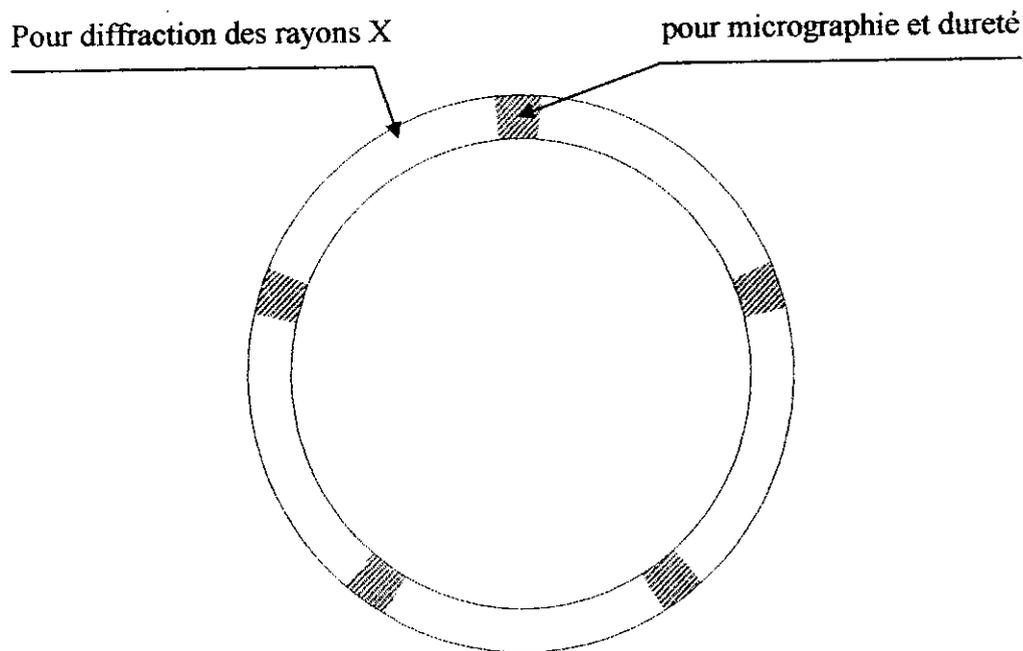


Fig 10 : schéma de découpe des éprouvettes à partir du tube

3 - Traitements thermiques :

Les traitements thermiques sont réalisés dans un four électrique à moufle qui atteint une température maximale de 1300°C. Les températures de traitements choisies dans notre cas sont : 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C.

Le traitement proprement dit consiste en un chauffage continu des éprouvettes jusqu'à la température de consigne définie auparavant.

Pour chaque température nous avons enfourné quatre éprouvettes puis nous avons réglé la température voulue et la vitesse de montée. Pour toutes les températures de traitements la vitesse de montée du four est fixée à 400°C/h.

Une fois la température maximale atteinte, nous avons réalisé quatre types de refroidissement :

- trempe à l'eau,
- Trempe à l'huile,
- Trempe à l'air,
- Refroidissement dans le four.

La couche d'oxyde formée a été éliminée par la suite par un décapage mécanique (polissage).

4 - Caractérisation structurale du matériau :

Elle comporte :

- la mesure de la dureté vickers.
- observation micrographique.
- mesure de la taille des grains par l'analyse d'image
- mesure de taux des phases par la diffraction des rayons X

4.1 - Essai de dureté :

La surface pour l'examen doit être poli afin d'assurer une bonne planéité de l'échantillon.

Pour avoir un travail qualitatif, nous avons réalisé cinq mesures d'empreintes afin de balayer toute la surface suivant l'axe de l'échantillon, comme le montre la figure 11.

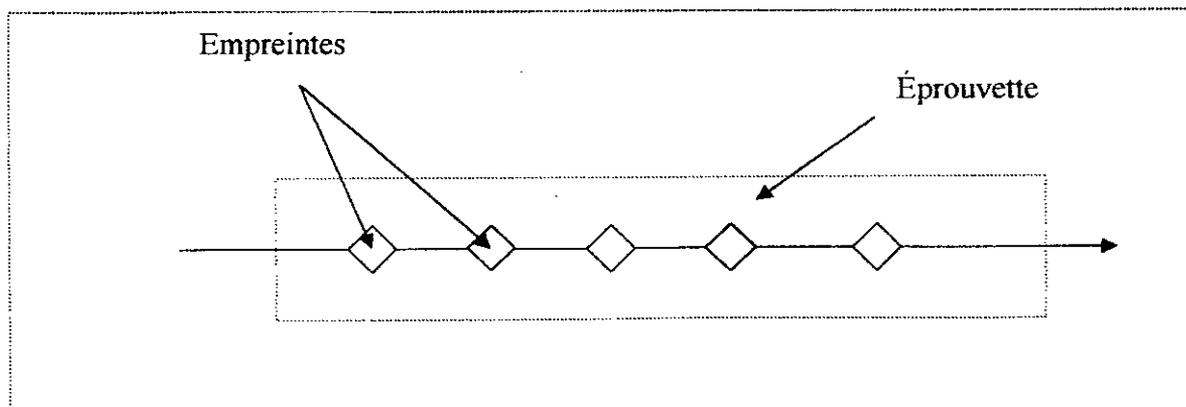


Fig 11 : schéma de principe de mesure de la dureté sur la longueur de l'échantillon

4.2 - Métallographie :

Le but de l'analyse est de caractériser la structure à l'issue de chaque traitement thermique appliqué à nos éprouvettes. A cet effet, l'échantillon doit être parfaitement poli et attaqué chimiquement

4.2.1 - Polissage des échantillons :

Les échantillons découpés préalablement ont une forme allongée 30x3x4 mm³. Avant le polissage, ils ont été enrobés afin de faciliter le polissage manuel.

Le polissage effectué est un polissage mécanique réalisé à l'aide des papiers abrasifs de granulométrie décroissante. Les papiers utilisés sont respectivement : 80, 240, 400, 600, 800, 1000 et 1200 et pour rendre la surface miroir nous avons utilisé des poudres d'alumines de taille 0,3 et 0,05 μ m sur un papier feutre.

4.2.2 - Attaque chimique :

C'est l'étape la plus délicate pour l'analyse structurale. L'optimisation de la solution d'attaque nous a pris beaucoup de temps.

A cause de leur haute résistance à la corrosion l'attaque chimique des aciers inoxydables est difficile à réaliser. Pour cela nous avons testé plusieurs réactifs à savoir :

- Eau régale : qui contient :
 - Eau
 - acide chlorhydrique (HCl)
 - acide nitrique (HNO₃)
- Réactif à base de méthanol : qui contient
 - 45ml acide chlorhydrique (HCl)
 - 15ml acide nitrique (HNO₃)
 - 20ml méthanol
- réactif de lorry : qui contient
 - 20ml acide chlorhydrique (HCl)
 - 10ml acide nitrique (HNO₃)
 - 20ml glycérique

Les tests ont porté sur la composition chimique et la durée de l'attaque chimique.

Les points que nous avons tirés après les différents essais d'attaque chimique sont :

- Le temps d'attaque des réactifs diminue lorsque la température maximale du traitement augmente
- Le temps d'attaque diminue au fur et mesure que la vitesse de refroidissement augmente

Après plusieurs essais nous avons opter pour la solution de l'eau régale. En effet, cette solution révèle la structure nettement mieux que les autres réactifs. Le temps d'attaque varie de 1mn 15s à 3mn.

4.2.3 - Observation des structures

Le microscope optique utilisé pour l'observation micrographique est équipé d'un appareil photo numérique de haute résolution qui est relié à un ordinateur.

Pour chaque échantillon nous avons pris dix images avec un grossissement de 200 et parfois 100 afin de réaliser un travail statistique de calcul de la taille des grains.

4.3 - Mesure de la taille moyenne des grains :

Le but de la mesure de la taille moyenne des grains c'est de voir l'évolution des grains austénitiques suivant les différentes températures de traitement thermique et suivant leurs mode de refroidissement. Nous avons utilisé la méthode d'analyse d'image, à l'aide d'un programme qui fonctionne sous « MATLAB ».

Les images sont introduites dans le programme qui va exécuter plusieurs instructions en commençant par l'élimination des taches non souhaitable due à l'attaque chimique et finissant par le calcul de la taille moyenne des grains.

Les différentes instructions à exécuter sont :

- élimination des taches non souhaitables dues a l'attaque chimique.
- affiner les joints de grains.
- calculer le nombre de grains.
- colorer les objets (grains) suivant leurs tailles.
- calcule la taille moyenne des grains.

Les mesures obtenues à l'aide de ce programme sont fiables lorsque la structure granulaire est bien précise. La présence des macles sur certains échantillons fausse en quelque sort les mesures. A cet effet les échantillons ayant une structure grossière et maculée sont évolués par comparaison.

5-Caractérisation par diffraction des rayons X [11,12] :

En radiocristallographie, la technique de caractérisation des métaux par diffraction des rayons X a évolué très rapidement en favorisant leur résultats qui sont plus au moins précises par rapport aux autres techniques classiques de caractérisation et de leurs nombreuses applications y compris la mesure de la taille des grains, la détermination de la structure cristalline, la mesure de taux des phases existantes dans un polycristal ect...

Pour notre travail nous avons utilisé la technique de diffraction des rayons X pour les mesures de taux de la phase delta (δ) dans l'acier 304L.

5.1-principe de la technique :

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde λ) tombe sur un matériau métallique, une partie du faisceau est diffractée par le cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde.

La différence de marche entre deux ondes réémises par deux plans réticulaires consécutifs est donnée par :

$$AB+BC = 2 MB \sin \theta \quad (16)$$

$$\text{Avec : } MB = d_{hkl}$$

d_{hkl} distance entre deux plans réticulaires consécutifs .

Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté (voir figure12). Cette condition de diffraction est illustrée sur la figure 12 et connue sous le nom de loi de Bragg qui s'exprime sous la forme :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (17)$$

Avec d distance entre deux plans réticulaires consécutifs,

θ : Angle des rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire,

n : nombre entier appelé ordre de la réflexion.

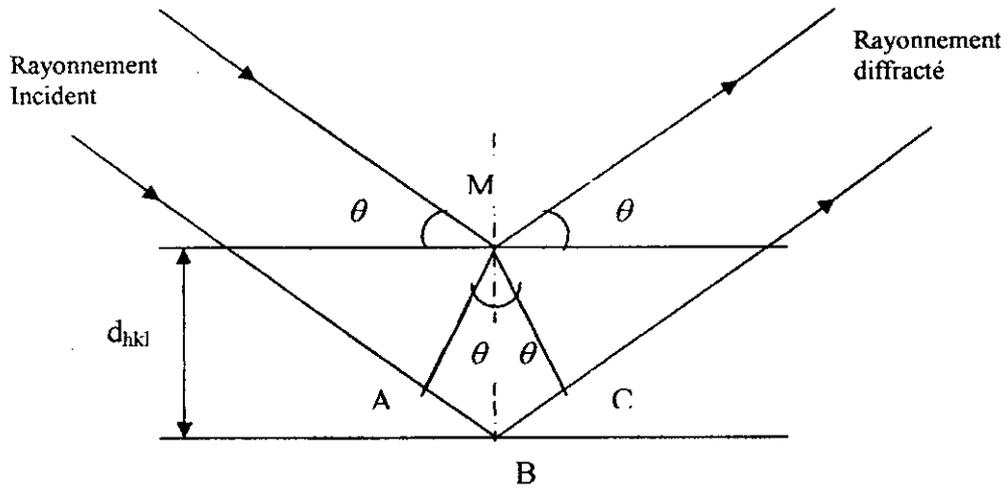


Fig 12: principe de la loi de Bragg

Cette loi montre que, pour un matériau donné et un faisceau de rayons X monochromatiques, il n'y aura diffraction des rayons X que pour des angles d'incidence θ bien déterminés. Ces angles sont en relation avec les distances entre les plans réticulaires produisant les réflexions.

5-2-Dépouillement des diffractogrammes :

5.2.1 - identification des pics :

La première phase de dépouillement des diffractogrammes c'est l'identification des plans réticulaires (hkl) ayant donné lieu au réflexions observées en commençant par l'extraction des angles auxquelles les pics apparaissent et à partir de la loi de Bragg ($2d \sin \theta = n \cdot \lambda$) on calcul la distance entre les plans réticulaires.

En connaissant la structure de notre acier $\gamma(\text{cfc}) + \delta(\text{cc})$ la distance d_{hkl} s'écrit comme suit :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{18}$$

a : paramètre de la maille

Une fois les distances d_{hkl} des raies ont été calculées on passe au calcul des

rapport $\frac{d_1^2}{d_0^2}$:

- Dans le cas d'un système cubique centré, les seules réflexions possibles sont celles pour lesquelles la somme $h+k+l$ est paire ; la succession des raies est du centre vers l'extérieur : 110-220-211.....
- dans le cas du système cubique a faces centrées, les réflexions possibles sont celles pour lesquelles hkl sont tous de même parité; la succession des raies est donc 111-200-220

5.2.2- Calcul des intensités des pics (aire des pics) :

Pour pouvoir calculer les intégrales des intensités des pics, il faut que la courbe passe par un nombre de point assez suffisant afin de minimiser l'erreur dans le calcul des intégrales, pour cela nous avons fait une digitalisation des courbes a l'aide d'un logiciel.

Le calcul des intégrales a été réalisé a l'aide de la formule de SIMPSON [13]:

$$I = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{i=n} (I_n + I_{n+1}) \cdot ((2\theta)_{n+1} - (2\theta)_n) \quad (19)$$

θ : angle de Bragg

I : intensité des pics.

5.2.3 - Calcul de la fraction volumique de la ferrite δ :

Pour un échantillon polycristallin, l'intensité I des rayons x diffractés par l'une des phases est proportionnelle au volume V_x irradié par le faisceau de rayons incidents

$$I_x = A(\theta_{hkl}) V_x \quad (20)$$

$A(\theta_{hkl})$: est une fonction de l'angle de Bragg θ et de la structure cristallographique de la phase x :

$$A(\theta_{hkl}) = \frac{k}{V^2} p^p \cdot L \cdot m \cdot |F_{hkl}|^2 K \cdot \exp(-2M) \quad (21)$$

Avec :

K : constante

P : facteur de polarisation.

