REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHESCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Département du Génie Mécanique

Option ingénierie des Matériaux et des Surfaces

Caractérisation d'un acier inoxydable alliéau Ni et au Cr utilisé pour le transport de gaz naturel.

Présenté par :

- CHELGHOUM Hocine
- BENZERGA Abdelkader

Proposé et Dirigé par :

Dr.EL MOHRI Abdennour

Promotion –Juin 2022

Remerciements

Au début , Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant, quinous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier tout particulièrement notre encadrant Dr. El Mohri Abdennour pour nous avoir suivi et conseillé touta long de la réalisation de ce mémoire.

Nous tenons à remercier toute l'équipe du laboratoire ims université yahia fares et l'équipe du fonderie poval berouaghia .

Nous tenons à remercier aussi à tous les enseignants du département de Génie de mécanique de l'université de Médéa.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères aux personnesqui nous ont apporté leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire.

Je remercie les membres du jury qui ont bien voulu accepter de juger ce modeste travail.

Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui ont ma apporté leurs conseils ou leur contribution.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

- *Mes chers parents.*
  - *Mes sœurs.*
  - *Mes frères.*
- *Tous mes amis.*

Hocine

Je dédie ce travail :

- *Mes chers parents.*
  - *Mes sœurs.*
  - *Mes frères.*
- *Tous mes amis.*

Abdelkader

je te dois tous mes remerciements

A tous mes amis (e)

A toute ma famille.

Sommaire

Resumé

Introduction 01

Partie I : **Synthèse bibliographique**

Chapitre I : Généralités sur les aciers inoxydables

I. 1. Introduction.....03

I. 2. Historique des aciers inoxydables.....04

I. 3. Propriétés et applications 04

1.3.1. Propriétés de mise en forme 05

1.3.2. Propriétés physiques.....05

1.3.3 Propriétés mécaniques.....05

1.3.4. Propriété électrique 05

1.3.5. Propriétés magnétiques 05

I.4. Composition et structure des aciers inoxydables.....06

I.5. Fabrication des aciers inoxydables 06

I.6. Les diagrammes de phases.....06

I. 6.1. Phases de référence 07

I. 6.2. Diagramme Fe-Cr 07

I. 6.3. Le système Fe-Cr-Ni.....10

I. 6.3.1. Diagramme Fe-Ni 10

I. 6.3.2. Diagramme Fe-Cr-Ni 11

I. 6.3.3. Section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni 12

I. 6.4. Le système Fr-C-Cr 13

I. 7. Influence des éléments d'addition 13

I. 7.1. Les éléments alphagènes.....14

I. 7. 2. Les éléments gammagènes.....15

I. 8. Les notions de chrome et de nickel équivalents.....17

I. 8.1. Diagramme de Schaeffler 17

I. 8.2. Diagramme de Pryce et Andrew.....19

I. 9. Classification des aciers inoxydables 19

I. 9.1. Aciers inoxydables ferritiques 20

I. 9.2. Les aciers inoxydables martensitiques.....20

I. 9.3. Les aciers inoxydables austénitiques 21
I. 9.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques 22
I. 9.5. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation 23
I. 10. Désignation des aciers inoxydables 23
I. 11. Traitements thermiques des aciers inoxydables.....23
I. 12. La passivation des aciers inoxydables 24
I. 12.1. Le film d'oxyde.....24
I. 12.2. Stabilité du film passif 25
I. 12.3. Propriétés des films passifs sur les aciers inoxydables.....25
I.13. Les aciers inoxydables austénitiques 25
I.13.1. Composition chimique et additions 25
I.13.2. Propriétés des aciers inoxydables austénitiques 27
I.13.3. Classement des aciers inoxydables austénitiques.....27
I.13.4. La nuance de base des aciers inoxydables (X5CrNi18-10) 28
I.13.5. Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques 29
I.13.5.1. Traitement d'hypertrempe 29
I.13.5.2. Traitement antiferrite.....30
I.13.5.3. Traitement thermomécanique 31
I.13.6. Propriétés des films passifs sur les aciers inoxydables austénitiques.....31

Chapitre II : Traitement Thermique des aciers

II.1. Introduction……34
II.2. Cycle d'un traitement thermique ..... ……34
II.3. principaux type de traitement thermique…….35
II.4. Gammes des traitements thermiques de l'acier…….....36
II.5. Trempe……..……...36
II.5.1. Différents types de trempe……36
II.5.2. Technologies de chauffage……37
II.5.3. Choix de temps de maintien…….…38
II.5.4. Milieux de trempe……..39
II.6.Revenu……...40
II.6.1. Revenu de relaxation ou de détente……41
II.6.2. Revenu de structure ou classique……41
II.6.3. Revenu de durcissement…….....41

II.6.4. Revenu à basse température……...41
II.6.5. Revenu à température intermédiaire……...42
II.6.6. Revenu à haute température……...42
II.7. Recuit……..42
II.7.1. Cycle thermique d'un recuit comprend……...43
II.7.2. Recuit d'homogénéisation..... ……43
II.7.3. Recuit d'adoucissement……44
II.7.4. Recuit complet ..... ……44
II.7.5. Recuit régénération……...44
II.7.6. Recuit de détente……..44
II.7.7. Recuit de recristallisation……45
II.7.8. Recuit de coalescence…….....45
II.8. Conclusion……..…45

Chapitre III : Résultats et discussion

Introduction…….....46
III.1- Matériau utilisé ……46
III.2 Appareillage ……..46
III.2-1 Four de traitement thermique……...…47
III.2-2 Polisseuse……47
III.2-3 Microscope Optique (MO)……47
III.2.4-Machine de dureté (Brinell)……48
III.3 Préparations des échantillons……48
III.3-1 Prélèvement d'un échantillon brute……48
III.3-2 Etude métallographique…….....49
III.3-2-1 Préparation des surfaces……49
III.3-2-2 Observation sur microscope optique…….....50
III.4-Traitement thermique de Recuit ……51
III.4-1 Observation sur microscope optique……...…52
III.4-2 Résultat de l'essai de dureté……...…52
III.5 Traitement thermique de trempe de l'acier inox…….....52
III.5-1 Essai de trempe……...52
III.5-2 Essai de revenu……...53
III.5-3 Etude métallographique de l'essai de trempe et revenu……54
III.5-4 Résultat de l'essai de dureté……55
Conclusion

Listes des figures et des tableaux

Figure I.1 : Variétés allotropiques du fer pur…… 7

Figure I.2 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome, d'après Bain et Aborn.....8

Figure I.3 : Système Fe Cr 9

Figure I.4 : Diagramme d'équilibre Fer-Cr à des températures inférieures à 850 °C, d'après Williams 10

Figure I.5 : Diagramme Fe-Ni.....11

Figure I.6 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni 12

Figure I.7 : Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni 12

Figure I.8 : Coupes du diagramme ternaire Fe-C-Cr.....13

Figure I.9 : Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes 14

Figure 1.10 : Diagramme de Schaffler 17

Figure I.11 : Limite de la phase austénitique dans des aciers riches en Mn, Cr, Mo et N 18

Figure I.12 : Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables.....19

Figure I.13 : Structure d'un acier inoxydable austénitique 22

Figure I.14 : La structure d'un acier inoxydable duplex 22

Figure I.15 : Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques au chrome- nickel (molybdène) dérivés de la nuance de base X5CrNi18-10(AISI 304) 29

Figure I.16 : Micrographie d'un acier inoxydable 304 oxydé à 1000°C pendant 100h……31

Figure. II.1. Cycle de traitement thermique ..... …….47

Figure. II.2. Cycle thermique lors d'une trempe……16

Figure. II.3. Cycle thermique complet d'un trempe et revenu……...19

Figure. II.4. Cycle thermique d'un recuit comprend..... ……..21

Figure. III-1 Four à chambre isolant de fibres électriques de haute précision……46

Figure III.2 Polisseuse HITECH……47

Fig. III.3 Microscope optique de type « OPTIKA»……...47

Fig. III.4- Un duromètre de Brinell…….48

Fig. III.5- Echantillon d'acier inoxydable X5CrNi18-10 brute……..…48

Fig.III. 6: Des photos expriment l'opération de polissage……..49

Fig. 7: Photo représentant l'attaque chimique d'échantillons (acier inoxydable)…….50

Fig.III.8 : Morphologie Microscope Optique de l'acier inoxydable brute, 100x……..50

Figure. III.9. Cycle thermique d'un recuit comprend…….51
Fig.III.10- Morphologie Microscope Optique de l'acier inoxydable après recuit.100x…….52
Figure. III.14. Cycle thermique d'un 3 pièce différant temps de maintient……53
Figure. III.15 Cycle thermique de trempe et revenu……54
Fig.III.16- Morphologie Microscope Optique de l'acier inoxydable après trempe et revenu.100x……54
Figure. III.17 courbe représente le différent de dureté…….55

Résume

Le traitement thermique d'un matériau est un groupe de procédés industriels utilisés pour modifier les propriétés physiques, mécaniques et parfois chimiques de ce dernier. Ce traitement est utilisé souvent lors de la fabrication des matériaux métalliques.

Le traitement thermique (en particulier: la trempe, le revenu et le recuit) implique l'utilisation du chauffage et/ou du refroidissement, normalement à des températures extrêmes, pour obtenir le résultat souhaité, tel que la modification de la dureté.

Le travail proposé est destiné de mettre en évidence les aspects purement métallurgiques des traitements thermiques, et d'examiner les divers techniques et modes des traitements thermiques ainsi que la modification des caractéristiques mécaniques qui les accompagnent en basant sur des dizaines résultats des recherches déjà publiés afin de simplifier la recherche dans ce domaine.

Mots clés: Traitement thermique, Trempe, Revenu, Recuit, propriétés mécaniques. Métallographe.

Abstract

The heat treatment of a material is a group of industrial processes used to modify the physical, mechanical and sometimes chemical properties of the material. This treatment is often used in the manufacture of metallic materials.

Heat treatment (in particular : quenching, tempering and annealing) involves the use of heating and/or cooling, normally at extreme temperatures, to achieve the desired result, such as change in hardness,The proposed work is intended to highlight the purely metallurgical aspects of heat treatments, and to examine the various techniques and modes of heat treatments as well as the modification of the mechanical characteristics that accompany them, based on dozens of research results already published in order to simplify research in this area.

Keywords: Heat treatment, Quenching, Tempering, Annealing, mechanical properties , Metallographer.

ملخص

المعالجة الحرارية للمادة هي مجموعة من العمليات الصناعية المستخدمة لتعديل الخواص الفيزيائية والميكانيكية وأحيانًا الكيميائية لهذه الأخيرة. غالبًا ما يستخدم هذا العلاج في تصنيع المواد المعدنية.
المعالجة الحرارية (على وجه التحديد: التبريد والتلطيف والصلب) تتضمن استخدام التسخين و / أو التبريد، عادة إلى درجات الحرارة القصوى ، لتحقيق النتيجة المرجوة ، مثل تغيير الصلابة.
يهدف العمل المقترح إلى تسليط الضوء على الجوانب المعدنية البحتة للمعالجة الحرارية ، ودراسة التقنيات والأنماط المختلفة للمعالجة الحرارية بالإضافة إلى تعديل الخصائص الميكانيكية المصاحبة لها ، بناءً على عشرات من نتائج البحث المنشورة بالفعل من أجل تبسيط البحث في هذا المجال.

كلمات مفتاحية: المعالجة الحرارية ، التبريد ، التقسية ، التلدين ، الخواص الميكانيكية. عالم المعادن.

I. Introduction

Le choix d'un matériau pour une application donnée nécessite de s'assurer sa durabilité dans ses conditions d'emploi, en particulier environnementales. Ceci est particulièrement vrai pour les systèmes destinés à travailler à des températures élevées et dans des atmosphères corrosives. Pour cela, la connaissance et la compréhension du phénomène d'oxydation est indispensable afin de prévoir la durée de vie des structures et de proposer des solutions de protection adaptées. L'étude de l'oxydation à haute température est par conséquent un sujet fortement interdisciplinaire, à l'interface de la physico-chimie des matériaux métalliques.

L'intérêt des aciers inoxydables réside dans leurs nombreuses caractéristiques de résistance mécanique (dureté, résilience, résistance à la déformation). Un avantage majeur de ces aciers est leur résistance à la corrosion et à l'oxydation à chaud, due à la présence en surface d'une couche protectrice, constituée majoritairement d'oxydes et d'hydroxydes de fer et de chrome. Leur cout d'élaboration reste relativement modéré, du fait de l'abondance naturelle du minerai de fer. Enfin, ces aciers sont pratiquement entièrement recyclables. Toutes ces caractéristiques font de l'acier inoxydable un matériau de prédilection pour de multiples applications, aussi bien pour l'usage courant que pour les technologies de pointe, particulièrement dans les équipements ménagers, la coutellerie, l'horlogerie, les industries automobiles, papetières, chimiques, pharmaceutiques, pétrolières, agro-alimentaires, équipements maritimes, nucléaires, aéronautiques, … etc.