L : facteur de LORENZ

$$P.L = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta)\cos(\theta)} \quad (22)$$

K : facteur d'absorption.

M : facteur de température

m : facteur de multiplicité,

V : volume de la maille,

$V = a_x^3$ (a_x : paramètre de la maille de la phase x),

$|F_{hkl}|^2 = 16f^2$ Pour la phase austénitique γ

$|F_{hkl}|^2 = 4f^2$ Pour la phase ferritique δ

Donc pour la phase γ on a :

$$I_\gamma = A_\gamma \cdot v_\gamma \quad (23)$$

Et pour la phase delta on a :

$$I_\delta = A_\delta \cdot v_\delta \quad (24)$$

v_γ, v_δ : sont respectivement les fractions volumiques de la phase austénitique γ et la phase ferritique δ

I_γ, I_δ : sont respectivement les intensités intégrées des pics de la phase γ et la phase δ

On peut écrire :

$$\frac{I_\delta}{I_\gamma} = \frac{A_\delta \cdot v_\delta}{A_\gamma \cdot v_\gamma} \quad (25)$$

D'où

$$\frac{\nu_{\delta}}{\nu_{\gamma}} = \frac{A_{\gamma} \cdot I_{\delta}}{A_{\delta} \cdot I_{\gamma}} \quad (26)$$

$$\text{Avec : } \nu_{\gamma} + \nu_{\delta} = 1 \quad (27)$$

$$\text{Ou bien : } \nu_{\gamma} = 1 - \nu_{\delta} \quad (28)$$

En remplaçant 28 dans 27 on trouve

$$\nu_{\delta} = \frac{\frac{I_{\delta} \cdot A_{\gamma}}{I_{\gamma} \cdot A_{\delta}}}{1 + \frac{I_{\delta} \cdot A_{\gamma}}{I_{\gamma} \cdot A_{\delta}}} \quad (29)$$

On peut aussi écrire :

$$\nu_{\delta} = \frac{1}{1 + \frac{I_{\gamma} \cdot A_{\delta}}{I_{\delta} \cdot A_{\gamma}}} \quad (30)$$

5.3-Séparation des pics cohérents :

Pour tout les échantillons qui ont subis l'analyse par diffraction des rayons X ; les deux premiers pics les plus intenses correspondant au phase γ et δ sont en chevauchement, pour faciliter le travail et pour que le calcul des intégrales des pics devient aisé, les pics ont été déconvolués et nous avons pris en considération les hypothèses suivantes :

- Les deux pics ont l'allure d'une fonction gaussienne.
- les pic de la phase delta n'a pas une grande influence sur l'intensité de la phase gamma (voir figure13).

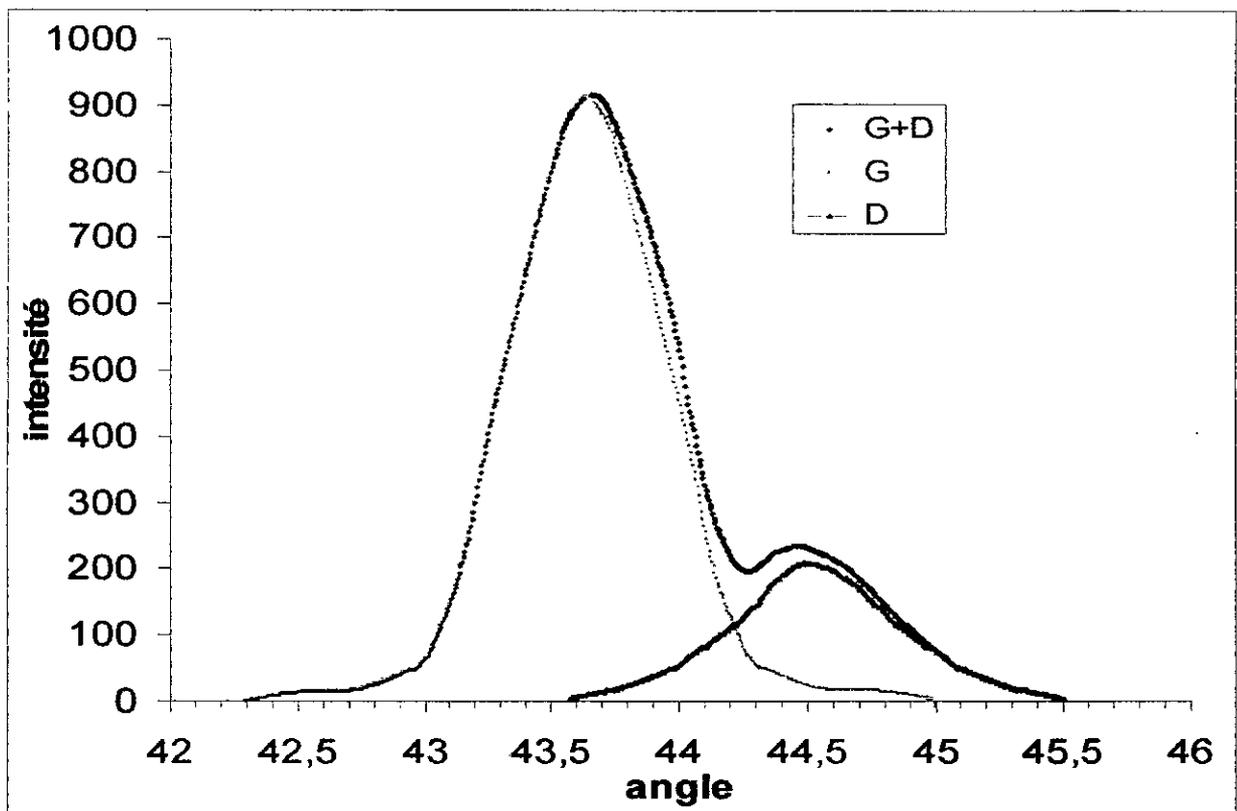


Fig 13 : séparation des pics γ/δ pour le métal non traité.

G : gamma D : delta

L'analyse par diffraction des rayons X a été réalisée au niveau du CDTA (centre de développement des technologies avancées) à l'aide d'un diffractomètre avec un rayonnement monochromatique de cuivre ($K_{\alpha} = 1.5405 \text{ \AA}$) et un balayage des éprouvettes de 2° à 90° .

Le calcul taux de ferrite a été évalué à partir des deux premiers pics en l'occurrence, le pic (111) de l'austénite et le pic (110) de la ferrite.

Chapitre 3 :

Interprétation des résultats

INTERPRETATION DES RESULTATS

1 – Evolution de la taille des grains:

1.1 – Description de la structure :

L'observation des micrographies de l'ensemble des éprouvettes nous permet de constater :

Un grossissement des grains qui apparaît au fur et à mesure que la température de traitement augmente, mais ce grossissement n'est observé que pour les températures 1100°C et 1200°C, ainsi qu'une présence remarquable des macles se manifeste. Par contre les micrographies observées pour les températures 900°C et 1000°C ne montrent pas ce phénomène et elles ressemblent à celle du métal non traité. De plus et pour toutes les températures de traitement nous pouvons constater qu'on ne peut pas détecter des changements appréciables apportés aux micrographies lorsque la vitesse de refroidissement change (voir ci-dessous).

Mn : métal non traité

E : refroidissement à l'eau

H : refroidissement à l'huile

A : refroidissement à l'air

F : refroidissement dans le four

METAL NON TRAITE:



Fig 14: Mn-X200

TRAITEMENT THERMIQUE à 900°C:

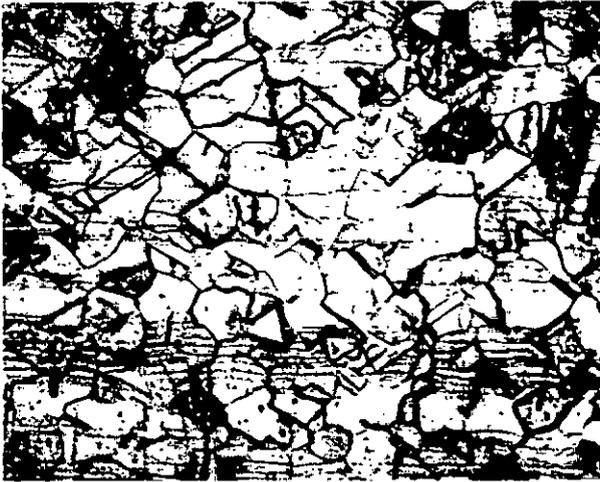


Fig 15: E900°C-x200

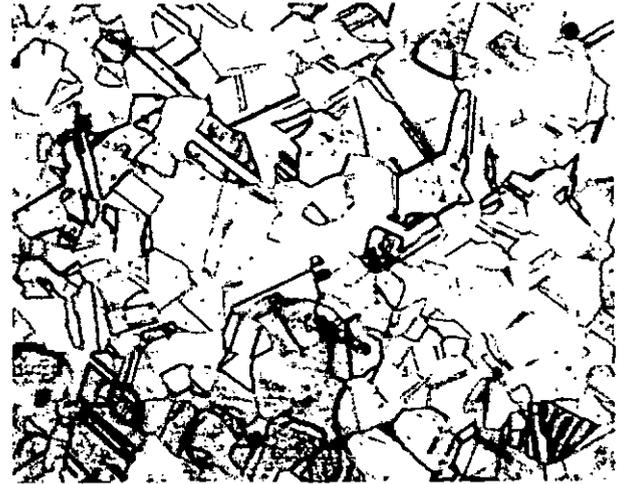


Fig 16: H900°C-x200



Fig 17: A900°C-x200

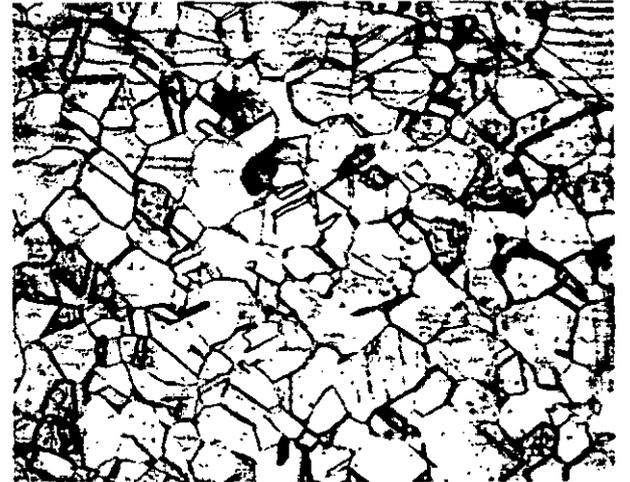


Fig 18: F900°C-x200

TRAITEMENT THERMIQUE à 1000°C



Fig 19: E1000°C-x200



Fig 20: H1000°C-x200

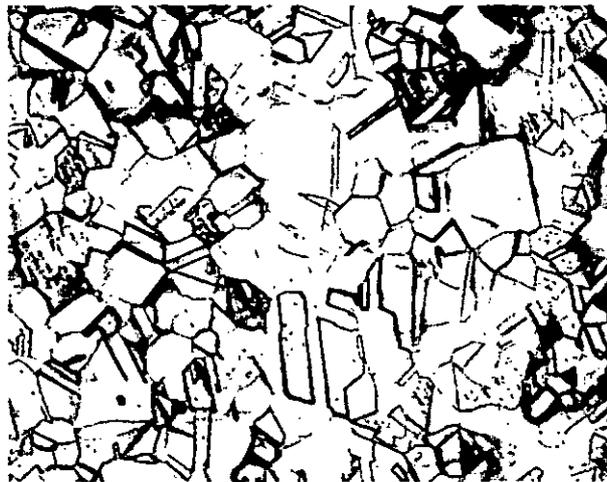


Fig 21: A1000°C-x200



Fig 22 :F1000°C-x200

TRAITEMENT THERMIQUE à 1100°C :