Parmi les nombreuses nuances d'aciers inoxydables, l'acier austénitique X5CrNi18-10 (AISI 316) est plus fréquemment utilisé.

L'amélioration de la résistance à l'oxydation par la modification de la composition superficielle à fait l'objet de plusieurs recherches. Notre travail s'inscrit dans cette problématique qui consiste à augmenter la résistance à l'oxydation à haute température de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 par traitement de calorisation.

Ce travail comporte trois parties principales. La première présente une synthèse bibliographique partagée en trois chapitres. Le premier englobe des généralités sur les aciers inoxydables, le deuxième sur le comportement à l'oxydation à hautes températures des aciers inoxydables et le dernier chapitre traite quelques généralités sur le revêtement de calorisation et ses différents procédés.

Une partie suivante est consacrée aux différentes techniques expérimentales utilisées dont la caractérisation et enfin la dernière partie regroupe les résultats expérimentaux et leurs interprétations. Ce travail est terminé par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I

Généralités sur les aciers inoxydables

I. 1. Introduction

Les aciers ont en général une mauvaise résistance à la corrosion. De nombreux essais ont été faits pour les protéger. Ils sont de deux types : ajout d'éléments à l'acier lors de la fusion ou dépôt d'une couche protectrice sur le produit fini.

Il a fallu trois millénaires après la découverte du fer pour apprendre à le rendre Inaltérable, c'est la découverte des aciers inoxydables.

Ces aciers sont rendus résistants à la corrosion par la création naturelle d'une couche dite de passivation. Les matériaux les plus oxydables sont les plus corrodables, et les matériaux les plus corrodables sont les plus passivables. Ainsi le chrome, plus oxydable que le fer est l'additif majeur des aciers inoxydables. Allié au fer et au nickel, il provoque la formation sur leur surface un film d'oxyde ulra-fin et inerte, riche en chrome qui est capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion.

Le chrome et le nickel s'oxydent selon les réactions suivantes :

$$4\ Cr + 3\ O_2 \rightarrow 2\ Cr_2O_3$$

$$2\ Ni + O_2 \rightarrow 2\ NiO$$

Grace aux caractéristiques principales suivantes :

- excellente résistance à la corrosion dans un grand nombre de milieux ;
- résistance mécanique notablement plus élevée que celle des matériaux traditionnels ;
- mise en œuvre plus aisée, en particulier grâce aux progrès réalisés dans le soudage ;
- facilité d'entretien, qui compense le surcoût des investissements initiaux.

ces aciers ont pénétré de nombreux domaines industriels (bâtiment, industrie chimique et agro-alimentaire, médical, transport, production d'énergie, etc.).

I. 2. Historique des aciers inoxydables

L'histoire des aciers inoxydables est fortement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui a découvert ce métal en 1797. Puis, Berthier, un autre français fait en 1821 les premières observations des propriétés «inoxydables» du fer allié au chrome [1].

En 1904, Léon Guillet puis Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome. En 1909, L. Guillet publia une étude sur les aciers inoxydables au chrome-nickel complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome. À la même époque le métallurgiste allemand W. Giesen fit des recherches comparables. Les études de L. Guillet, A. Portevin et W. Giesen permirent ainsi, dès 1909, de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure et de définir les trois familles principales : martensitique, ferritique et austénitique [1].

Le passage au stade industriel est attribué à Harry Brearley pour les aciers inoxydables martensitiques. Il serait à l'origine de la première élaboration réalisée à Sheffield en 1913. Un mérite analogue reviendrait aux allemands Benno Strauss et Eduard Maurer pour la production des aciers inoxydables austénitiques et aux américains Frederick Becket et Christian Dantsizen pour celle des aciers inoxydables ferritiques [1].

La première description de la passivité des aciers inoxydables est attribuée à l'allemand Philip Monnartz. Les recherches ultérieures ont porté sur le rôle des éléments d'alliage. Elles ont conduit à la mise au point des nuances à durcissement structural dont les propriétés aux températures élevées ont été mises en évidence par Pierre Chevenard. Au début des années 1930 J. Hochmann a découvert les nuances biphasées austéno-ferritiques appelées de nos jours duplex [1].

I. 3. Propriétés et applications

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. La principale propriété de ces aciers est leur excellente résistance à la corrosion, ce qui leur donne une durée de vie quasi exceptionnelle dans la très grande majorité des milieux. A cette propriété fondamentale, s'ajoutent les

caractéristiques mécaniques élevées à hautes comme à basses températures (résistance mécanique, ductilité, ténacité…).

En raison de leur résistance à la corrosion et de leurs finis de surface de tout premier rang, les aciers inoxydables jouent un rôle prépondérant dans l'industrie aéronautique, chimique, pharmaceutique et agroalimentaire, les cuisines professionnelles, l'architecture et même la bijouterie.

I.3.1. Propriétés de mise en forme

Les aciers inoxydables peuvent être fabriqués et transformés en utilisant un large éventail de technologies et sont entièrement ‹‹ recyclables›› à la fin de leur vie utile. Son usinage est beaucoup plus difficile que celui de certains matériaux, d'où un coût considérablement plus élevé.

I.3.2. Propriétés physiques

Ces aciers possèdent :

- Une masse volumique de l'ordre de 7 850 Kg/m^3.
- Une capacité thermique de 0.5J/g.°C pour T = 0°C à 100°C
- Une conductivité thermique de 16.2W/m.K à 100°C
- Une conductivité thermique de 21.4W/m.K à 500°C

I.3.3 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables représentent les propriétés mécaniques suivantes :

- La dureté, Rockweli B est : 79HRB ;
- La résistance à la traction est : 558Mpa ;
- L'allongement à la rupture est : 50% ;
- Le module de Young est : 2.10^{5}Mpa

I.3.4. Propriété électrique

La résistivité électrique des aciers inoxydables est : 7.4 10^{-5} ohm.cm.

I.3.5. Propriétés magnétiques

Les aciers inoxydables ferritiques et martensitiques sont ferromagnétiques « prennent à l'aimant » suite à la présence de la ferrite et de la martensite. En revanche, les aciers

inoxydables austénitiques présentent, à température ambiante, une structure austénitique qui leur permet d'être paramagnétiques (amagnétiques) [3]. Certains aciers inoxydables austénitiques peuvent devenir légèrement ferromagnétiques après une déformation importante (frappe à froid, emboutissage). En effet, la déformation provoque une modification partielle de la structure austénitique en structure martensitique (formation de martensite d'écrouissage) et devenir ainsi un peu magnétique.

I.4. Composition et structure des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. Comme les autres aciers, ce sont des alliages métalliques à base de fer (alliage : fer-carbone) à teneur en carbone variant de 0,02 à 1% (pour éviter la précipitation de carbures aux joints de grains) et qui doivent contenir au moins 10,5% de chrome et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliage soit de type interstitiel comme le carbone ou l'azote, soit de type métallique tels que le nickel, le molybdène, le titane... etc [4].

I.5. Fabrication des aciers inoxydables

La fabrication des aciers inoxydables comporte quatre étapes principales qui sont, par ordre chronologique :

- L'élaboration qui comprend elle-même une phase de fusion dans un four à arc suivie d'une opération d'affinage ;
- la coulée soit sous forme de lingots, soit de plus en plus par coulée continue ;
- la transformation à chaud le plus souvent par laminage et plus rarement par forgeage ;
- la transformation à froid par laminage pour les produits plats et par tréfilage pour les produits longs.

I. 6. Les diagrammes de phases

Les aciers sont composés de plusieurs éléments dont chacun joue un rôle sur leurs structures et leurs propriétés. Etant donné le nombre important d'éléments qui interviennent dans la composition des aciers, il n'est pas possible d'établir des diagrammes de phases.
Toutefois, il est utile de connaître les diagrammes de phases binaires entre le fer et les autres éléments.

I. 6.1. Phases de référence

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est nécessaire de rappeler les variétés allotropiques du fer pur [1], schématisées sur la Figure I.1. Il possède trois variétés de structure cristalline entre 0° et la température de fusion. Entre l'ambiante et 910°C, le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer α. A partir de 910 °C, il se transforme en fer γ dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400 °C jusqu'à 1538°C pour donner le fer δ dont la structure est cubique centrée.

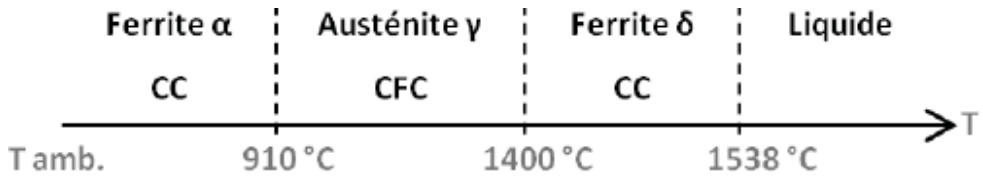


Figure I.1 : Variétés allotropiques du fer pur.

I. 6.2. Diagramme Fe-Cr

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-carbone. Certains éléments, comme le chrome, tendent à favoriser la cristallisation en phase α, ils sont dits « alphagènes ». Comme le montre le diagramme fer - chrome (figure I.2) sur lequel le domaine α est très étendu. Le domaine γ est donc réduit à une zone fermée appelée « boucle γ ».

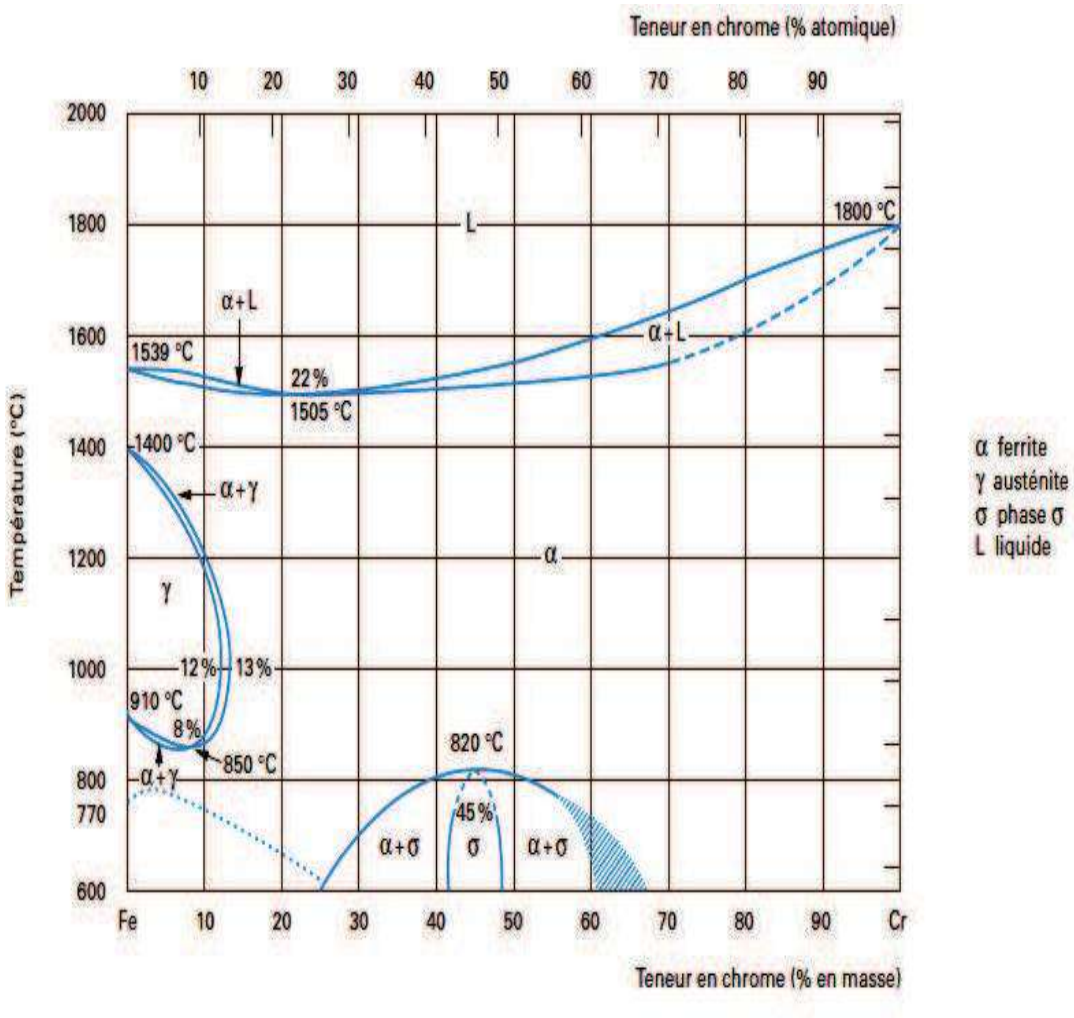


Figure I.2 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome, d'après Bain et Aborn [1].