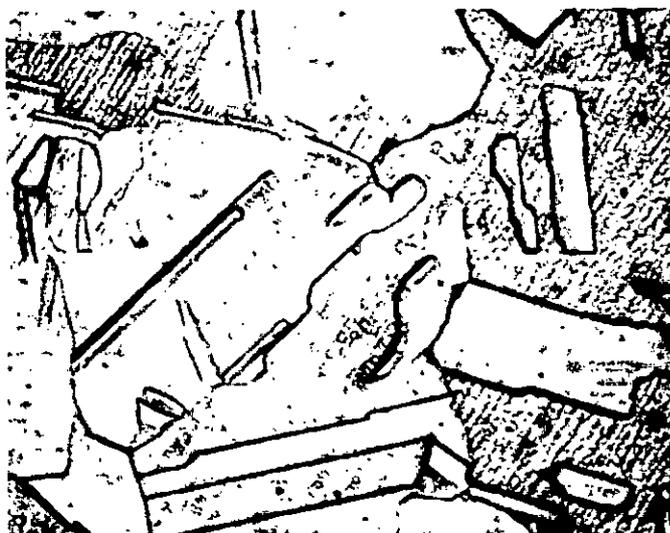


Fig 23:E1100°C-x200

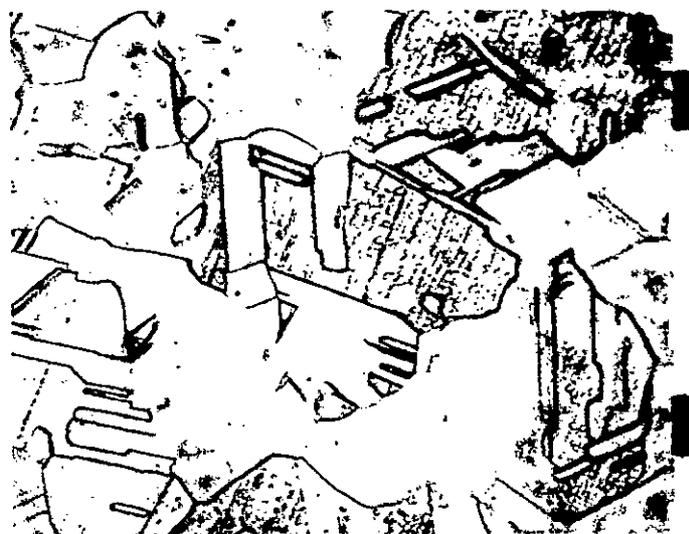


Fig 24 :H1100-x200



Fig 25:A1100°C-200

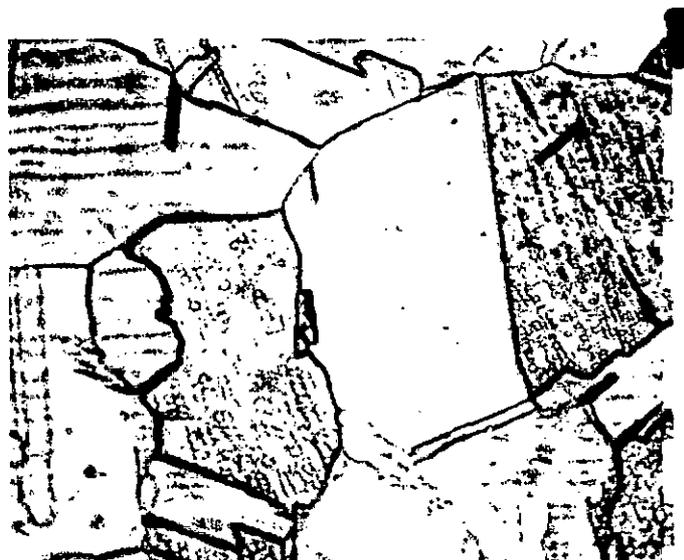


Fig 26:F1100°C-x200

TRAITEMENT THERMIQUE à 1200°C:



Fig 27: E1200°C-x200

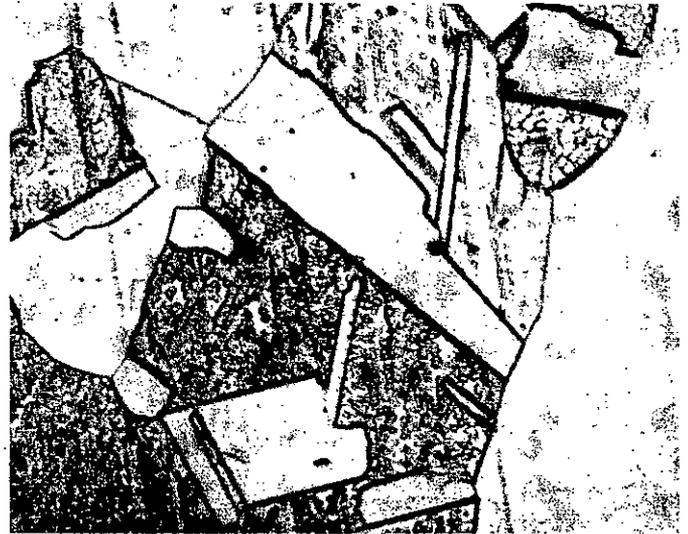


Fig 28: 1200°C-x200

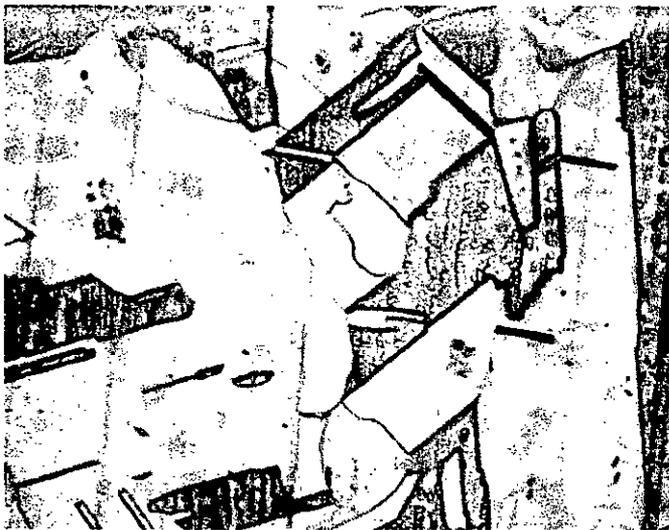


Fig 29: A1200°C-x200

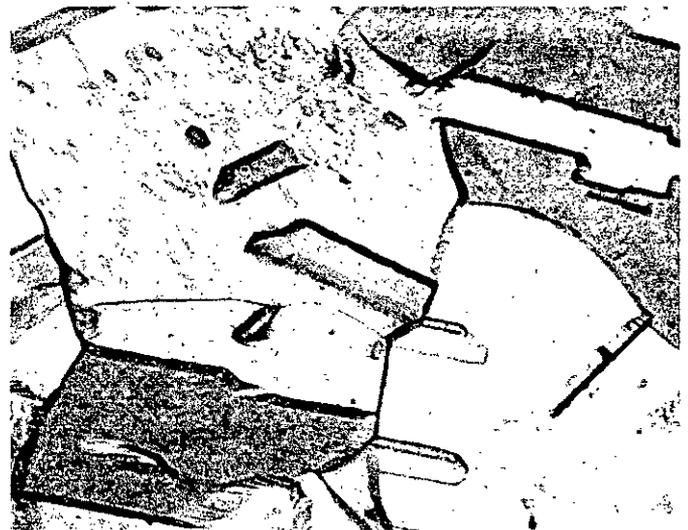


Fig 30: F1200°C-x200

1.2 - Mesure de la taille moyenne des grains :

La taille moyenne des grains a été calculer par analyse d'image a l'aide d'un programme qui fonctionne sous ' MATLAB' pour le métal non traité et les éprouvettes qui ont subis un chauffage continu jusqu'à 900°C et 1000°C, et par comparaison pour celles qui ont été chauffées jusqu'à 1100°C et 1200°C a cause de leurs structures grossières et la présence remarquable des macles.

Les résultats obtenus son illustrés dans le tableau (12).

Mode de refroidissement	Taille moyenne des grains (μm)				
	Métal non traité	Température maximale de traitement ($^{\circ}\text{C}$)			
		900	1000	1100	1200
-	25.32	-	-	-	-
A l'Eau (E)	-	25.39	25.21	130	200
A l'Huile (H)	-	25.11	29.31	130	200
A l'Air (A)	-	25	28.21	130	200
Dans le Four	-	26.7	26.98	130	200

Tableau 12 : évolution de la taille moyenne des grains

Ces résultats confirment l'observation micrographique, ainsi que la fig.31 montre que l'acier austénitique 304L conserve la taille moyenne des grains correspond au métal non traité même s'il a subi un chauffage continu jusqu'à des températures de 900°C et 1000°C, quelque soit la vitesse de refroidissement .par contre la taille des grains augmente rapidement lorsque l'acier subi un chauffage continu jusqu'à 1100°C et 1200°C.

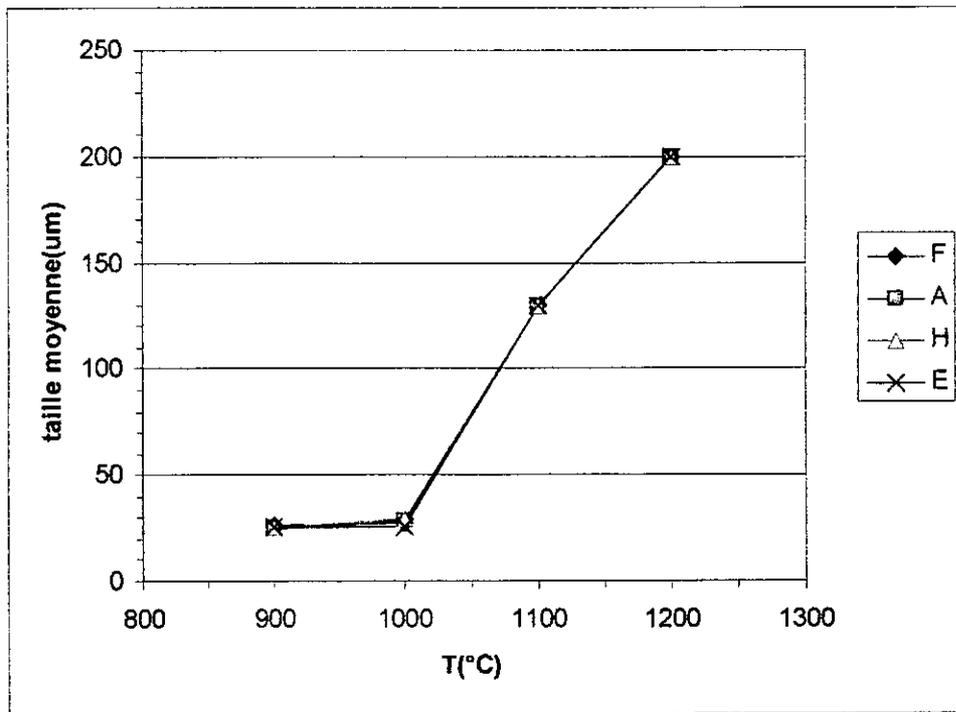


Fig 31 : évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la température

Ce grossissement se traduit essentiellement par le mouvement des joints d'interface γ/γ qui ont une énergie d'interface relativement élevée.

Sous l'action de la température, ces joints peuvent se déplacer en favorisant le grossissement de certains grains ainsi que la disparition des grains de petites tailles.

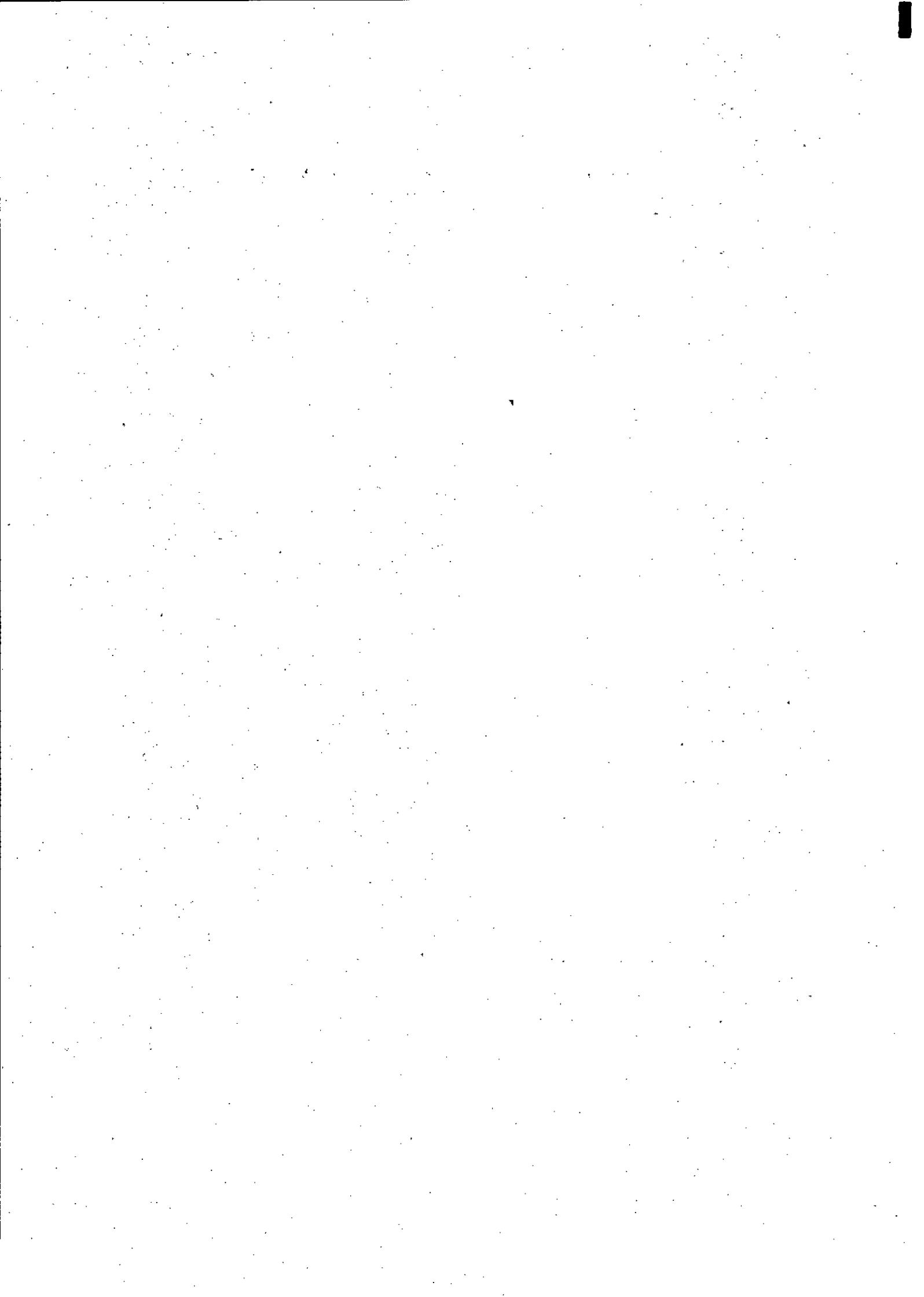
A cause de leur faible énergie, les macles n'interviennent pas dans le processus de grossissement des grains et elles persistent quelque soit la température de traitement

2 - Evolution de la dureté Vickers :

Avec l'application d'une charge de 10 kg F, nous avons obtenu les duretés présentées dans le tableau.13

Mode de refroidissement	Dureté (Hv)				
	Métal non traité	Température maximale de traitement (°C)			
		900	1000	1100	1200
-	147.8	-	-	-	-
A l'Eau (E)	-	152	147	133.33	136.6
A l'Huile (H)	-	142.5	150.2	127.8	127.6
A l'Air (A)	-	148.6	147	125.2	126.25
Dans le Four	-	143.75	152	124.6	124.2

Tableau 13: évolution de la dureté Vickers



Le graphe ci-dessous nous permet d'observer l'évaluation de la dureté suivant les températures de traitements

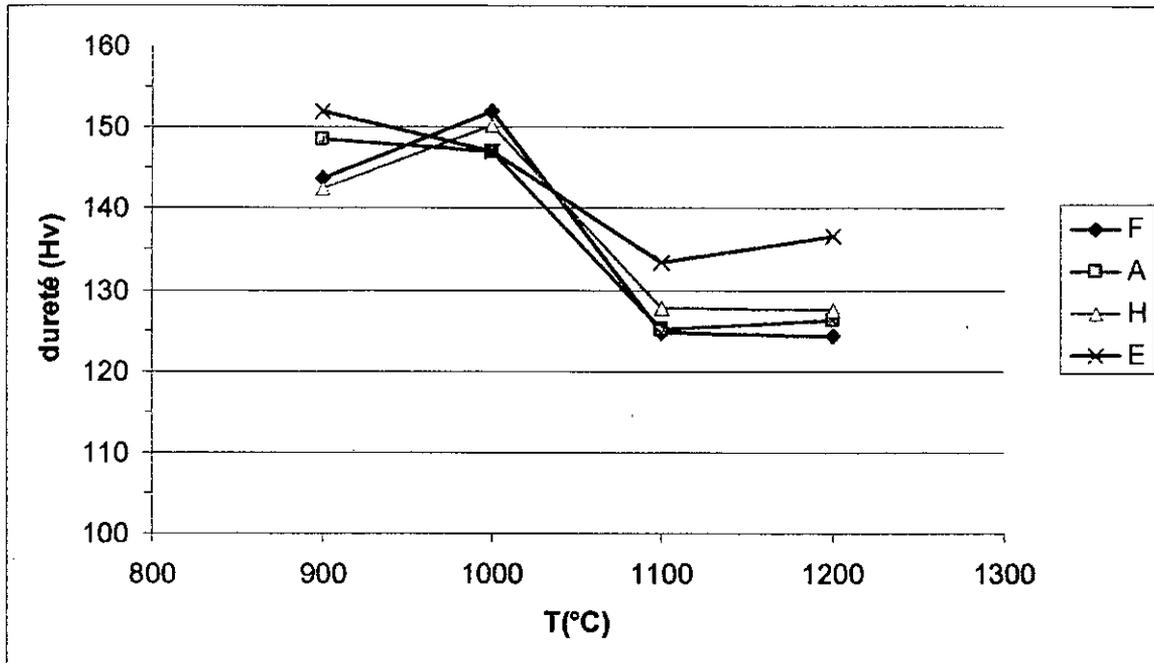


Fig 32 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la température

A partir de cette courbe nous constatons :

- une stabilité de dureté qui persiste pour les températures de 900°C et 1000°C
- une légère diminution de dureté c'est produite pour les températures 1100°C et 1200°C .
- une légère diminution de l'ordre de 8 à 10 HV est observée pour les températures 1100°C et 1200°C lorsque la vitesse de refroidissement devient plus faible.

Les résultats de dureté confirment ceux obtenus pour les mesures de la taille des grains. Dans ce contexte, le grossissement des grains observé aux température 1100°C et 1200°C traduit par la diminution de la densité des joints (d'où diminution des défauts dans la matrice) entraîne un abaissement de dureté de l'ordre de 20 à 25 HV.

Notons aussi que malgré l'acier a été refroidi différemment, il reste toujours ductile, cela peut confirmer l'une des caractéristiques des aciers austénitiques. En effet, ces aciers ne durcissent pas par trempe quelque soit la vitesse de refroidissement mais ils durcissent par écrouissage.

3 - Evolution de taux de ferrite (δ)

L'analyse de l'évolution de taux de ferrite est réalisée par diffraction des rayons X. Les teneurs obtenues sont présentées dans le tableau 14.

Mode de refroidissement	Taux de ferrite δ (%)				
	Métal non traité	Température maximale de traitement (°C)			
		900	1000	1100	1200
-	13.0593	-	-	-	-
A l'Eau (E)	-	17.3473	9.8470	17.2681	19.4719
A l'Huile (H)	-	16.5938		20.1563	22.1764
A l'Air (A)	-	15.6494	8.0757	17.3555	18.8976
Dans le Four	-	16.9567	8.8763	18.5644	18.4755

Tableau 14 : évolution de taux de ferrite δ

La fig.33 montre bien que le taux de ferrite évolue d'une quantité appréciable en fonction de la température maximale de traitement.

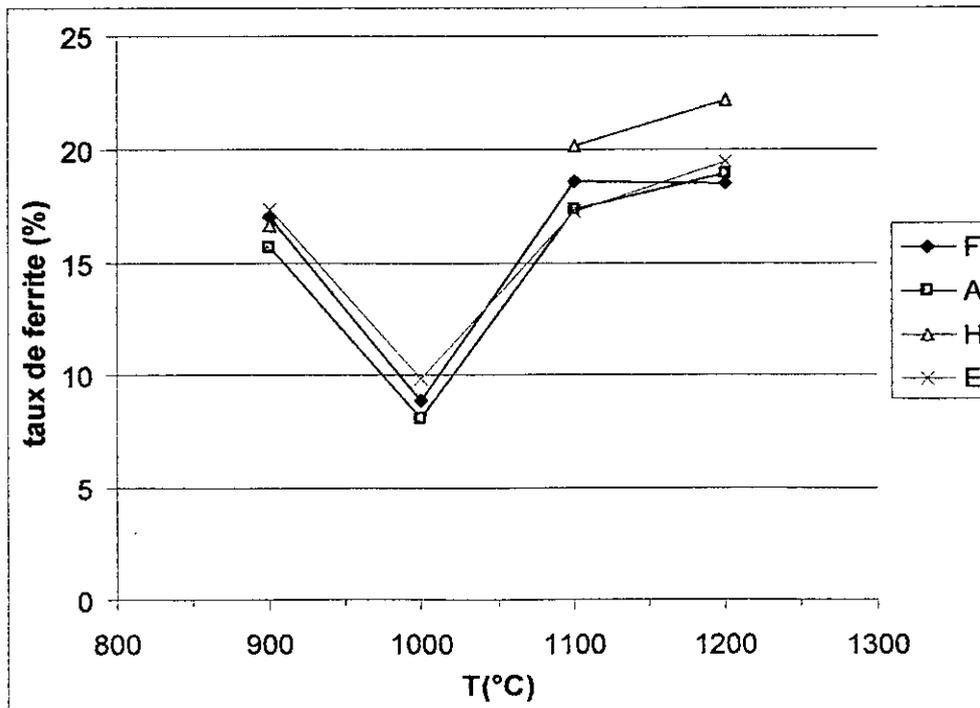


Fig 33: évolution de taux de ferrite en fonction de la température

-pour un chauffage continu jusqu'à 900°C : il reste proche de taux mesuré pour le métal non traité.

-pour un chauffage continu jusqu'à 1000°C : un abaissement important s'est produit. Ceci peut s'expliquer par la dissolution partielle de la ferrite delta dans la matrice.

-pour un chauffage continu jusqu'à 1100°C et 1200°C : le taux de ferrite augmente une deuxième fois .dans le cas de notre acier la température de 1200°C est proche de la ligne de solubilité correspondant au domaine biphasé ($\gamma + \delta$) (fig 34). De ce fait, on observe une augmentation considérable de taux de ferrite (fig.33)

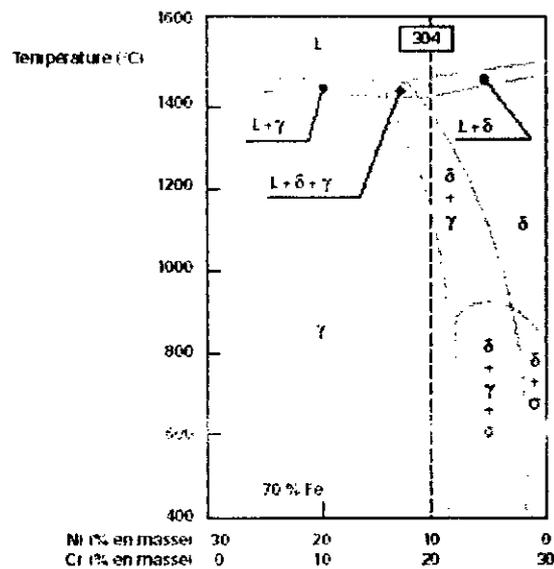


Fig 34 : coupe du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni à 70 % Fer

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Dans ce projet de fin d'étude, on s'est intéressé aux études des caractéristiques structurales (micrographie, transformation de phases) et mécanique (dureté) pour un acier inoxydable austénitique 304L.

Cette étude nous a permis d'éclaircir et mettre en évidence les transformations structurales de l'acier en question à l'issue de traitements de chauffage et de refroidissement donnés

Les conséquences que nous pouvons tirer de cette étude peuvent se résumer comme suit :

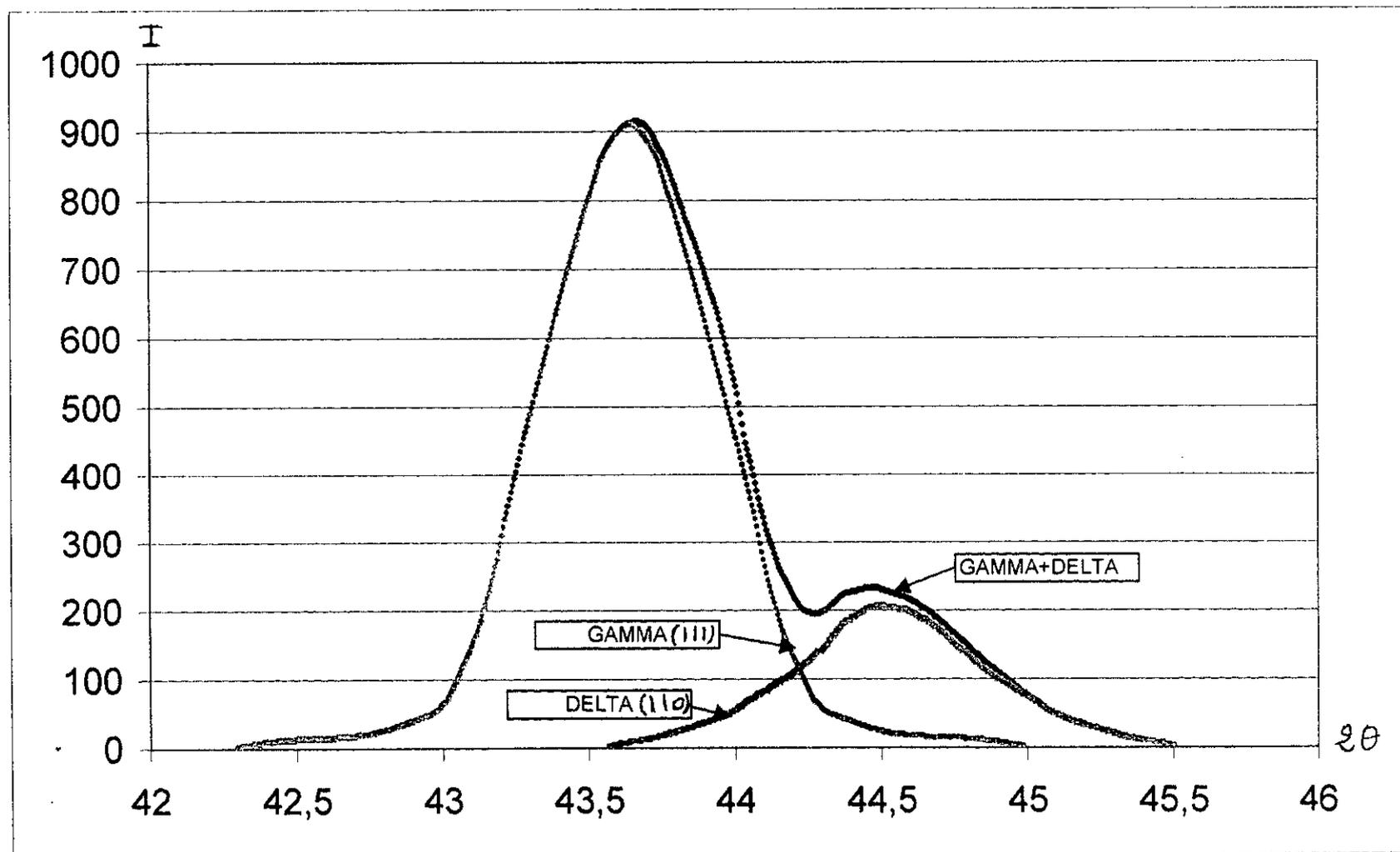
- la durée d'attaque chimique pour cet acier diminue au fur et à mesure que la température de traitement augmente et lorsque la vitesse de refroidissement devient rapide.
- la taille des grains évolue à condition que la température maximale de chauffage dépasse la température de traitement d'hypertrempe.
- le grossissement des grains a une conséquence directe sur la dureté de l'acier.
- quelque soit la vitesse de refroidissement, l'acier 304L reste ductile, cela confirme que l'acier inoxydable austénitique ne durcit pas par trempe mais il durcit par écrouissage.
- l'évolution de taux de ferrite est marquée lorsque la température de traitement s'approche de plus en plus du domaine biphasé ($\gamma + \delta$), cela nous permet de dire que l'évolution de taux de ferrite pouvait provenir d'une transformation : $\gamma \rightarrow \gamma + \delta$
- l'application des différents modes de refroidissement ne nous a pas permis de déceler l'action de la vitesse de refroidissement sur l'évolution de taux de ferrite.

Il est souhaitable de vérifier les mesures de taux de ferrite en utilisant d'autres techniques telles que : l'analyse d'image ainsi que par un procédé basé sur la susceptibilité magnétique.