On peut délimiter deux régions de teneur en chrome :

- **%Cr <13** : ces alliages ont la possibilité d'être austénitisés totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ par refroidissement lent ou rapide.
- **%Cr >13** : ces alliages toujours ferritiques, ne peuvent pas subir de durcissement par trempe martensitique.

Pour des températures en dessous de 820°C, et pour des teneurs suffisantes en Cr, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire dite phase σ fragilisante [1].

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure I.3). Il s'agit d'une **démixtion** vers 475 °C de la phase α (une solution solide de substitution) en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase α` qui se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice α. Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [1].

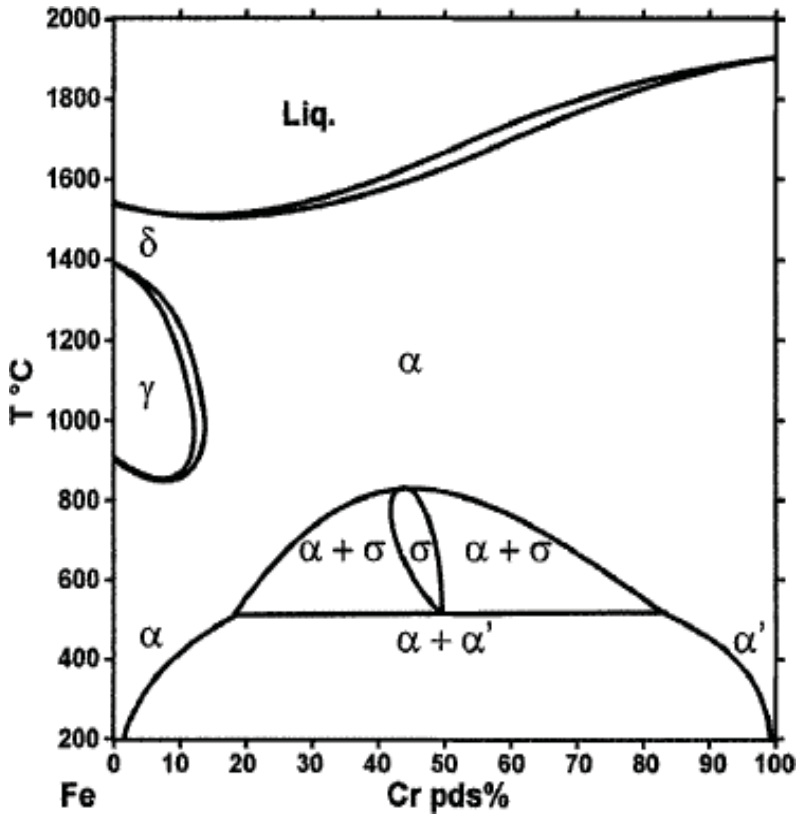


Figure I.3 : Système Fe Cr [5].

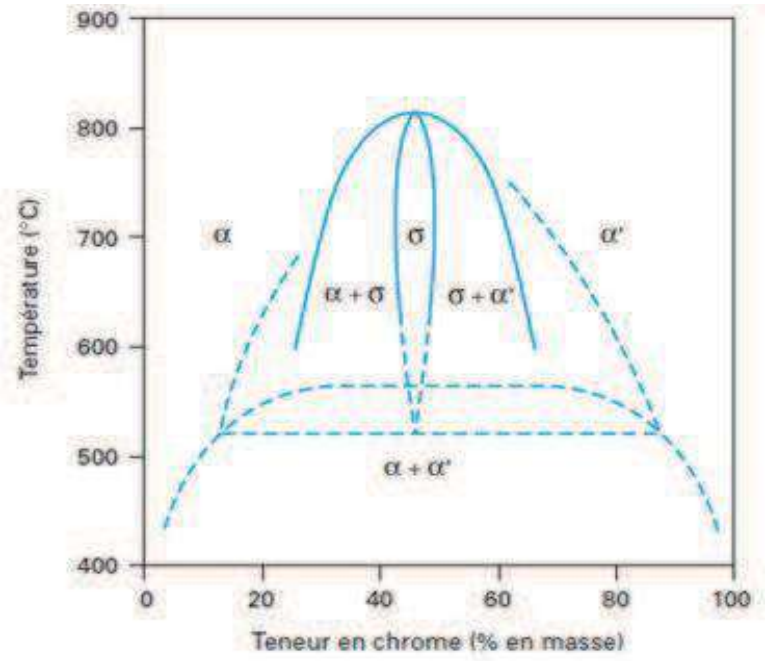


Figure I.4 : Diagramme d'équilibre fer-crhome à des températures inférieures à 850 °C, d'après Williams [1]

I. 6.3. Le système Fe-Cr-Ni

I. 6.3.1. Diagramme Fe-Ni

Le diagramme Fe-Ni (figure I.5) montre que le domaine d'existence de la phase γ augmente avec la teneur en nickel. Le nickel est donc un élément gammagène de structure cubique à faces centrées, il favorise la phase austénitique pour des raisons d'isomorphisme.

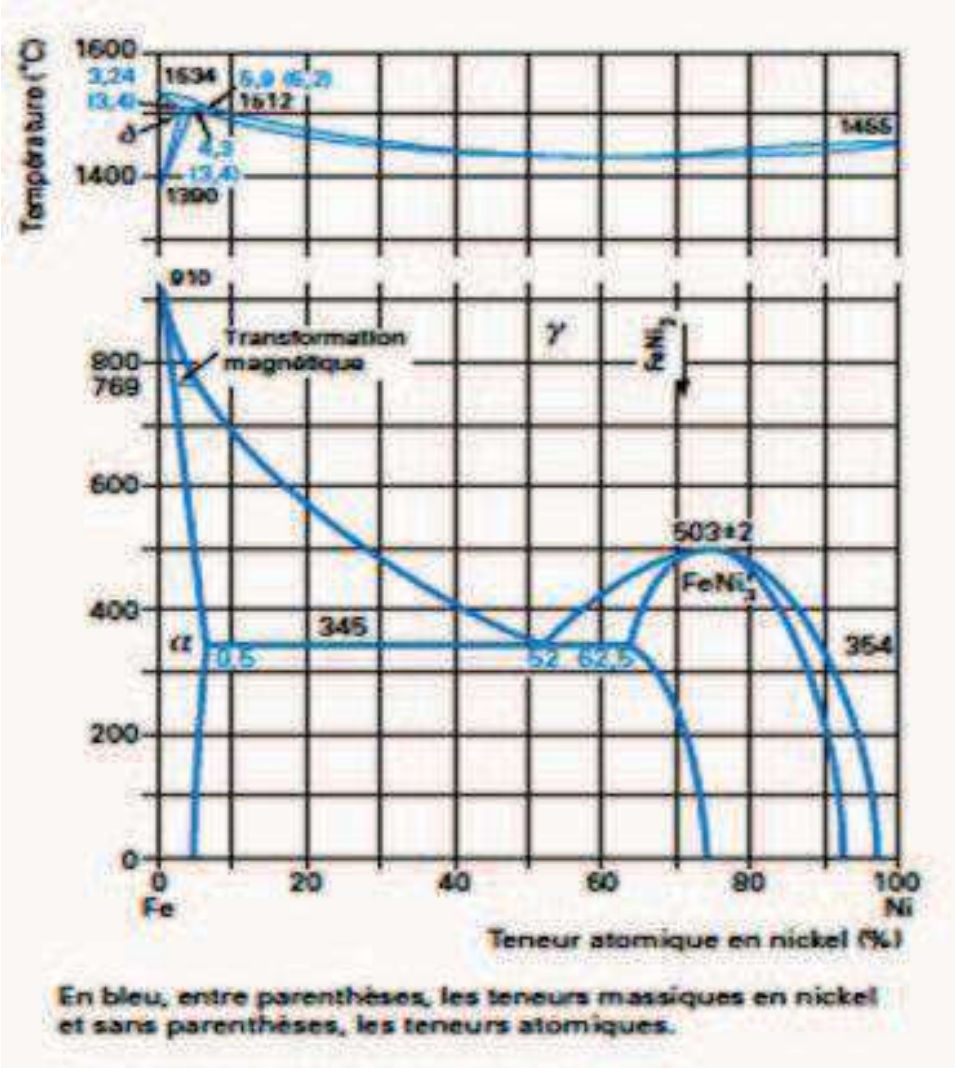


Figure I.5 : Diagramme Fe-Ni [6].

I. 6.3.2. Diagramme Fe-Cr-Ni

L'addition du nickel conduit à augmenter la boucle γ des alliages fer-chrome.

La phase γ du système Fe-Cr est présente avec une large extension en composition et en température et participe à des équilibres bi et triphasés.

La figure I.6 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre clairement le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel [1].

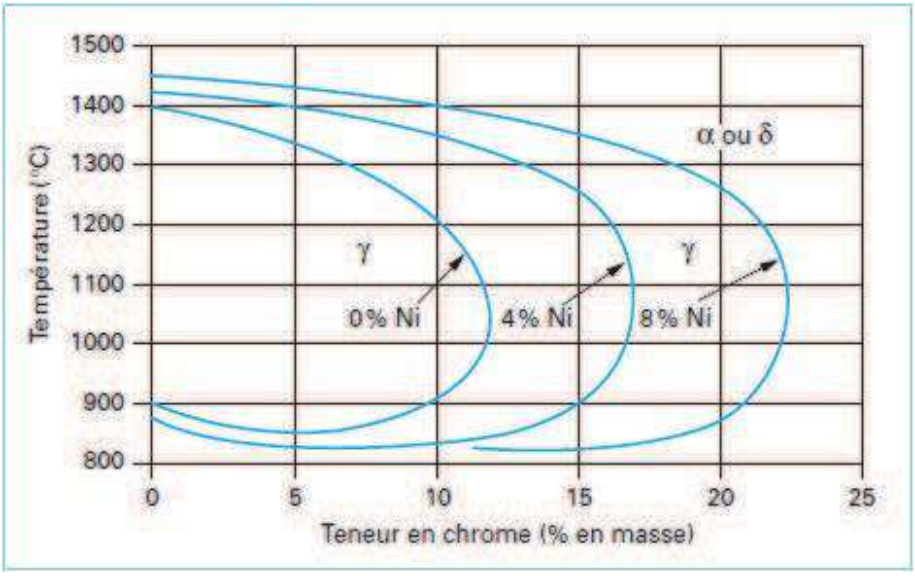


Figure I.6 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni. [1]

I. 6.3.3. Section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni

La figure I.7 qui représente une section isotherme à 1000°C du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni, montre que l'augmentation de la teneur en chrome (équivalent) d'un acier inoxydable austénitique (point a) fait apparaître une certaine proportion de la ferrite F (point b). L'augmentation de la teneur en nickel (équivalent) restitue ensuite la structure entièrement austénitique (point c).

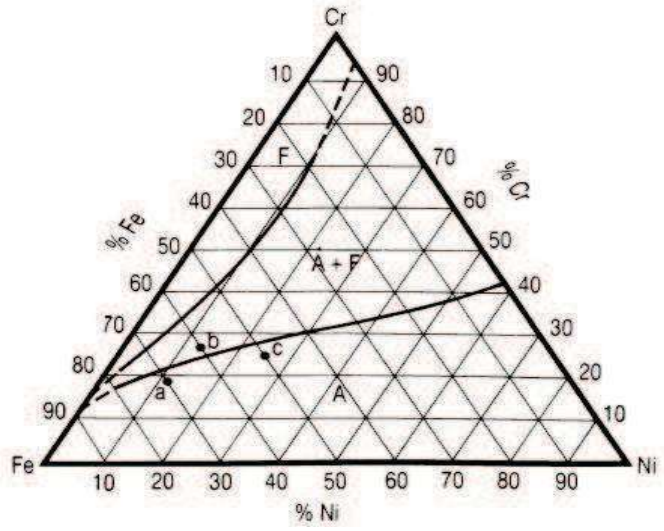


Figure I.7 : Section à 1000°C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.

I. 6.4. Le système Fr-C-Cr

Le carbone agit par son caractère nettement gammagène, et rentre ainsi avec le chrome, élément pseudo-binaire des ternaires Fr-C-Cr (figure I.8). Il a également une action stabilisatrice sur l'austénite formée à haute température [4].