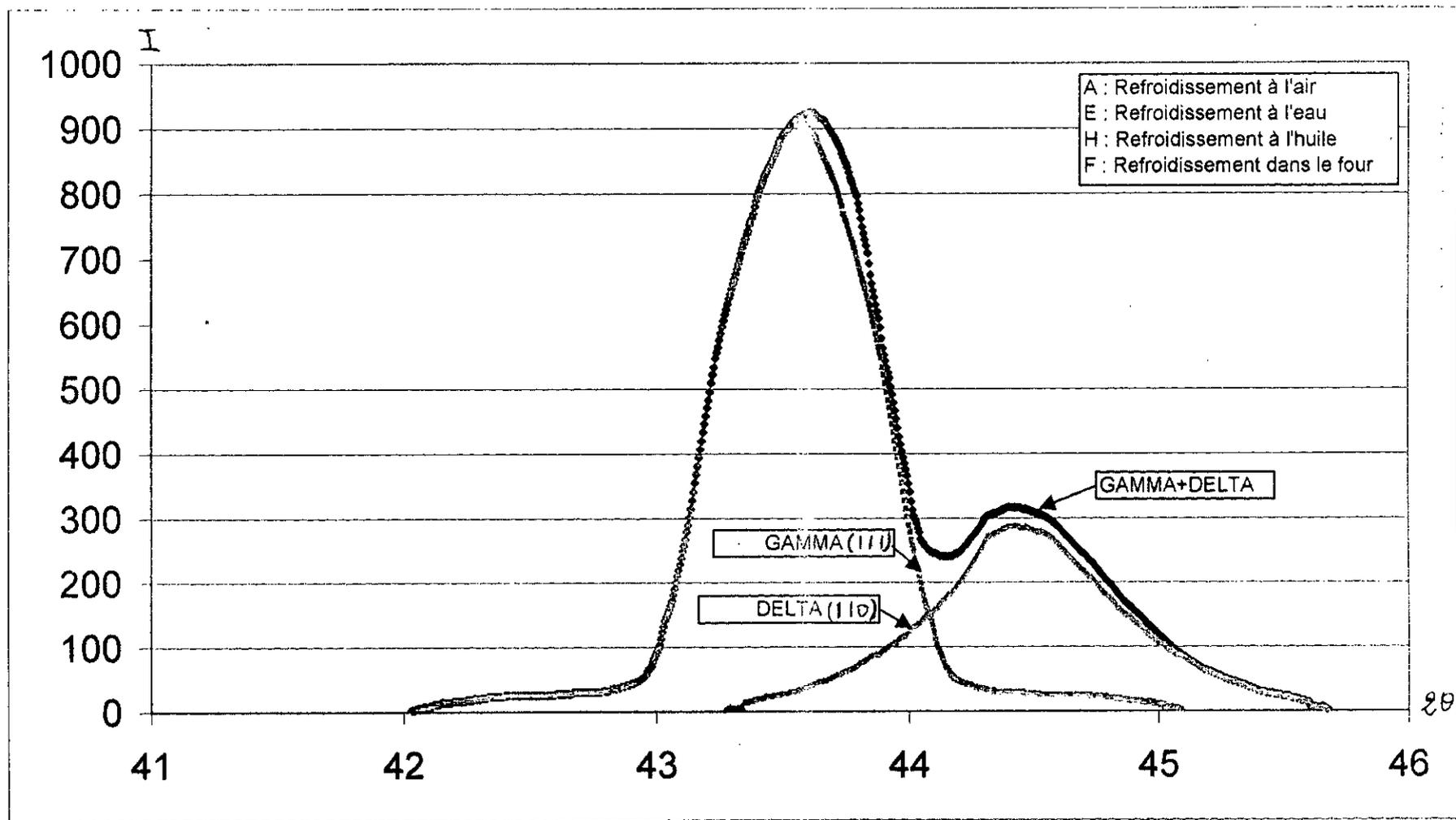
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] P. LACOMBE, G. BERANGER, 'structures et diagrammes d'équilibre des diverses nuances des aciers inoxydables. Conséquences sur les traitements thermiques', édition de physique, les Ulis, 1990.
- [2] PUBLICATIONS CETIM, 'choix et mise en œuvre des aciers inoxydables', volume.1, 1996.
- [3] techniques d'ingénieur, traité matériaux métalliques, M 320.
- [4] J.C. BAVAY, 'les aciers inoxydables austénitiques', dans les aciers inoxydables, édition de physique, les Ulis, 1990.
- [5] C. CHAUSSIN, G. HILLY. 'Métallurgie : alliages métalliques', tome 1, 10^{ème} édition, 1976.
- [6] J. BARALIS, 'précis de métallurgie', 5^{ème} édition, NATHAN, 1990.
- [7] I. BENTOURQUI, L. DEMERDJI, 'caractérisation métallographique et ultrasonore d'une soudure d'aciers inoxydables austénitiques (304L, 316Ti)', PFE, université de Blida, joins 2001.
- [8] techniques d'ingénieur, traité matériaux métalliques, M4.
- [9] techniques d'ingénieur, traité matériaux métalliques, M1.
- [10] M. BOUABDELLA, 'microstructures et interfaces dans les systèmes métalliques', cours de PG, ENP El-harrach.
- [11] J.P. EBERHART, 'méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides', doin éditeurs, paris, 1976.
- [12] techniques d'ingénieur, traité matériaux métalliques, M100.
- [13] K. RAHOUMA, 'influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé', Magister, ENP, Génie métallurgie, novembre 2002.

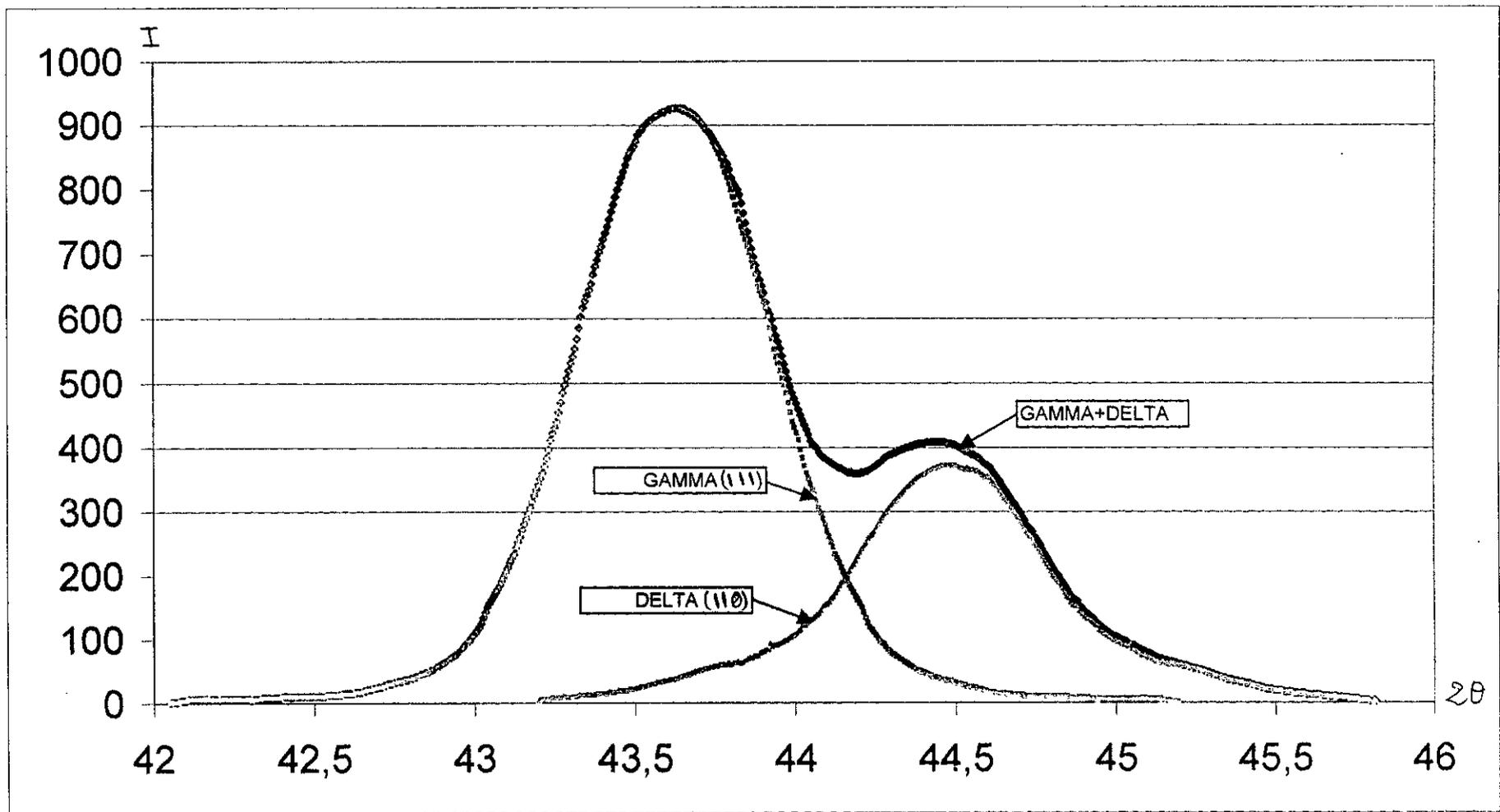
ANNEXES



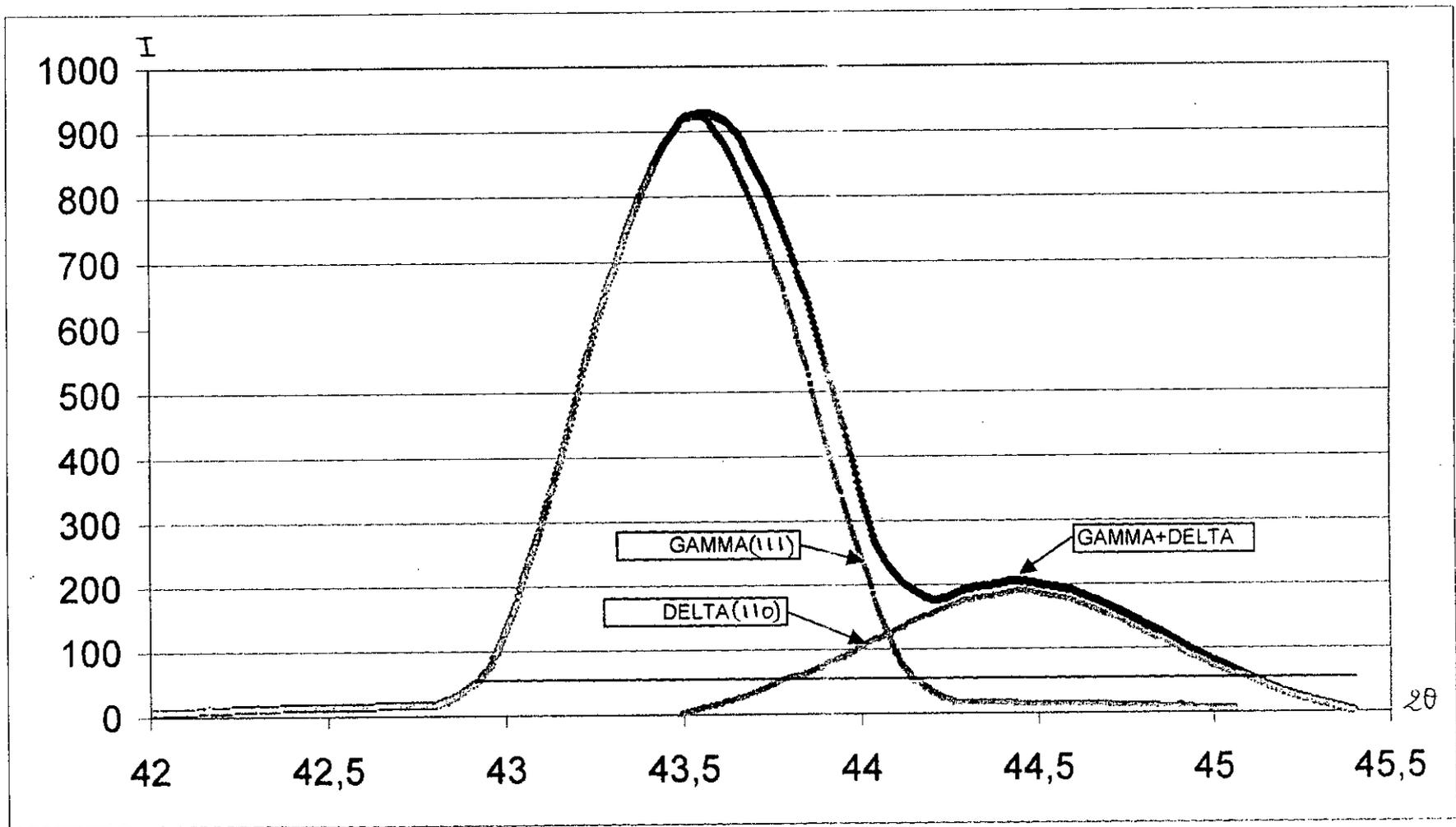
Séparation des pics GAMMA/DELTA : métal non traité



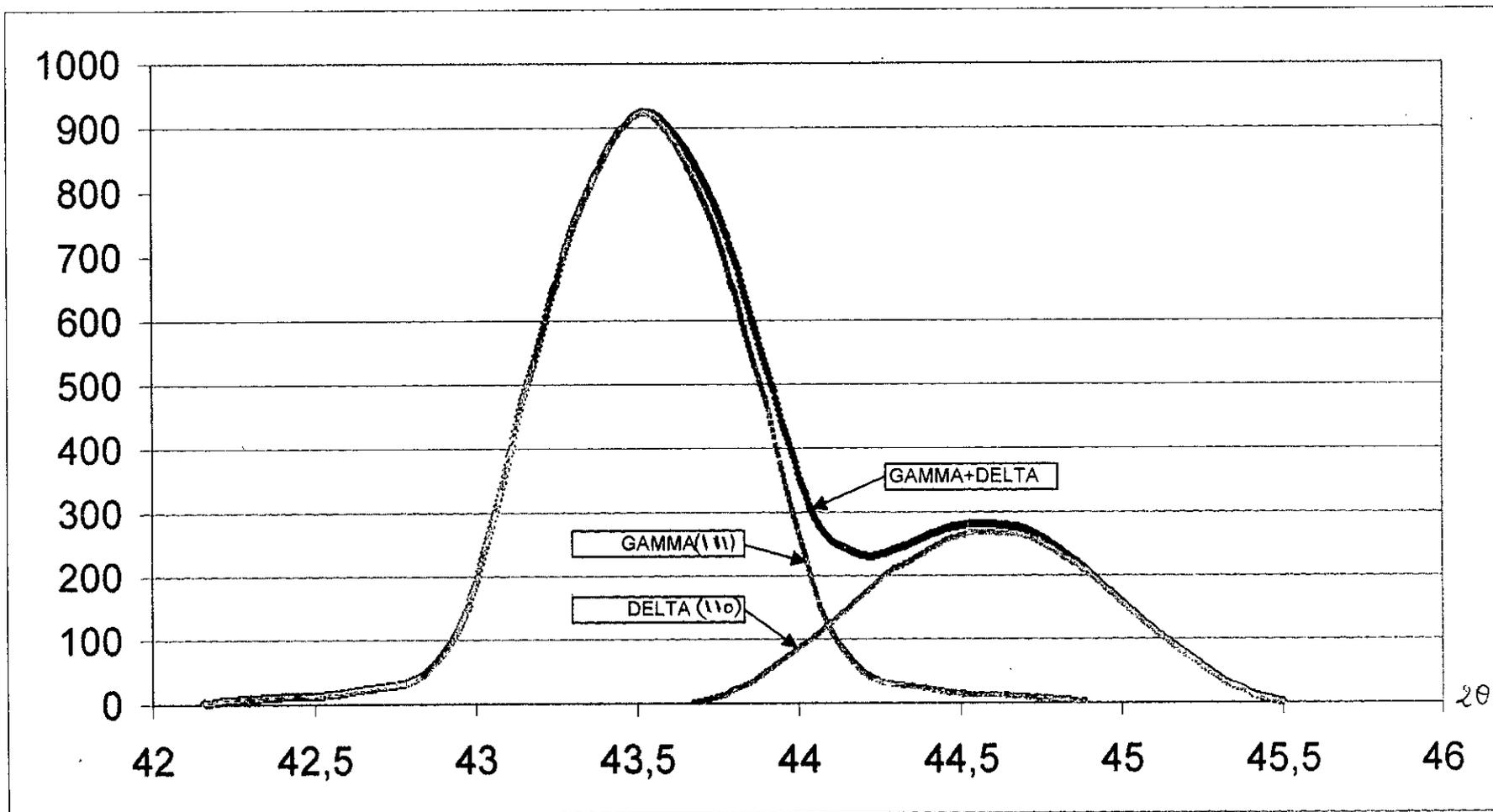
Séparation des pics GAMMA/DELTA : A900°C



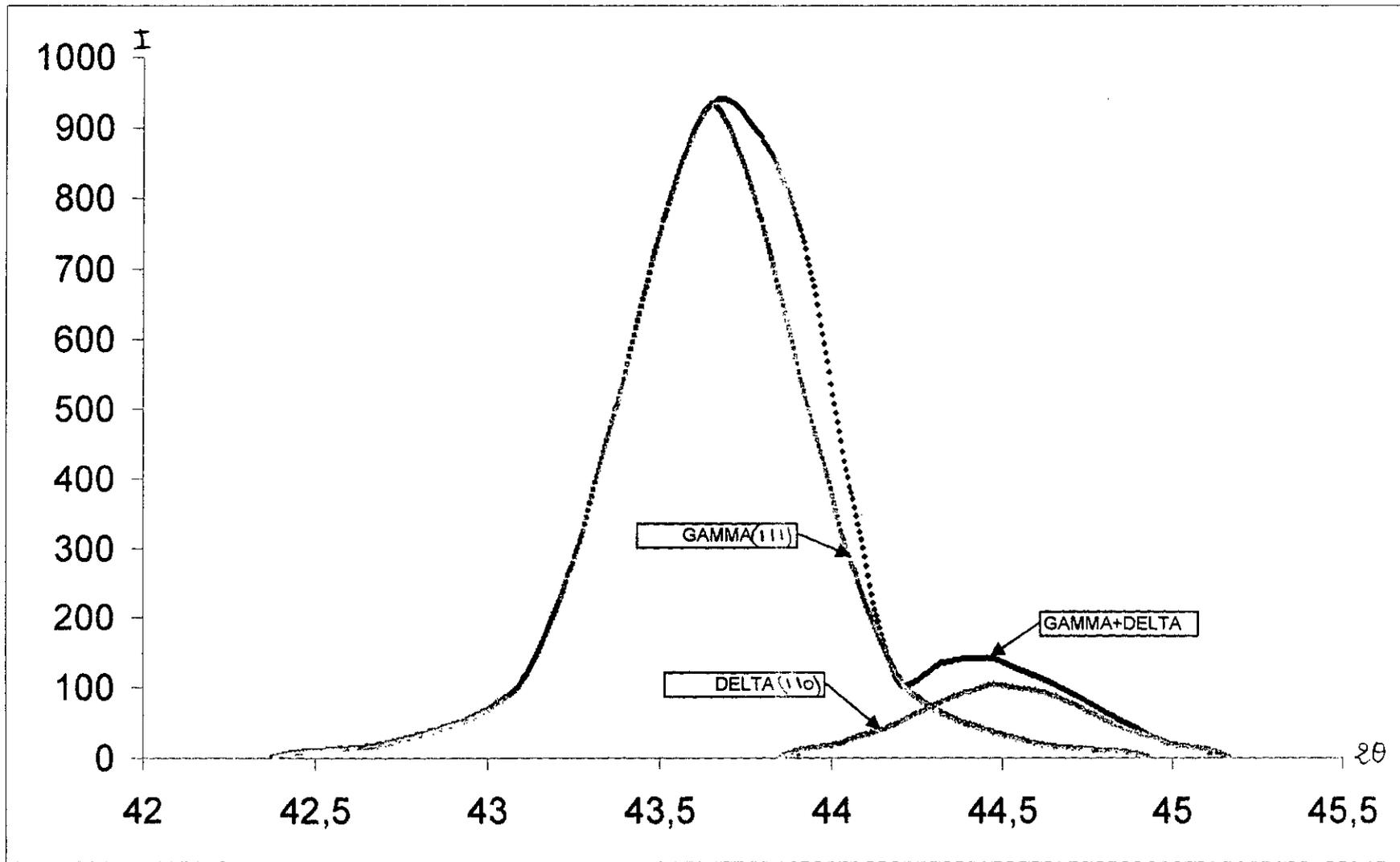
Séparation des pics GAMMA/DELTA : F900°C



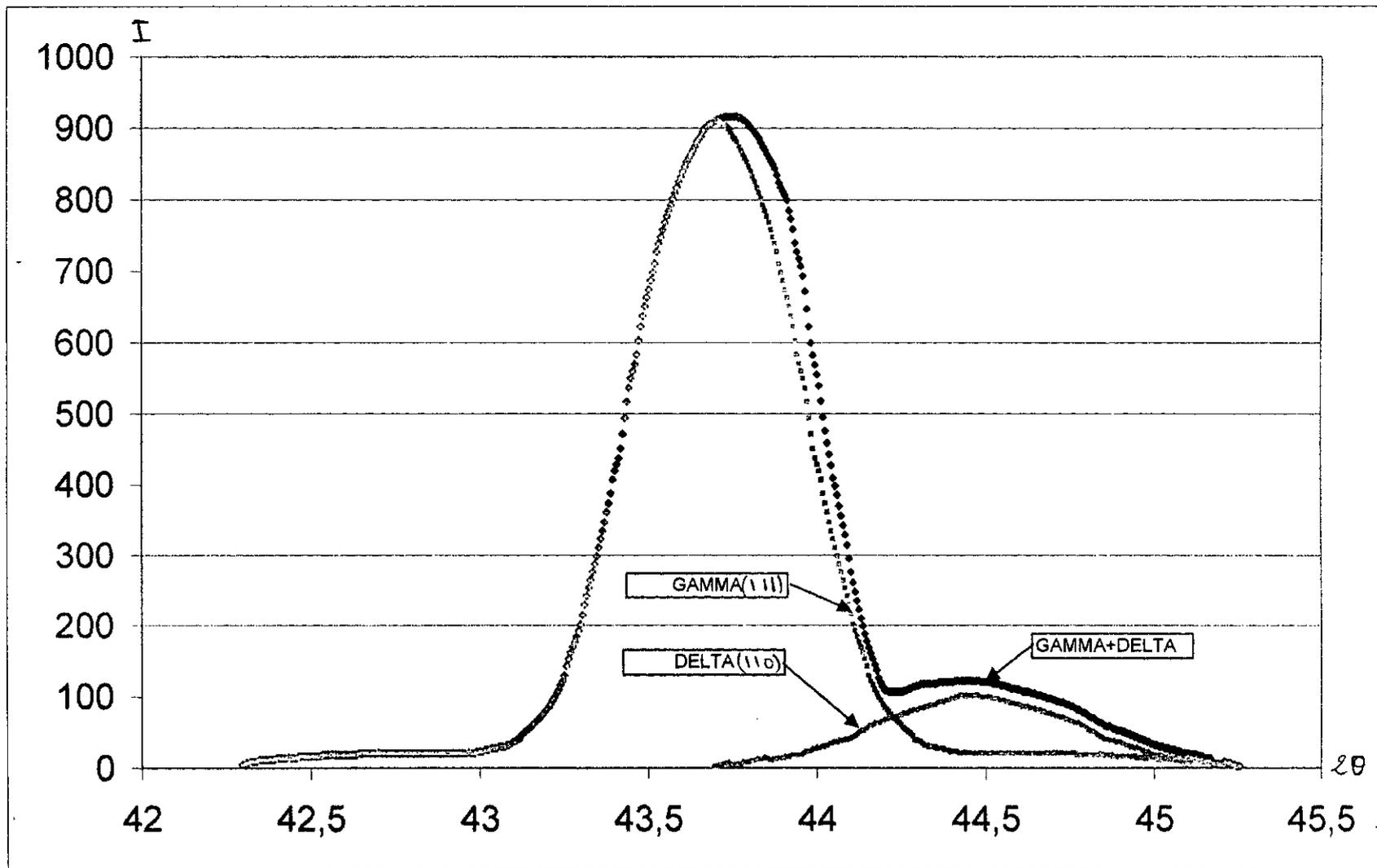
Séparation des pics GAMMA/DELTA : H900°C



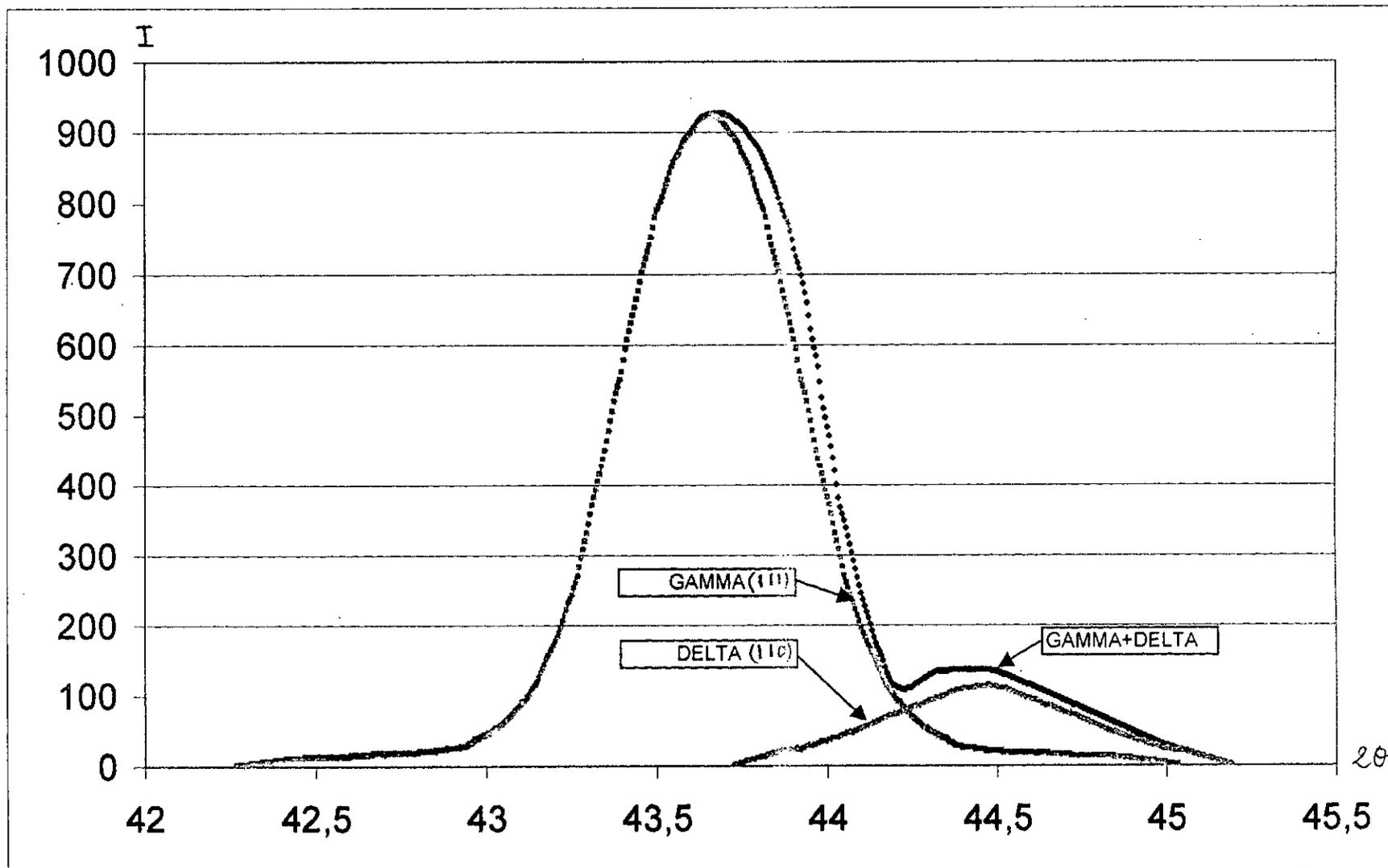
Séparation des pics GAMMA/DELTA : E900°C