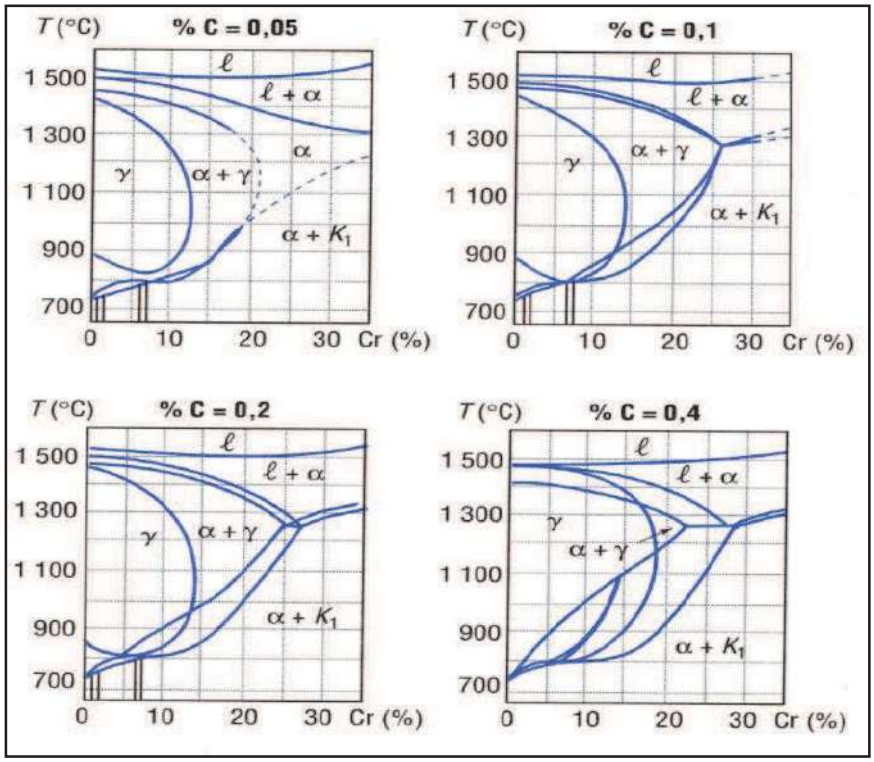


Figure I.8 : Coupes du diagramme ternaire Fe-C-Cr [4]

I. 7. Influence des éléments d'addition

Les éléments additionnels sont divisés en deux familles : les éléments alphagènes (silicium, aluminium, chrome, molybdène, tungstène, titane, niobium) et les éléments gammagènes (nickel, manganèse, azote, carbone, cuivre, cobalt). Certains éléments ont des effets plus importants que d'autres, notamment l'azote et le carbone dont l'effet gammagène est environ trente fois plus puissant que celui du nickel.

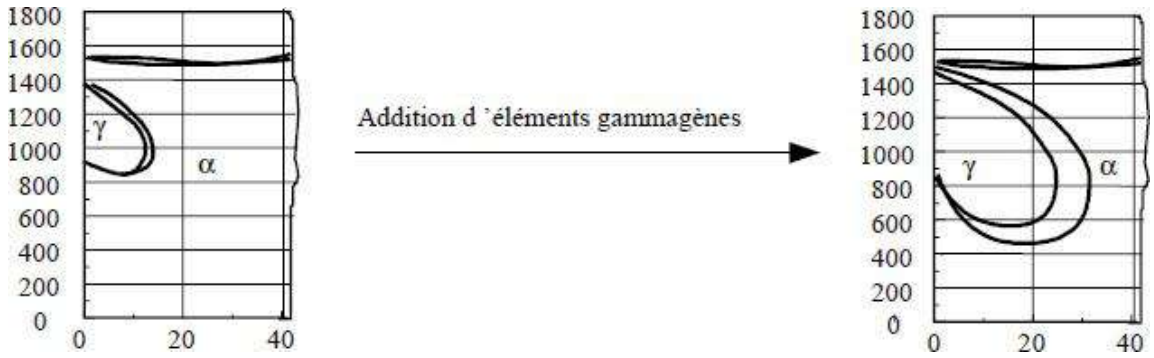


Figure I.9 : Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes

I. 7.1. Les éléments alphagènes

- **Le chrome (Cr)**

Élément de base de tous les aciers inoxydables qui offre la résistance à la corrosion par la formation d'un film passif en se combinant avec l'oxygène et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud.

Lorsqu'il est associé avec le molybdène et le nickel, il confère de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 500°C.

- **Le molybdène (Mo)**

C'est un élément alphagène qui, ajouté à raison de quelques pourcents, améliore la qualité du film passif, en particulier en milieux chlorurés et acides, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

Le molybdène augmente la résistance au fluage des aciers au chrome. Il diminué la fragilité au revenu. Il améliore sensiblement la résistance à la corrosion intercristalline et par piqure. Il confère une plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation pour des maintiens entre 1000 et 1100°C. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud.

M. K. AHN et al [7] ont étudié l'effet du Mo sur l'acier inoxydable ferritique et ont montré que la présence du Mo augmente la résistance à la corrosion par piqure et la résistance à la corrosion sous contrainte.

Les travaux de *Seok Joo Doh et al* [8] sur l'influence du Mo sur les aciers inoxydables type 430 et 444 ont montré que son addition améliore la passivation, qui est principalement due à la substitution de l'oxyde de Cr par l'oxyde de Mo dans le film passif.

- **Le silicium (Si)**

C'est un élément également alphagène, il augmente la résistance à la corrosion et améliore les propriétés d'emploi à haute température ce qui lui confère une bonne résistance à l'oxydation à chaud dans le cas de l'acide nitrique mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

- **Le vanadium (Va)**

Il est un fort stabilisateur de ferrite. Avec la présence du nickel, il augmente la résistance mécanique [9].

- **Le titane (Ti)**

Doit être utilisé à une teneur qui dépasse le quadruple de la teneur en carbone. Il évite l'altération des structures métallurgiques lors du travail à chaud, en particulier lors des travaux de soudure.

- **Le niobium (Nb)**

C'est un élément alphagène, il se combine avec le carbone dans les aciers inoxydables et forme les carbures pour s'opposer à la corrosion intergranulaire.

I. 7. 2. Les éléments gammagènes

- **Le nickel (Ni)**

Au-delà de 6 % à 8 %, sa présence se traduit par un effet gammagène et l'acier devient austénitique à toutes températures [10]. Il élargit ainsi le domaine d'existence de l'austénite. Il favorise la mise en œuvre par déformation plastique, améliore la résistance à la corrosion, en particulier la résistance à la corrosion sous tension, il affine le grain et améliore la ductilité.

Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité, la résistance au choc et la ténacité des calamines.

❖ **Le manganèse (Mn)**

Bien que classé comme élément gammagène, a un rôle alphagène pour des teneurs supérieures à 7 %, rend ainsi difficile la transformation de l'austénite en martensite dans les aciers Cr-Ni et lors des sollicitations mécaniques aux basses températures.

❖ **Le carbone (C)**

Il stabilise la structure austénitique introduit pour accroître les propriétés mécaniques de l'acier (dureté, charge à la rupture, fluage…), particulièrement sous l'effet des traitements thermiques, le carbone joue cependant un rôle néfaste vis-à-vis de la résistance à la corrosion (précipitation de carbures de chrome lorsque la teneur en carbone dépasse 0,030 % conduisant à la corrosion intergranulaire) [10]. Ceci a encouragé le développement de nuances d'aciers inoxydables à très faible teneur en carbone (inférieur à 0,03%) [10].

❖ **L'azote (N)**

Stabilisateur d'austénite, associé à une basse teneur de carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.

Il a une influence bénéfique sur la résistance à la corrosion par piqûres et la résistance à la corrosion par crevasse par précipitation du nitrure de chrome Cr_2N moins riche en chrome que $Cr_{23}C_6$ provoquant un moindre appauvrissement en chrome au voisinage des joints de grains [11,12, 13]. L'azote augmente aussi la résistance à la traction et diminue la ductilité des aciers inoxydables austénitiques [14].

❖ **Le soufre (S)**

À des teneurs de l'ordre de 0,2 %, il améliore considérablement l'usinabilité [15] (tournage, fraisage, perçage, etc.) mais cela se fait au détriment de la résistance à la corrosion par piqûres.

❖ **Le cuivre (Cu)**

Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid, le cuivre aide aussi à la lutte contre la corrosion bactérienne [16]. En autre le cuivre améliore l'usinabilité des aciers inoxydables austénitiques [15].

I. 8. Les notions de chrome et de nickel équivalents

I. 8.1. Diagramme de Schaeffler

L'idée de distinguer entre éléments α gènes ou γ gènes a conduit Schaeffler en 1949 [17] à proposer un diagramme pour prédire la structure de l'acier en fonction du pourcentage en chrome (Cr) et nickel (Ni) équivalent (figure I.10).

Ces équivalents sont déterminés par des formules (équations I.1 et I.2) en fonction des différents éléments d'alliage. Chaque élément est affecté d'un coefficient qui représente son pouvoir α gène ou γ gène. Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel auxquels sont attribués arbitrairement le coefficient 1.

$$Cr_{eq}\ (\%\ \text{massique}) = \%\ Cr + 1{,}5\%Mo + 0{,}48\ \%Si + 2{,}3\ \%V + 1{,}75\ \%\ Nb + 2{,}5\ \%Al \quad (I.1)$$

$$Ni_{eq}\ (\%\ \text{massique}) = \%\ Ni + \%\ Co + 0{,}1\ \%Mn - 0{,}01\ \%Mn^2 + 18\%\ N + 3 \quad (I.2)$$

Ces équivalents permettent de déterminer à la température ambiante la structure d'un acier inoxydable à l'aide de diagramme de Schaffler, qui détermine les domaines de l'austénite, de la ferrite ou de la martensite.

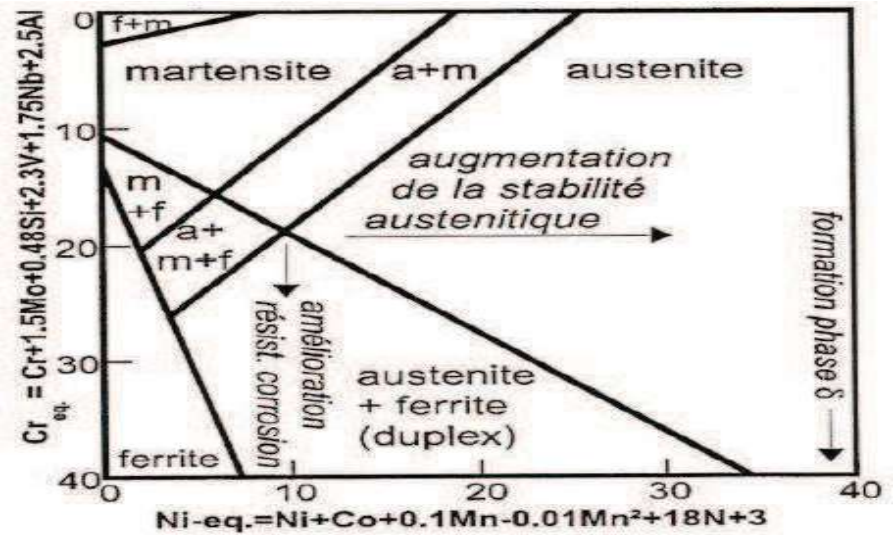


Figure 1.10 : Diagramme de Schaeffler [17].

Dans ce diagramme, en ordonnée, on porte l'équivalent chrome représentatif des éléments alphagène, et en abscisse l'équivalent nickel, représentatif des éléments gammagènes. La position du point représentatif ainsi défini permet de prévoir la structure du métal déposé et sa teneur.

Le diagramme de Schaeffler, montre que pour un équivalent en nickel nettement supérieur à l'équivalent en chrome, l'alliage sera donc 100% austénitique et inversement, un équivalent en chrome prépondérant déterminera une structure 100% ferritique.

L'inconvénient majeur de ce diagramme est de ne pas tenir compte de tous les éléments d'addition, en particulier l'azote. D'autres diagrammes permettent de prédire de façon plus précise et pour une plus large gamme de nuances la teneur finale en ferrite.
D'ailleurs Spiedel et al [18**]** ont conclu expérimentalement que ce diagramme n'est pas valable pour des alliages riches en Cr, Mn, Mo et Ni à cause de l'effet α-gène du manganèse à hautes teneurs en chrome et manganèse. La figure (I.11) résume les observations effectuées concernant la limite de la phase austénitique [19] : le manganèse est un élément α-gène qui stabilise la ferrite, mais en même temps, il favorise la solubilité de l'azote qui augmente le Ni équivalent. Ainsi, l'utilisation combinée du manganèse et/ou du nickel avec des fortes teneurs en azote semble la plus indiquée pour stabiliser la phase austénitique.