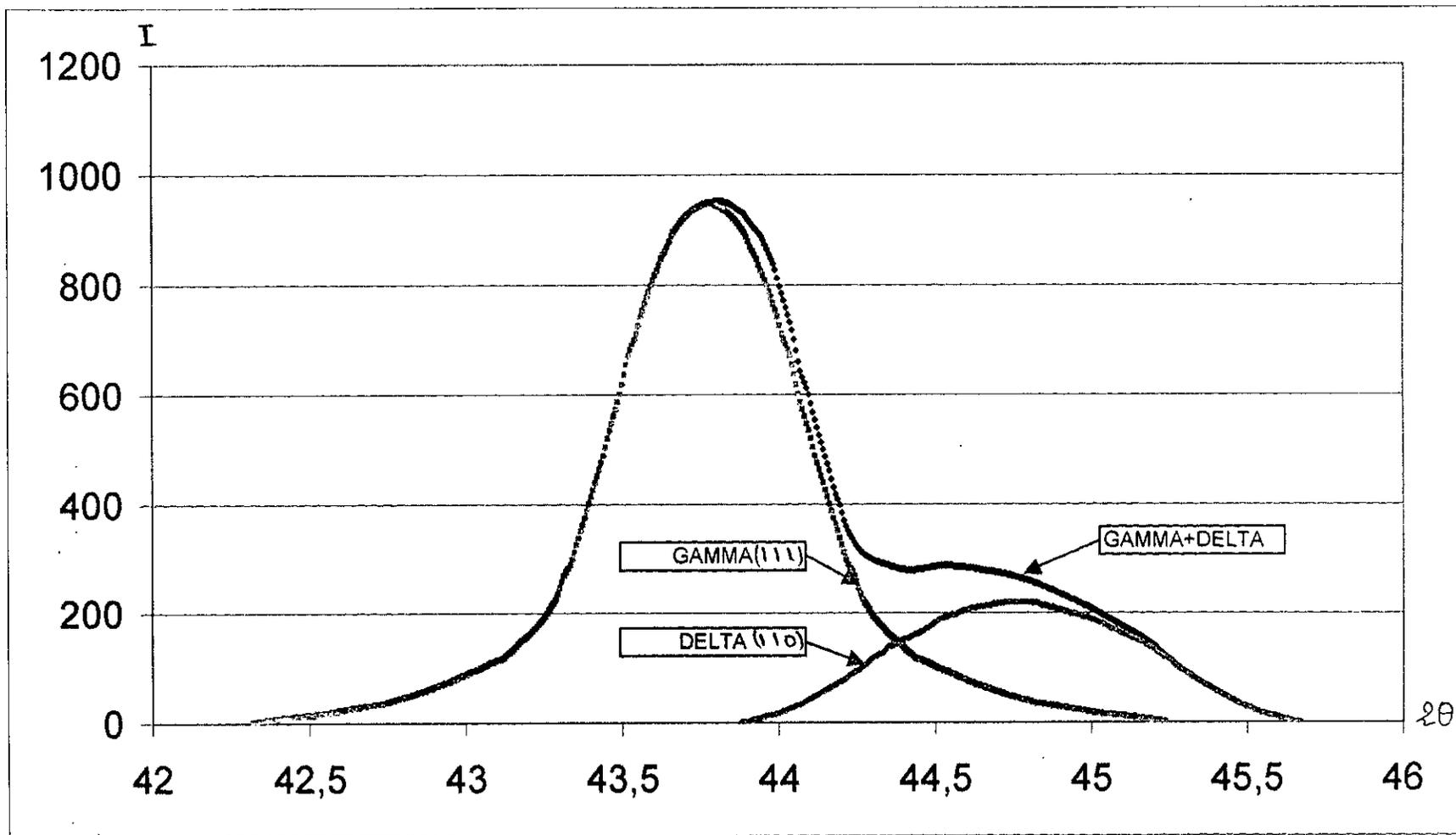
Séparation des pics GAMMA/DELTA : A1000



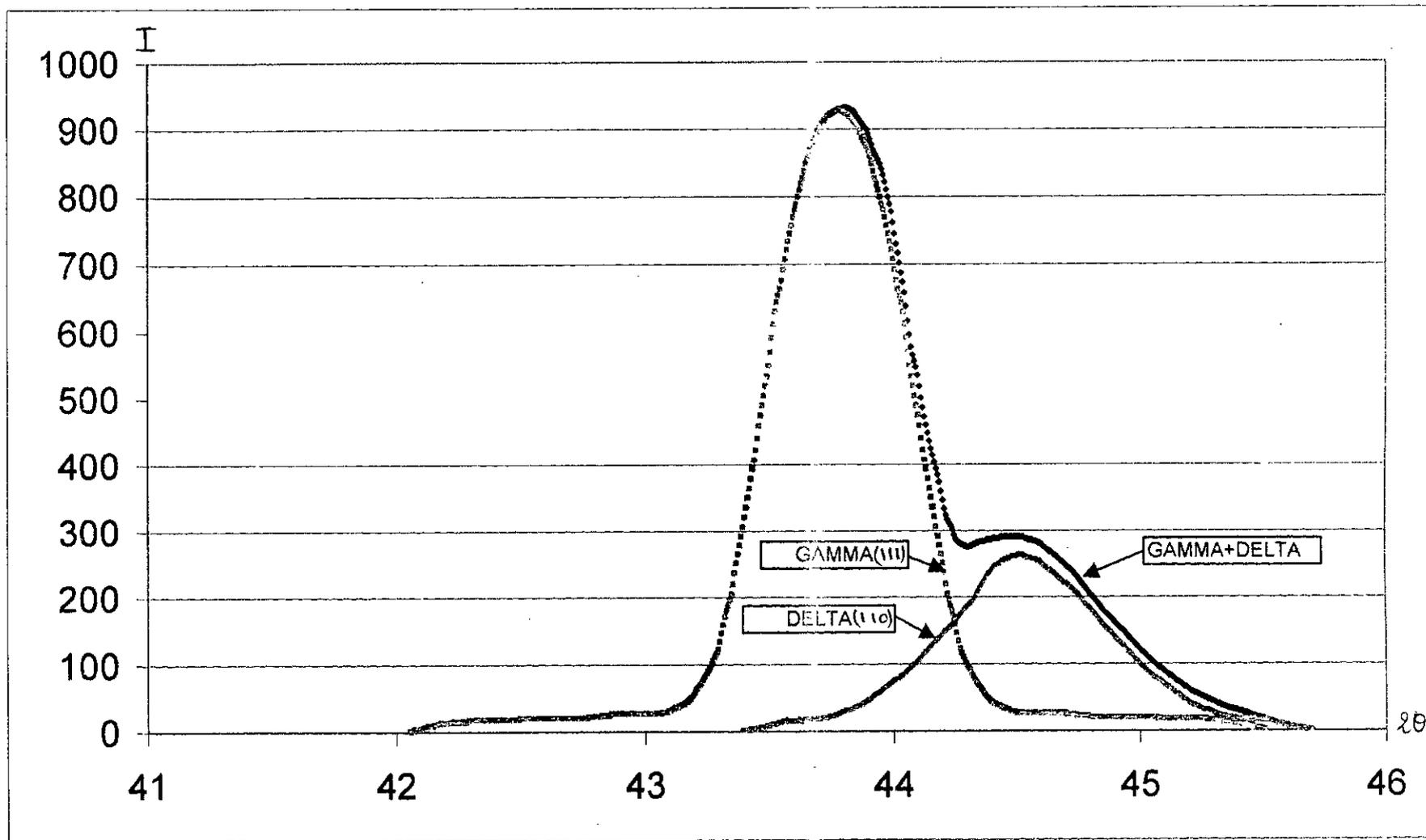
Séparation des pics GAMMA/DELTA : F1000°C



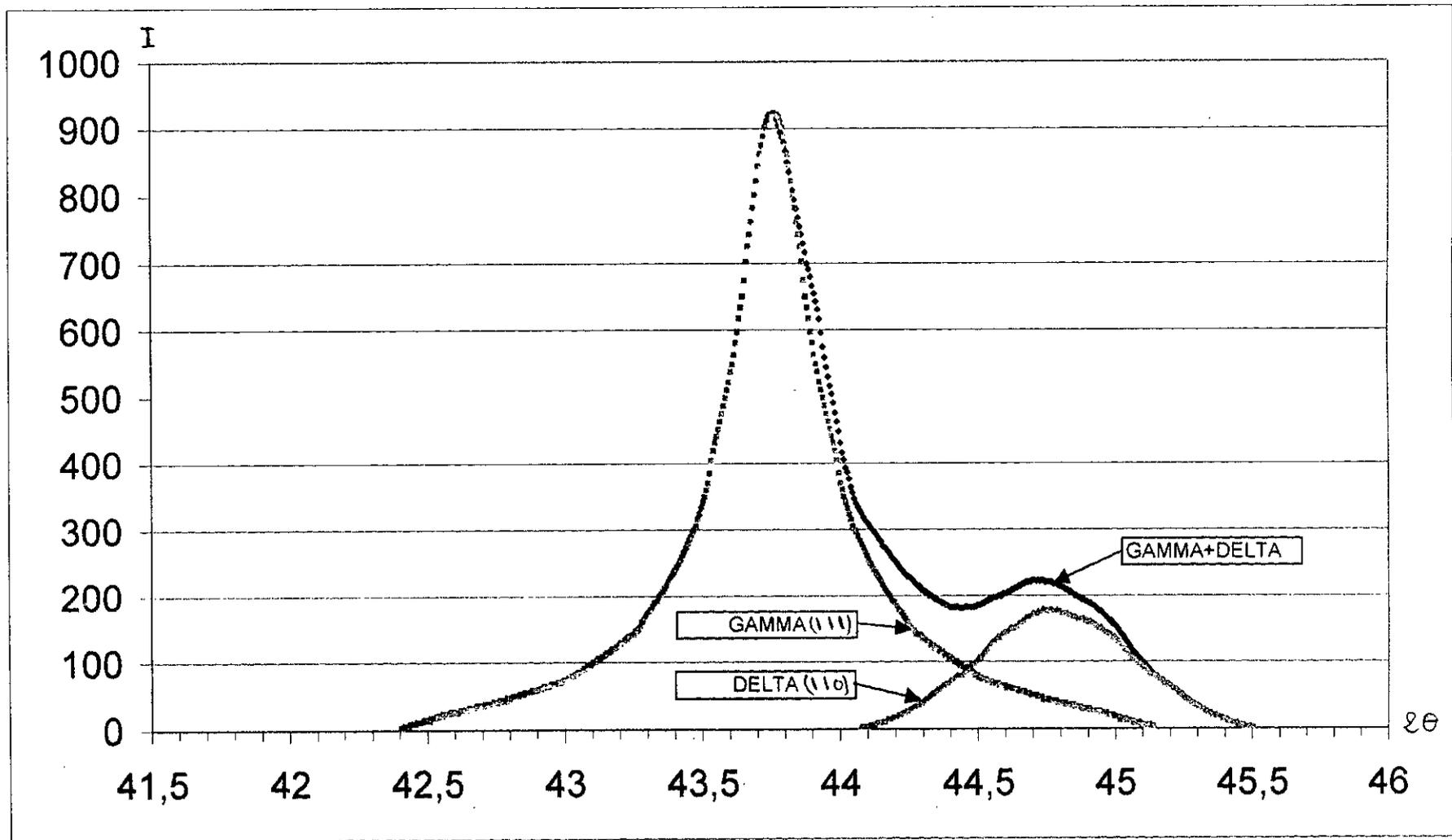
Séparation des pics GAMMA/DELTA : E1000°C