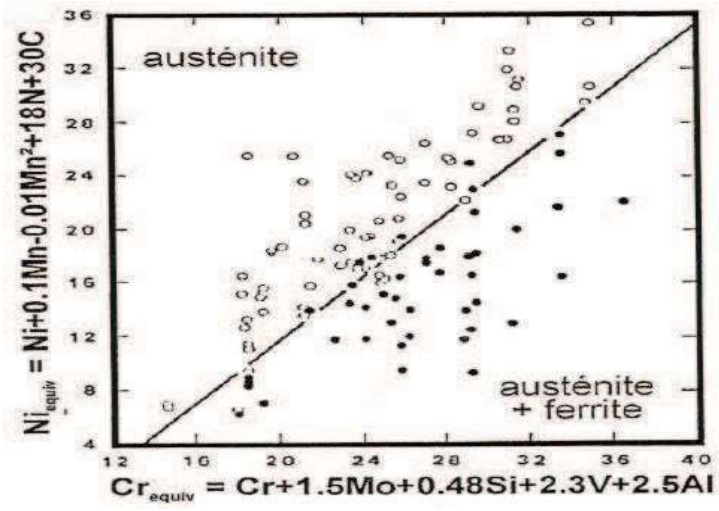


Figure I.11 : Limite de la phase austénitique dans des aciers riches en Mn, Cr, Mo et N [19].

I. 8.2. Diagramme de Pryce et Andrew

Pour les produits laminés, le modèle de Pryce et Andrew propose un diagramme pour

prédire la structure de l'acier en fonction de sa composition chimique [4].

Chrome équivalent : ($Cr_{éq}$ = (%Cr)+3(%Si)+(%Mo)

Nickel équivalent : ($Ni_{éq}$ = (%Ni)+0,5(%Mn)+21%C)+11,5(%N)

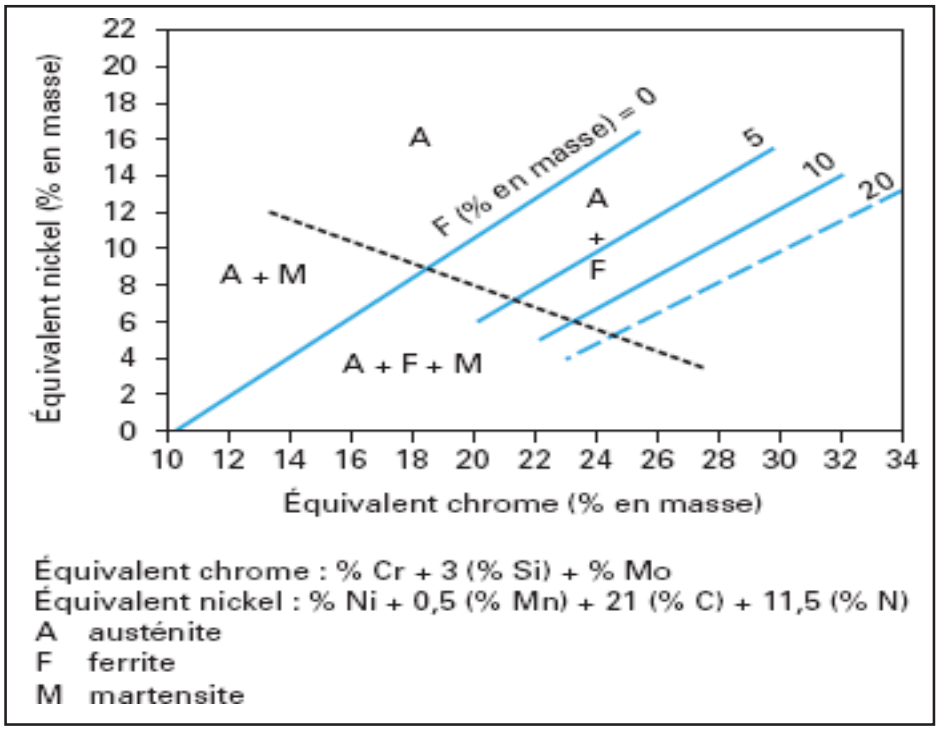


Figure I.12: Diagramme de Pryce et Andrews donnant la structure des aciers inoxydables [4].

I. 9. Classification des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables constituent une grande famille d'alliages métalliques. Suivant leur teneur en chrome et les traitements thermiques qu'ils ont subis, ils présentent une large gamme de propriétés.

Il existe quatre classes d'aciers inoxydables (de structures cristallographiques différentes), dont l'emploi dépend des propriétés recherchées, ils sont obtenus à partir des différentes zones de ces diagrammes :

- Les aciers ferritiques sont obtenus par refroidissement ;
- Les aciers austénitiques sont obtenus par trempe à partir d'une composition située dans la boucle γ, la phase austénitique résultante étant thermodynamiquement métastable ;
- Les aciers martensitiques sont obtenus de la même manière que les aciers austénitiques, à la différence que dans ce cas l'austénite obtenue est très instable à cause de la présence du carbone et se transforme en martensite ;
- Les aciers austéno-ferritiques sont obtenus à partir d'une composition située sur la limite de la boucle γ.

I. 9.1. Aciers inoxydables ferritiques

La proportion de chrome dans ces alliages varie de 11 à 17 % et peut atteindre jusqu'à 24 à 28 %. On parle alors d'aciers ferritiques à haute teneur en chrome ou encore d'aciers super-ferritiques. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses en milieux riches en chlorures.

Les aciers inoxydables ferritiques possèdent une structure cubique centrée (notée α) et ils sont caractérisés par une remontée de la température de transition α-δ du diagramme de phase, qui fait qu'en pratique leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température c'est-à-dire il y a l'absence de transformation structurale (ils sont à l'état d'équilibre).

Pour garantir une structure ferritique aux hautes températures, on rajoute des éléments d'alliage dits « stabilisants » (Ti, Nb, Zr) qui ont la propriété de piéger le carbone et l'azote, éléments hautement austénitisants [19].

Ces aciers ont une très bonne résistance à la corrosion mais des caractéristiques mécaniques faibles. Ils sont ainsi facilement mis en forme par emboutissage. Ils sont utilisés dans le domaine des ustensiles ménagers (cuillères, éviers…), dans le domaine alimentaire eten milieu très agressif (eau de mer) [20].

I. 9.2. Les aciers inoxydables martensitiques

Ces alliages comprennent de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone pouvant atteindre environ 1% et ils peuvent contenir jusqu'à 7% de nickel, et jusqu'à 3% de

molybdène. Ils présentent des propriétés intéressantes en termes de limite d'élasticité, de résistance à la corrosion et de dureté. Ils possèdent une structure martensitique (quadratique, notée α') obtenue après trempe de la phase austénitique. Cette transformation homogène se produit avec une augmentation de volume, responsable de fortes contraintes de compression et qui tend à stabiliser de l'austénite résiduelle. Ces aciers sont utilisés pour leur résistance mécanique élevée.

Ils sont utilisés comme matériaux de construction, outillage à main, coutellerie [20].

I. 9.3. Les aciers inoxydables austénitiques

Les nuances les plus utilisées sont caractérisées par des teneurs en chrome et en nickel respectivement de 17 à 18 % et 8 à 14 %. L'addition de molybdène (de 2 à 3 %) leur confère une bonne tenue dans les milieux acides et ceux générateurs de piqûres ou de corrosioncaverneuse.

La forte proportion de nickel sert à donner et à conserver la structure austénitique (γ) à ces aciers même à température ambiante, en plus d'augmenter leur résistance à la corrosion. Cette structure est thermodynamiquement instable à température ambiante. Elle est obtenue grâce à des trempes depuis 1000 ou 1150 °C. Les aciers austénitiques associent une bonne résistance à la corrosion à une résistance mécanique élevée, ils sont ductiles, résistants au choc et non-magnétiques; ils ne se trempent pas, mais peuvent acquérir une certaine dureté par déformation à froid. A l'état recuit, ils possèdent à ce moment une plus grande ductilité et une meilleure ténacité que les aciers ordinaires.

Même si leur teneur en carbone est relativement faible, ces aciers sont très sensibles à la corrosion inter-granulaire due à la précipitation de carbures. Ils sont utilisés dans les domaines de l'agro-alimentaire, du nucléaire, du bâtiment, des transports, de l'industrie chimique, de l'électroménager, etc [20].

La figure I.13 représente une microstructure d'un acier inoxydable austénitique consiste en des grains austénites qui peuvent montrer des macles.

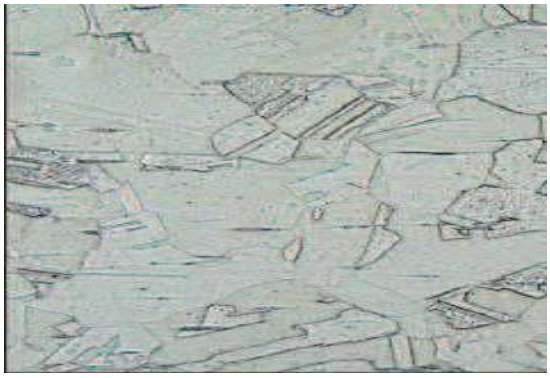


Figure I.13 : Structure d'un acier inoxydable austénitique.

I. 9.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques

Les aciers austéno-ferritiques sont des mélanges biphasés ferrite et austénite (d'où leur nom anglais de *duplex*), et contiennent des teneurs en chrome, molybdène et azote relativement élevées. Ils sont obtenus par trempe depuis une structure mixte austénite-ferrite. Les principales nuances contiennent 22 à 25 % de chrome et 4 à 7 % de nickel. Les incorporations de molybdène (3 ou 4 %) et d'azote (0,1 à 0,3 %) permettent de limiter les corrosions par piqûres et par crevasses.

Alliant les bonnes propriétés de résistance à la corrosion des aciers ferritiques et les hautes résistances mécaniques des aciers austénitiques, ces aciers sont utilisés dans des conditions relativement agressives : industries chimique, pétrolière et maritime [20].

La microstructure de base de l'acier inoxydable duplex consiste de grains d'austénite dispersés dans une matrice ferritique, comme s'est montré sur la figure I.14.

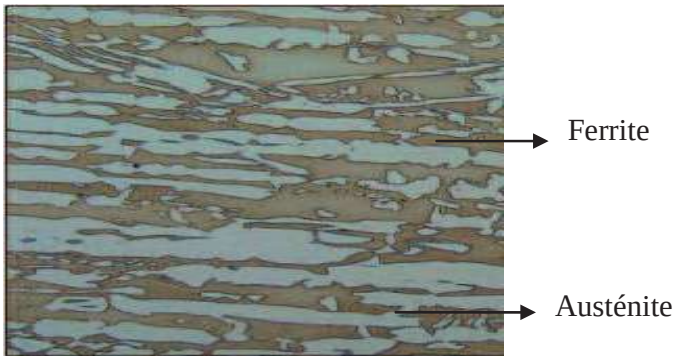


Figure I.14 : La structure d'un acier inoxydable duplex.

En plus de ces quatre principaux catégories d'aciers inoxydables, on peu cité une autre famille de ces aciers, c'est les aciers inoxydables à durcissement par précipitation.

I. 9.5. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Les caractéristiques mécaniques de cette famille d'aciers sont obtenues à l'issue d'un traitement de durcissement secondaire afin d'améliorer des propriétés de résistance. Cette seconde phase est constituée par une fine précipitation de composés intermétalliques [4].

I. 10. Désignation des aciers inoxydables

Les normes relatives à la classification des aciers inoxydables sont variables d'un pays à l'autre. Les nuances d'aciers inoxydables sont désignées en Europe par une série de chiffres de type 1.4000 (norme EN 10088) et aux États-Unis par trois chiffres (norme AISI : American Iron and Steel Institute). Par exemple, 1.4301 (ou AISI 304) correspond à un inox austénitique qui comprend 18 % de chrome et 10 % de nickel. En outre, la lettre L dans l'appellation américaine indique un très faible taux de carbone qui garantit une meilleure résistance à la corrosion, à l'instar de la nuance 316L (ou 1.4404). L'Euronorme indique aussi de manière plus détaillée la composition : par exemple X5CrNi18-10 (acier très allié désigné par la lettre X, la teneur en C multipliée par 10, les principaux éléments suivis de leur teneur en %).

I. 11. Traitements thermiques des aciers inoxydables

Tous les types de traitements sur les aciers inoxydables assurant une bonne résistance à la corrosion ont pour but de rendre la répartition en chrome du métal la plus homogène possible en évitant toute précipitation de phases riches en chrome et donc toute diminution de la teneur en chrome dans les zones avoisinantes.

Dans le tableau I.1, nous présentons les principaux traitements types de traitements thermiques pour les aciers inoxydables.

Tableau I.1 : Caractéristiques des traitements thermiques des aciers inoxydables [21].

Traitement thermique	**Objectif**	**Processus métallurgique mis en œuvre**
Homogénéisation	-diminuer l'ampleur des ségrégations. -obtenir une phase homogène.	Maintien à haute température (diffusion des éléments ségrégés, dissolution de précipités ou de phases intermétalliques).
Durcissement	Augmenter les caractéristiques mécaniques.	- Austénitisation puis transformation martensitique. - Durcissement secondaire par précipitation.
Adoucissement	-augmenter la ductilité. -diminuer la fragilité.	- Elimination des dislocations par restauration ou recristallisation. -Coalescence et globalisation des précipitées -Grossissement de grain. -Transformation de phase.
Détente	Eliminer une partie des contraintes résiduelles.	-Par abaissement de la limite d'élasticité avec la température. -Par relaxation des contraintes.
Traitements superficiels	Augmenter la dureté en surface.	Apport d'interstitiels.
désensibilisation	Supprimer la sensibilité à la corrosion intergranulaire due aux carbures de chrome	Homogénéisation de la teneur en chrome autour des carbures (diffusion)

I. 12. La passivation des aciers inoxydables

A l'exception des métaux nobles comme l'or, la surface des métaux est toujours oxydée. Si cette couche de corrosion est soluble dans le milieu aqueux environnant, le processus se propage progressivement jusqu'au cœur du matériau par un mécanisme de formation/dissolution de la couche d'oxydes. Au contraire, si la couche de corrosion est peu soluble et reste en surface sous forme solide, elle ralentit, voire inhibe, le phénomène de corrosion. Cette couche de corrosion est appelée « film passif » car l'alliage n'est plus réactif vis-à-vis du milieu extérieur.

I. 12.1. Le film d'oxyde

Les aciers inoxydables se recouvrent d'un film d'oxyde protecteur, très mince à la surface de l'alliage métallique leur conférant une bonne résistance à la corrosion. Cette couche passive mesure 1 à 3 nanomètres d'épaisseur [22], elle se forme et se renouvelle seul en présence d'oxygène ou d'eau. Elle se compose d'un mélange d'oxyde de fer, oxyde de chrome et, si le molybdène est présent dans l'acier en bloc, on aura la présence d'un oxyde de molybdène [23].

I. 12.2. Stabilité du film passif

La couche passive est stable, mais dans certaines conditions seulement.

Cependant, la stabilité et les propriétés protectrices des films d'oxydes relèvent plutôt de facteurs structuraux et cinétiques. Les éléments d'alliage comme le chrome améliorent la stabilité de ces films.

Quand un choc a lieu dans un milieu particulièrement agressif, l'acier inoxydable perd localement sa passivité, et dans ce cas, devient susceptible de se corroder.

I. 12.3. Propriétés des films passifs sur les aciers inoxydables

Pour déterminer la plus ou moins grande résistance à la corrosion des aciers inoxydables, il faut connaître les caractéristiques physico-chimiques de ces couches d'oxydes. Les films passifs assurent la résistance à la corrosion par l'établissement d'une couche d'oxyde ou hydroxyde riche en chrome, qui constitue une barrière de diffusion qui réduit ainsi fortement la conductivité ionique. Le film passif, très adhérent au substrat métallique, empêche ou limite le contact entre l'alliage et les agents agressifs présents dans l'environnement et donc les phénomènes de corrosion.

I.13. Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques du type Fe-Cr-Ni représentent 80% du marché mondial des aciers inoxydables. Ceci est dû au fait que leur structure cristallographique de type cubique à faces centrées leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles sur un très large domaine de température.

Ces aciers ont deux caractéristiques métallurgiques principales : ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gammagènes, comme le nickel, pour leur conférer leur structure cubique à faces centrées.

I.13.1. Composition chimique et additions

Le chrome doit être supérieur à 16% pour assurer l'inoxydabilité et le nickel doit être supérieur à 8% pour obtenir la structure austénitique. Selon leur teneur en carbone, ces aciers peuvent être classés en trois catégories [10] :

- $C \leq 0{,}030$ % : aciers dits à bas carbone;

- 0,03 % < C ≤ 0,08 % : aciers dits à carbone moyen ;
- C ≥ 0,08 % : aciers dits à carbone élevé.

La présence de nickel dans ce type d'acier améliore les propriétés mécaniques du matériau, notamment sa ductilité (aptitude à la déformation), ainsi que la résistance à la corrosion, en participant à la formation de la couche passive d'oxyde de nickel [24], ce dernier s'oxyde par la réaction suivante :

$$2\ Ni + O2 \rightarrow 2\ NiO$$

D'autres éléments (molybdène, manganèse, silicium, titane, niobium, tungstène, vanadium) sont ajoutés dans le but d'améliorer les propriétés de l'acier austénitique, notamment leur résistance à la corrosion et leur stabilité à température élevée.

Ces aciers sont amagnétiques et sont formables et soudables. Le procédé d'écrouissage permet d'augmenter leur résistance mécanique, bien que cela rende parfois le métal légèrement magnétique et peut éventuellement réduire la résistance à la corrosion.

La nuance d'aciers inoxydables austénitiques la plus utilisée est le X5CrNi18-10 (avec une désignation américaine 304) dont la composition en masse est présentée dans le tableau I.2. C'est un acier austénitique au Cr-Ni du type 18/10, non magnétique, acier tenace à froid, température de formation de calamine 850 ºC.

Cette qualité est destinée aux appareils pour l'industrie d'alimentation et de boissons, aux appareils de ménage, aux armatures et pièces inoxydables de tout genre et ne peuvent donc pas durcir par trempe. Ils sont beaucoup moins sensibles au phénomène de grossissement de grain à haute température que les aciers ferritiques et, du fait de leur structure cubique à faces centrées, ils ne présentent pas de rupture par clivage (rupture fragile) ce qui minimise considérablement les conséquences du grossissement des grains et fait d'eux des matériaux de choix pour les applications cryogéniques.

Tableau 1.2 : Composition de l'acier inoxydable austénitique AISI 316.

Fe	C	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	N
reste	max 0.07	17.0-19.5	8.0-10.5	≤ 1.0	≤ 2.0	≤ 0.045	≤ 0.015	≤ 0.110

I.13.2. Propriétés des aciers inoxydables austénitiques

La structure de ces aciers est une austénite γ (phase gamma amagnétique) avec présence éventuelle d'une phase ferritique δ (delta) résiduelle. L'austénite métastable peut se transformer en martensite par déformation plastique et/ou refroidissement à basse température. La stabilité de l'austénite peut être augmentée par addition d'éléments gammagènes : carbone, nickel, manganèse, azote, cuivre...

Les aciers austénitiques possèdent une bonne résistance à la corrosion en général. Ils ne présentent pas de durcissement après traitement thermique ; leurs caractéristiques mécaniques peuvent être augmentées par addition d'azote ou par déformation à froid.
Ces aciers sont en général livrés à l'état hypertrempe : ils ont subi un réchauffage à environ 1050°C (mise en solution des carbures de chrome) puis un refroidissement rapide à l'air ou à l'eau (pour empêcher la précipitation des carbures de chrome) [25].
Ils sont caractérisés par une bonne soudabilité associée à une bonne résilience à basse température, et une bonne sécurité vis-à-vis du risque de rupture fragile, ce qui justifie leur emploi dans le domaine des équipements sous pression.

En principe, voici les principales propriétés des aciers inoxydables austénitiques :

- ductilité et résilience importantes, y compris à basse température,
- acier facilement écrouissable sans fragilité,
- pas de limite élastique,
- léger fluage à température ambiante,
- bonne résistance mécanique à chaud,
- bonne soudabilité,
- faible conductivité thermique,
- coefficient de dilatation élevé.

I.13.3. Classement des aciers inoxydables austénitiques

Selon la teneur en carbone et les éléments d'addition, les aciers austénitiques se classent de la façon suivante :

- ***aciers austénitiques sans molybdène*** : ces nuances sont très utilisées car elles assurent

un bon compromis coût - résistance à la corrosion,

- ***aciers austénitiques au molybdène*** : le molybdène améliore la résistance à la corrosion par piqûres (en présence de chlorures),
- ***aciers austénitiques à très bas carbone*** : une teneur en carbone inférieure à 0,03% permet d'éviter la corrosion intergranulaire car le carbone reste en solution solide et ne se combine pas avec le chrome pour former des carbures de chrome,
- ***aciers austénitiques stabilisés*** : l'addition de titane et/ou niobium empêche la précipitation des carbures de chrome consécutive à une opération de traitement thermique et/ou à des procédés de soudage. Ces aciers présentent en outre de bonnes caractéristiques mécaniques jusqu'à 600°C,
- ***aciers super austénitiques*** : des teneurs enrichies en nickel et azote procurent une structure entièrement austénitique à ces aciers initialement enrichis en chrome et molybdène, ce qui leur confère une excellente résistance à la corrosion dans un environnement agressif.

I.13.4. La nuance de base des aciers inoxydables (X5CrNi18-10)

La nuance de base X5CrNi18-10/1.4301 (AISI 304) contient 18% de chrome, 9,5% de nickel et 0,05% de carbone. La figure (I.15) présente les principaux types des nuances de cette famille.

Les développements de ces nuances sont basés sur l'influence isolée ou combinée des éléments d'alliage sur les propriétés de l'acier.

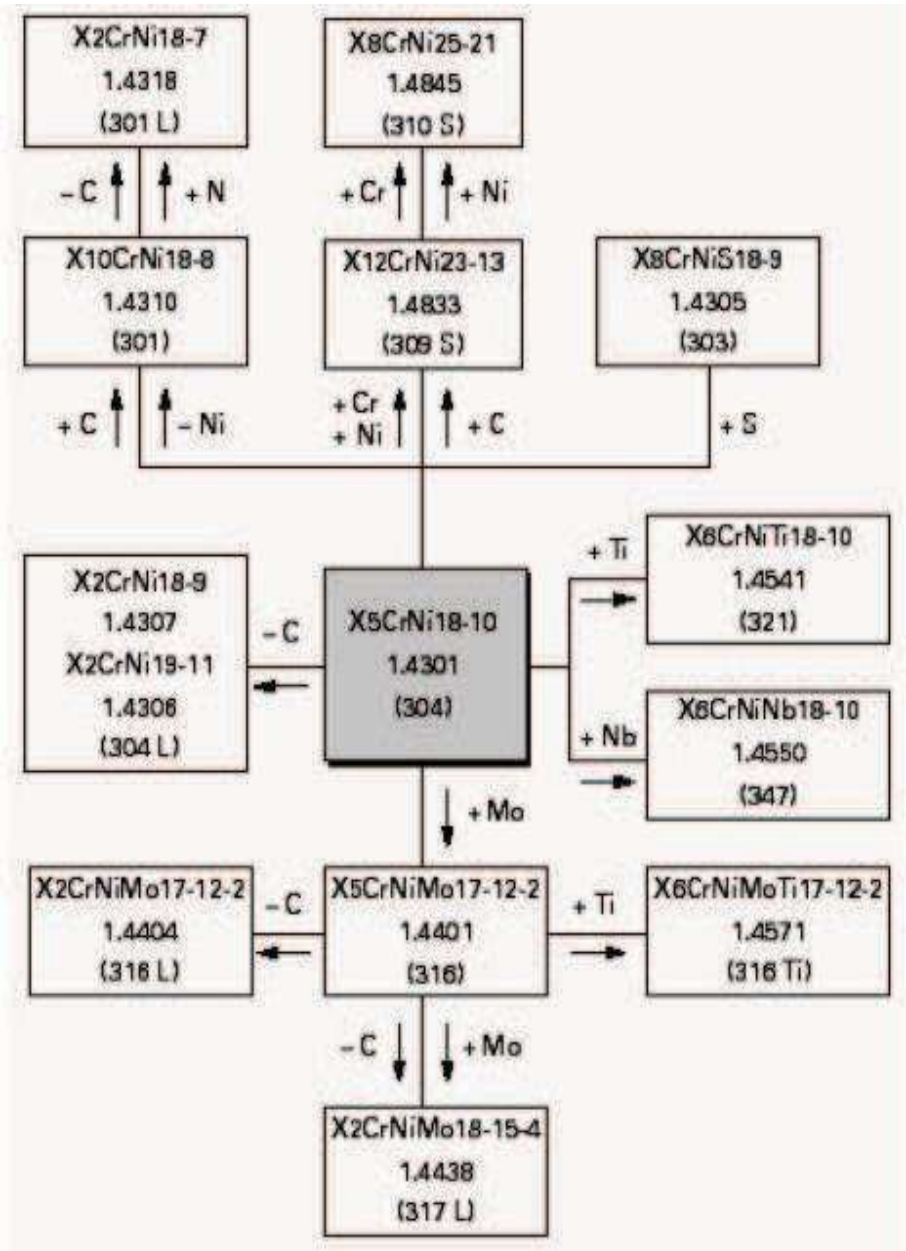


Figure I.15 : Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques au chrome- nickel (molybdène) dérivés de la nuance de base X5CrNi18-10(AISI 304).