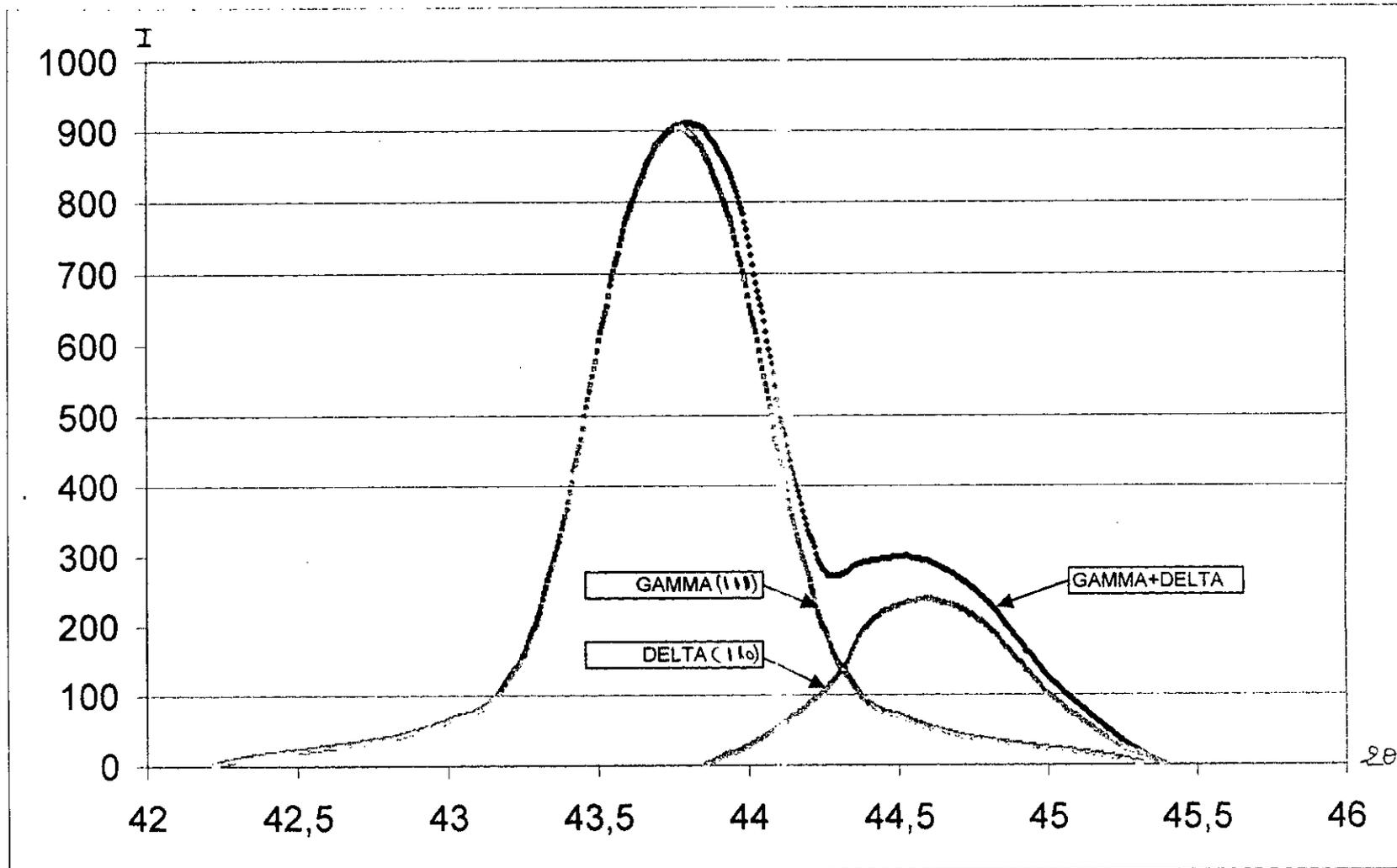
Séparation des pics GAMMA/DELTA : A1100°C



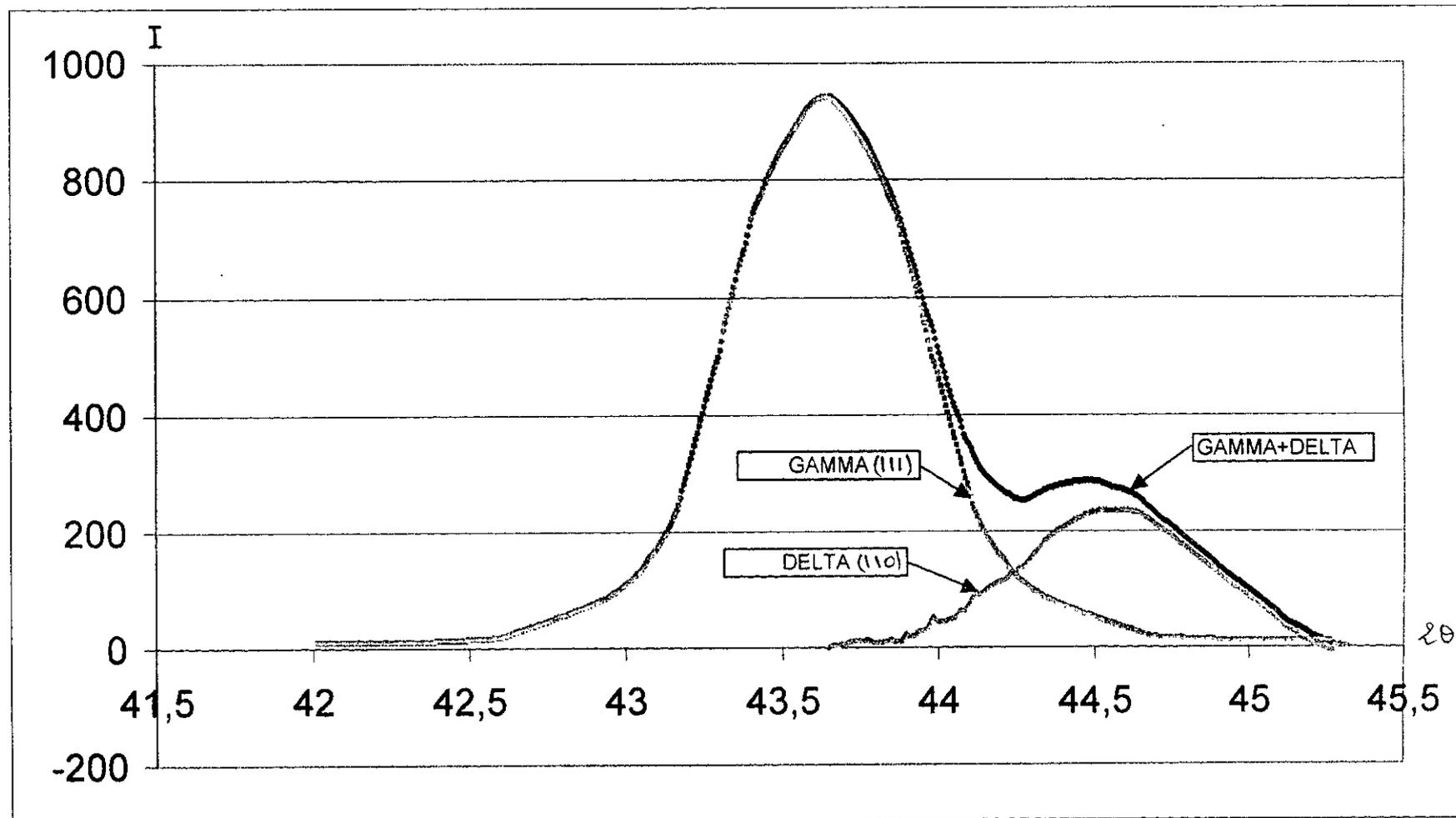
Séparation des pics GAMMA/DELTA : F1100°C



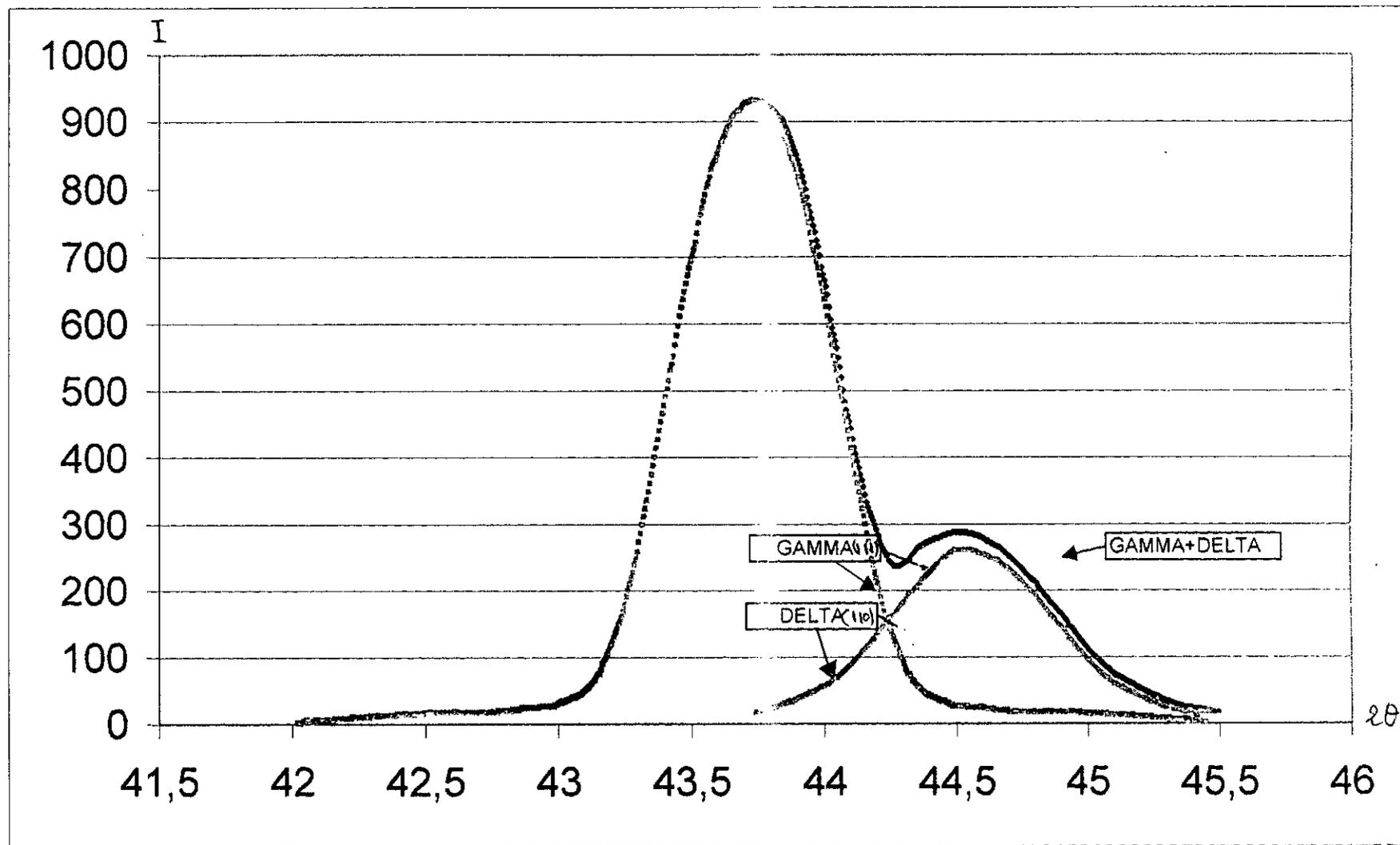
Séparation des pics GAMMA/DELTA : E1100°C



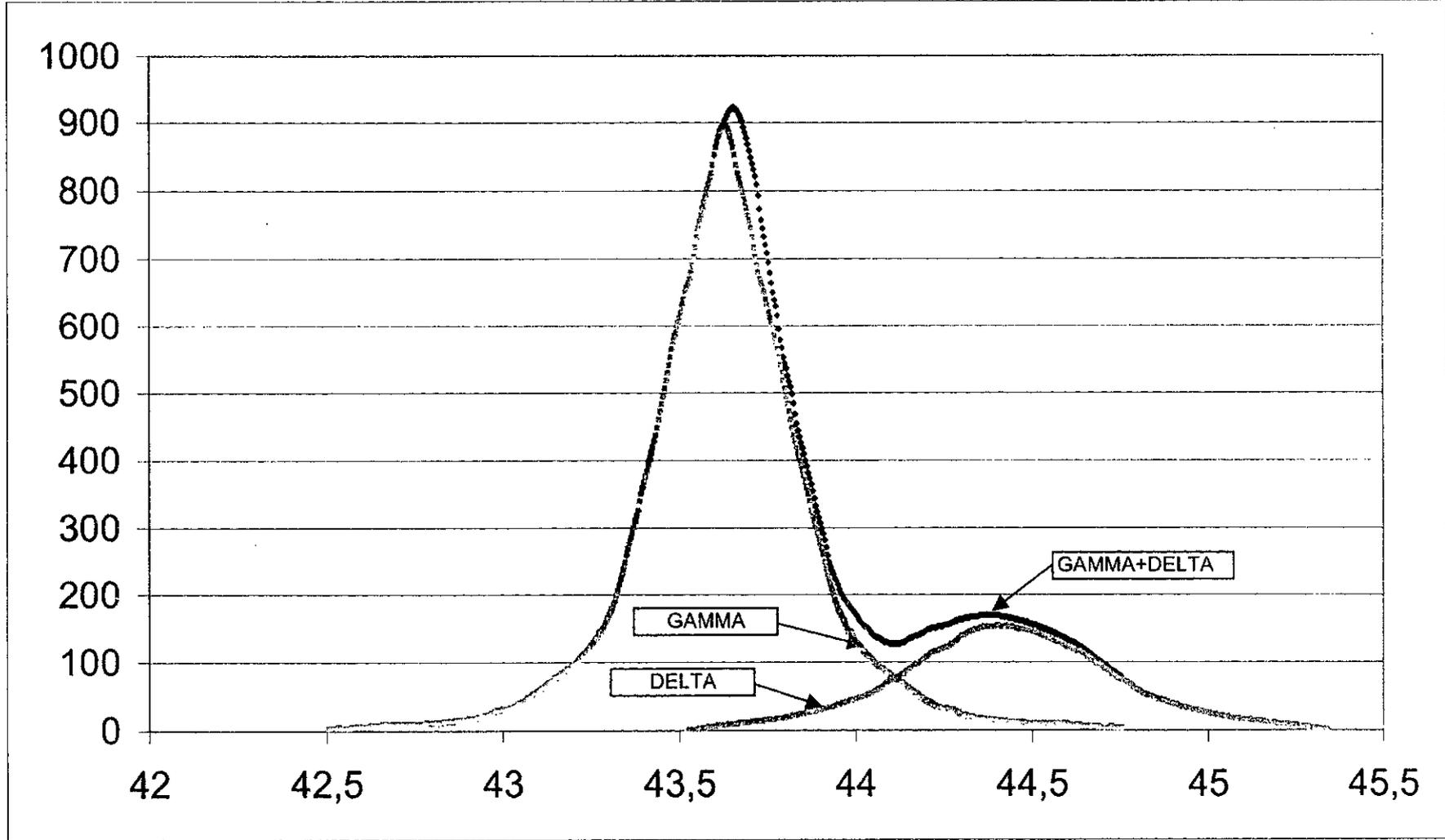
Séparation des pics GAMMA/DELTA : H1100°C



Séparation des pics GAMMA/DELTA : F1200



Séparation des pics GAMMA-DELTA : A1200°C



Séparation des pics GAMMA/DELTA : E1200°C