I.13.5. Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques

I.13.5.1. Traitement d'hypertrempe

Ce type de traitement peut être classé dans les traitements d'homogénéisation. Il consiste en un maintien à haute température (de 1000 à 1150°C) suivi d'un refroidissement rapide [26].

Ce traitement a pour but d'obtenir à température ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments se trouvent en solution solide.

Lors du chauffage de ces aciers permettant d'obtenir une phase homogène, on cherche à mettre en solution dans la matrice austénitique des précipitations telles que, par exemple, la ferrite, la phase σ, les carbures de chrome, la martensite d'écrouissage, etc, qui auraient pu se produire pendant les opérations de formage à froid, à chaud et /ou de soudage [10].

Cette dissolution exige un couple temps-température minimal qui ne doit pas être franchi car cela pourrait générer une croissance des grains non souhaitable (il faut rappeler que les propriétés mécaniques à l'ambiante sont plus élevées pour les structures possédant des grains austénitiques plus fins).

Ce traitement permet aussi d'adoucir l'acier dans le cas où le traitement suit une opération de formage à froid, et, en plus, la recristallisation, si le formage à froid a entraîné un écrouissage supérieur à 15 ou 20 % [10].

Le refroidissement suffisamment rapide du métal permet de garder la phase austénitique à l'ambiante. Pourtant cette phase n'est pas stable thermodynamiquement : l'austénite est dans un état dit métastable et peut se transformer en phase martensitique sous l'action d'une déformation plastique, et/ou d'un simple maintien à basse température [21,26].

I.13.5.2. Traitement antiferrite

Certaines nuances d'acier austénitique sont sujettes à une solidification partielle en phase ferritique. Le traitement antiferrite a pour but de limiter la teneur en ferrite hors équilibre due aux surconcentrations locales en éléments alphagènes, qui se manifestent pendant la solidification (ségrégation). Cette phase est généralement préjudiciable à la tenue à la corrosion et cause une fragilité de l'acier.

Pour éliminer ce type de ségrégation, on utilise un traitement d'homogénéisation à une température entre 1150 et 1200 °C pendant lequel la diffusion achève son activité, suivi d'un refroidissement suffisamment lent jusqu'à la température d'hypertrempe pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la baisse de température [21,26].

I.13.5.3. Traitement thermomécanique

On peut augmenter les propriétés mécaniques à l'ambiante d'un acier inoxydable austénitique par laminage. Durant le laminage à chaud, on affine le grain par des cycles écrouissage-recristallisation, ce qui permet d'augmenter la limite d'élasticité.

I.13.6. Propriétés des films passifs sur les aciers inoxydables austénitiques

Le film passif formé sur l'acier inoxydable austénitique est constitué de deux régions comme le montre la figure (I.16). Une région interne en contact avec le substrat métallique (alliage) est constituée essentiellement de 1'oxyde de chrome. Alors que la région externe est composée principalement d'oxyde de fer. L'oxyde de nickel en faible quantité se trouve dans la région externe où il est associé à l'oxyde de fer [27].

L'enrichissement de ces aciers en chrome est du au fait que cet élément est le plus fortement oxydable. De plus, les oxydes de chrome sont moins solubles que les oxydes et hydroxydes de fer [28]. Enfin, la mobilité du chrome est plus faible, comparée à celle du fer. L'oxydation sélective du fer et du chrome provoque un enrichissement en nickel juste en dessous de l'interface métal/couche passive [28].

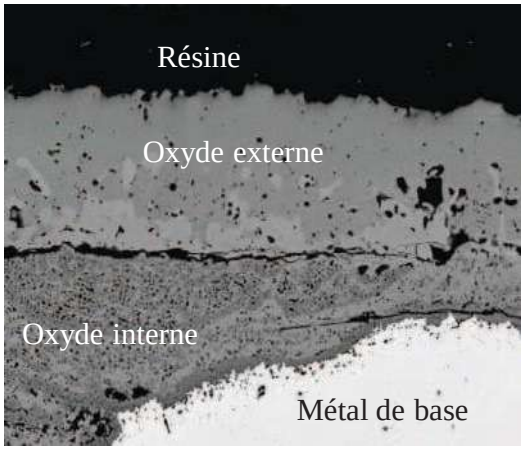


Figure I.16 : Micrographie d'un acier inoxydable 304 oxydé à 1000°C pendant 100h [45].

Chapitre II : Traitement Thermiquedes aciers

II.1. Introduction

Les traitements thermiques sont des opérations de chauffage, de maintien suivi d'un refroidissement qui ont pour but de donner à une pièce métallique les propriétés les plus appropriées pour son emploi. Ils permettent d'améliorer dans une large mesure les caractéristiques mécaniques d'un acier de composition déterminée. D'une façon générale, un traitement thermique ne modifie pas la composition chimique de l'alliage, mais apporte les modifications suivantes :

- Constitution (état de carbone et forme allotropique du fer).

-Structure (grosseur du grain et répartition des constituants).

-Propriétés mécanique.

Dont le but d'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à unemploi donné, à partir des modifications suivantes :

-Augmentation de la résistance à la rupture et de la limité élastique Rem, Re, en donnant unemeilleure tenue de l'élément.

-Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

II.2. Cycle d'un traitement thermique

En générale le traitement thermique comprend trois étapes :

-Un chauffage jusqu'à une température qui dépend de types de traitement voulu.

-Maintient isotherme à cette température de traitement.

-Un refroidissement dans un milieu préalablement défini.

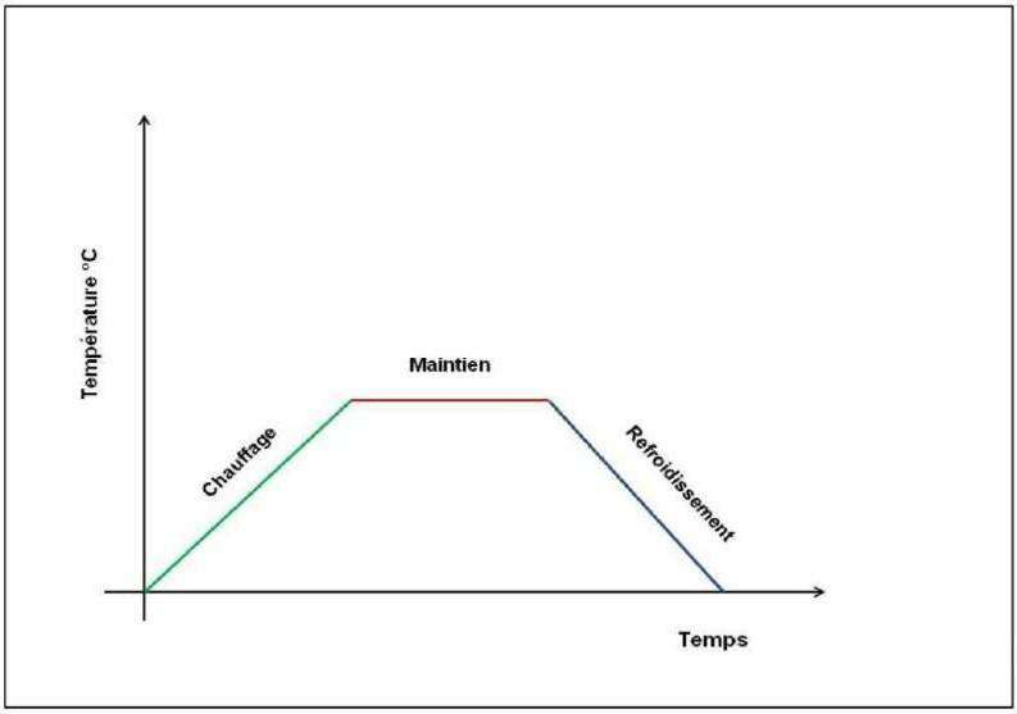


Figure. II.1. *Cycle de traitement thermique. [46]*

Eléments d'un traitement thermique

Un traitement thermique consiste à jouer sur trois éléments :

- la température.
- le temps le milieu de séjour durant le maintien en température (neutre ou réactif).

En général, la phase déterminante et critique est le refroidissement. La vitesse appropriée pour obtenir les caractéristiques voulues amène à choisir un milieu de refroidissement (par exemple air, eau, bain de sel, huile, gaz ou mélanges gazeux sous pression) en fonction de la dimension de la pièce à traiter et la trempabilité. [46]

II.3. Principaux type de traitement thermique

Les traitements thermiques appliqués aux aciers peuvent être classés en trois types principaux :

- Les traitements d'homogénéisation, généralement appliques sur les produits coulés avant leurstransformations ou également sur les produits déjà corroyés.

- Les traitements d'adoucissements par recuit ou restauration généralement appliqués en cours ou enfin de transformation.

Les traitements de trempe structurale comportent :

- une mise en solution.

- une trempe.
- une maturation ou /et un revenu produisant le durcissement. [47]

II.4. Gammes des traitements thermiques de l'acier

Les modes principaux de traitement thermique qui modifient de diverses manières la structure et les propriétés d'un alliage par des opérations de chauffage jusqu'à une certaine température, de maintienà cette température, et suivies d'un refroidissement à une vitesse plus ou moins accélérée sont :

- La trempe.
- Le revenu et le vieillissement.
- Le recuit.

Les principaux facteurs qui permettent de distinguer entre les différents types de traitementsthermiques sont la température de maintien et la vitesse de refroidissement. [47]

II.5. Trempe

Après chauffage et maintien, les pièces sont soumises à un refroidissement selon le mode approprié, dont la vitesse est réglée par le milieu de trempe utilisé, refroidissement qui peut se faire en air calme, air soufflé, dans l'huile, en bains de sels, … etc. Et suivant les alliages des pièces et les caractéristiques recherchées. Pour obtenir une trempe efficace, on est amené à chauffer le métal à une température assez élevée jusqu'au domaine austénitique. [48]

II.5.1. Différents types de trempe

On distingue différents types de trempe, soit la trempe martensitique, la trempe baintique, la trempe austénitique (aussi appelée hypertrempe).

Trempe martensitique

La trempe martensitique consiste à amener rapidement le métal à une température inférieure à la valeur critique Ms, généralement inférieure ou égale à 20 °C. Le refroidissement rapide de l'austénite provoque un blocage des atomes de carbone insérés dans le réseau gamma. Ce réseau devient quadratique centré instantanément. Cette nouvelle structure (solution solide d'insertion) se nomme martensite. Afin de pouvoir obtenir une structure martensitique, il faut que la vitesse de refroidissement soit supérieure à la vitesse critique de trempe martensitique. Il est évident que cette condition n'est pas réalisée en tous les points d'une pièce. En effet, la loi de refroidissement en un point d'une pièce dépend de la conductivité thermique du métal, de la forme et des dimensions de lapièce, ainsi que du pouvoir de refroidissement du fluide de trempe qui, lui, dépend de l'agitation du fluide. [49]

Trempe bainitique

Pour obtenir la bainite par trempe, l'acier austénitisé est refroidi à une température choisie, à vitessesuffisante pour éviter la transformation en ferrite ou perlite. On maintient à cette température (240°C à 450 °C) pour obtenir une transformation totale et l'on refroidit ensuite à la température ambiante. La température choisie pour la trempe bainitique dépend de la microstructure désirée (etla dureté recherchée) et de la vitesse de transformation de l'acier.

Les propriétés de la bainite confèrent certaines qualités aux aciers, malgré les inconvénients signalés, en particulier, une meilleure ductilité (pour les fortes teneurs en carbone) que pour la trempe martensitique, et de meilleures propriétés de fluage, (aux températures de 400 °C à 500 °C) que la martensite revenue. Dans les deux cas, les structures obtenues (martensiteou bainite) présentent une dureté élevée. [49]

Trempe austénitique (ou hypertrempe)

Les aciers austénitiques dont la structure ne change pas, aussi bien par chauffage que par refroidissement, ne « prennent » pas la trempe. Le procédé d'hypertrempe permet d'adoucir ces aciers et consiste à chauffer les pièces vers 1 100 °C. Le refroidissement doit être rapide pour éviter la précipitation des carbures vers 600 °C à 800 °C. Il est généralement effectué à l'eau. L'huile est utilisée comme fluide de trempe pour les aciers à forte teneur en nickel.

Cette technique est appliquée plus particulièrement au traitement des aciers inoxydables et desaciers ferromanganèse, pour permettre d'effectuer un usinage ultérieur ou maintenir, voire remettre en solution dans l'austénite, les carbures dont la précipitation dans les espaces inter-grains favoriserait la corrosion cristalline. [49]

II.5.2. Technologies de chauffage

Les trois types de trempe peuvent être exécutés dans à peu près tous les milieux de chauffage possible : four sous atmosphère contrôlée, four sous vide, bain de sel, etc. En somme, le choix de la technologie de chauffe est établi en fonction de la nature des pièces, sa grosseur, sa conductibilité, etc. Ci-joint un graphique illustrant de manière générale le cycle d'un traitement par trempe. Précisons ici qu'un traitement de trempe est toujours suivi d'un ou de plusieurs traitements de revenu afin d'enlever la fragilité du matériel, d'éliminer les contraintes et d'ajuster la duretéfinale.[49]

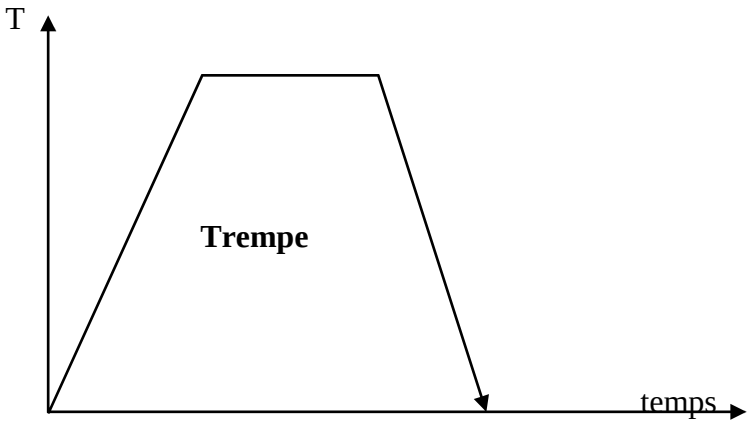


Figure. II.2. *Cycle thermique lors d'une trempe. [49]*

II.5.3. Choix de temps de maintien

Le maintien du métal à la température de trempe doit assurer le chauffage à cœur et l'achèvement des transformations de phase, sans qu'il soit trop lent pour éviter le grossissement des grains et la décarburation des couches superficielles des pièces.

La durée totale du chauffage tt dépend:

- du temps d'échauffement à cœur "téc" jusqu'à la température demandée. Ce temps dépend dela forme et des dimensions des pièces, de la nuance de métal, du type de fours, …etc.
- du temps de maintien isotherme "tmi" qui dépend de la composition et de l'état initial de métal.

Donc: tt = téc + tmi

En réalité pour déterminer tt, on se réfère aux données expérimentales. Le tableau. (II.1) résume la durée moyenne rapportée à 1 mm d'épaisseur dans différents types de fours.

Moyen de chauffage	Durée en (s/mm) d'épaisseur de pièce		
	Ronde	Carrée	Rectangulaire
Four électrique	40-50	50-60	60-75
Four à flamme	35-40	45-50	55-60
Bain de sel	12-15	15-18	18-22
Bain de plomb	6-8	8-10	10-12

Tableau. II.1.*Durée approchée d'austénitisation dans différents types de fours. [50]*

II.5.4. Milieux de trempe

La trempe s'effectue en général soit à l'eau, à l'huile ou à l'air. Le milieu de trempe est choisi surtout en fonction de la trempabilité de l'acier. La nature du bain de trempe (eau, huile…etc.) caractérise la vitesse de refroidissement de la pièce immergée après chauffage.

Nature du bain	Vitesse de refroidissement
Saumure	220 ºC/ seconde
Eau froide	160 ºC/ seconde
Eau tiède	150 ºC/ seconde
Eau chaude	140 ºC/ seconde
Huile de trempe	70 ºC/ seconde
Air soufflé	20 ºC/ seconde
Air calme	2 ºC/ seconde
Dans un moule de sable	0.05 ºC/ seconde
Dans le four	0.01 ºC/ seconde (ou selon la programmation du cycle)

Tableau. II.2. *La vitesse de refroidissement selon la nature du bain de trempe. [50]*

L'essai Jominy

Il a pour but d'obtenir, en une seule opération sur une éprouvette normalisée des indicationsglobales sur la trempabilité d'un acier, sous forme d'une courbe appelée courbe Jominy.

Cet essai est réalisé en trois étapes :

- l'austénitisation d'une éprouvette normalisée prélevée dans l'acier à tester.
- le refroidissement en bout par un jet d'eau dans des conditions imposées.
- la mesure de dureté sur un méplat le long d'une génératrice et dont l'usinage ne doit pas provoquer un échauffement excessif. Les points de mesure de la dureté sont situés à : 1,5 - 3 - 5 - 7

9 -11 - 13 - 15 - 20 – 30 - 40 - 50 - 60 - 70 - 80 mm de l'extrémité arrosée et sont désignés par J1,5- J3 - J5 – Jx. [51]

Trempe à l'eau

Ce traitement est réservé à des aciers peu alliés qui ont besoin de ce médium pour atteindre les caractéristiques recherchées (1045, W1). Le taux de refroidissement dans l'eau étant très élevé, ce traitement présente des risques importants de distorsion, voire de fissuration. [51]

Trempe à l'huile

Ce traitement est réservé utilisée pour des aciers faiblement alliés comme 1045, 4140, 4340, 8620,9310, 52100 ou des aciers outils tel que le O1. [51]

Trempe à l'air forcé

Ce traitement est surtout utilisé sur des aciers dont les dimensions sont supérieures à la capacité des fours sous vide (par exemple, aciers inoxydables 410, 420, 431 et acier outilH13). [51]

Trempe sous vide

Ce type de traitement s'adresse essentiellement aux aciers outils (A2, D2 S7, H13, H21, T1, M2) etaux aciers inoxydables martensitiques. [51]

Trempe subzéro (ou cryogénique)

Ce procédé consiste à refroidir dans la neige carbonique, ou l'air liquide, les pièces traitées en trempe étagée martensitique dont la transformation austénite-martensite est insuffisante pour obtenir la dureté recherchée. Cette trempe est très intéressante avec les aciers cémentés pour lesquels la température de trempe n'est qu'un compromis entre la température assurant la trempe à cœur et celle assurant la trempe des couches extérieures. Le traitement par le froid (ou traitement cryogénique) consiste à refroidir les pièces mécaniques en dessus de la température ambiante après un traitement thermique de trempe. La température de maintien se situe entre 0 °C et 150 °C (le plussouvent entre 80 °C et 100 °C pour les aciers). [51]

II.6. Revenu

Le revenu est une opération finale du traitement thermique qui a pour but de corriger les défauts causés par la trempe. Il consiste à chauffer le métal trempé à une température inférieure à Ac1, à le maintenir à cette température et enfin à le refroidir jusqu'à la température ambiante. Le revenu provoque une évolution de la structure du matériau vers un état plus proche de l'état physico- chimique d'équilibre, sans toutefois l'atteindre. Il permet d'avoir un compromis satisfaisant entre les propriétés de résistance (Rm, Re, H) et de plasticité (A, Z et K).

La vitesse de refroidissement après revenu a une influence très faible sur l'état des contraintes résiduelles. Néanmoins plus le refroidissement est lent, plus les contraintes résiduelles sont faibles.[52]

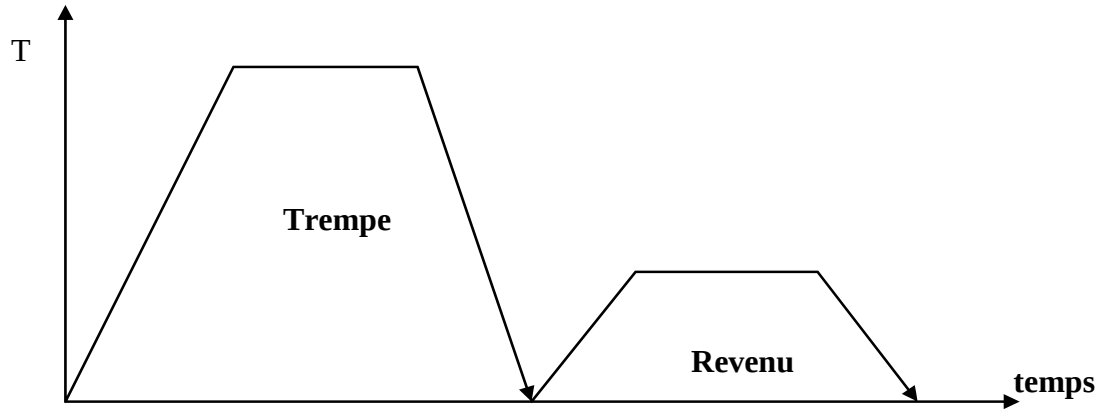


Figure. II.3. *Cycle thermique complet d'une trempe et revenu. [52]*

II.6.1. Revenu de relaxation ou de détente

Il s'effectue entre 180°C et 220°C. Il ne provoque aucune modification de structure mais une relaxation des contraintes multiples dues au refroidissement brusque de la trempe et au changement de structure austénite martensite. Il provoque une légère diminution de la dureté et une légère remontée de la résilience. Il est fait sur des pièces soumises à des fortes sollicitations sans choc ou devant conserver une forte dureté superficielle. [52]

II.6.2. Revenu de structure ou classique

Dans ce cas, le revenu s'effectue entre 500°C et Ac1. On observe une augmentation des caractéristiques K, A et Z et une diminution plus importante de H, R_m et R_e. Ce type de revenu permet d'établir un compromis entre les caractéristiques mécaniques suivant l'emploi des aciers.[52]

II.6.3. Revenu de durcissement

Des revenus effectués entre 450 et 600°C sur des aciers alliés peuvent provoquer des durcissements appelés durcissements secondaires (cas des aciers à outils au chrome ou des aciers rapides). Il y a d'abord précipitation des carbures complexes maintenu en solution dans un reste d'austénite résiduelle puis une déstabilisation de cette dernière qui se transforme en martensite au moment du refroidissement. Ces deux transformations successives vont donc nécessiter un second revenu pour éviter que la martensite secondaire ne provoque pas fragilité excessive. (Dans certains aciersrapides, trois revenus successifs peuvent être nécessaires). [52]

II.6.4. Revenu à basse température

Il s'effectue avec un chauffage vers 250°C et permet de diminuer les contraintes internes. Il transforme la martensite de trempe en martensite de revenu. Ce revenu

augmente la résistance et améliore la ductilité sans altérer sensiblement la dureté (58 + 63 HRC), d'où une bonne tenue à l'usure. Il s'applique aux outils de coupe et aux instruments de mesure en acier au carbone et faiblement alliés. La durée de ce revenu varie de 1 à 3 heures. [52]

II.6.5. Revenu à température intermédiaire

Il se réalise entre 350 et 500°C et s'emploie pour les ressorts variés et les étapes. Il permet d'obtenir une limite élastique et une résistance à la fatigue élevées. La structure est de type troostite de revenu ou troostite - martensite dont les duretés varient de 40 à 50 HRC. Le refroidissement après revenu à
400 ou 450°C se fait à l'eau, ce qui contribue à la formation en surface de contraintes de compression résiduelles qui élèvent la limite de fatigue des ressorts. [52]

II.6.6. Revenu à haute température

Il se fait entre 500 et 680°C. Il donne à l'acier la structure sorbite de revenu. Ce type de revenu crée un meilleur rapport entre la résistance et la ductilité de l'acier. La trempe suivie de revenu à haute température (ce traitement double est appelé amélioration) améliore par rapport à l'état normalisé ou recuit les limites de rupture et d'élasticité. La striction et surtout la résilience.

L'amélioration est appliquée surtout aux aciers de construction à moyen carbone (0,3 + 0,5%). [52]

II.7. Recuit

Les aciers possèdent un caractère apte d'acquérir grâce à des traitements thermiques variés, toute une gamme de propriétés très différentes. Les recuits en général amèneront les alliages en équilibre physico-chimique et mécanique. Ils tendent à réaliser l'équilibre structural en faisant disparaître les états hors d'équilibre résultants des traitements thermiques et mécaniques antérieurs.

Le recuit correspond aux valeurs maximales des caractéristiques de ductilité. (Résilience et allongement) et aux valeurs minimales des caractéristiques de résistance (dureté, limite élastique, charge à la rupture). Le recuit a pour but de :

- Diminuer la dureté d'un acier trempé.
- Obtenir le maximum d'adoucissement pour faciliter l'usinage ou les traitements mécaniques.
- Régénérer un métal écroui ou surchauffé.

- Homogénéiser les textures hétérogènes.
- Réduire les contraintes internes. [53]

II.7.1. Cycle thermique d'un recuit comprend

a. Un chauffage jusqu'à une température dite de recuit qui dépend du type de recuit à réaliser.

b. Un maintien isotherme à la température de recuit ou des oscillations autour de cette température.

c. Un refroidissement très lent généralement à l'air calme. La vitesse de refroidissement doit êtreinférieure à la vitesse critique de recuit, voir (fig.4). [53]

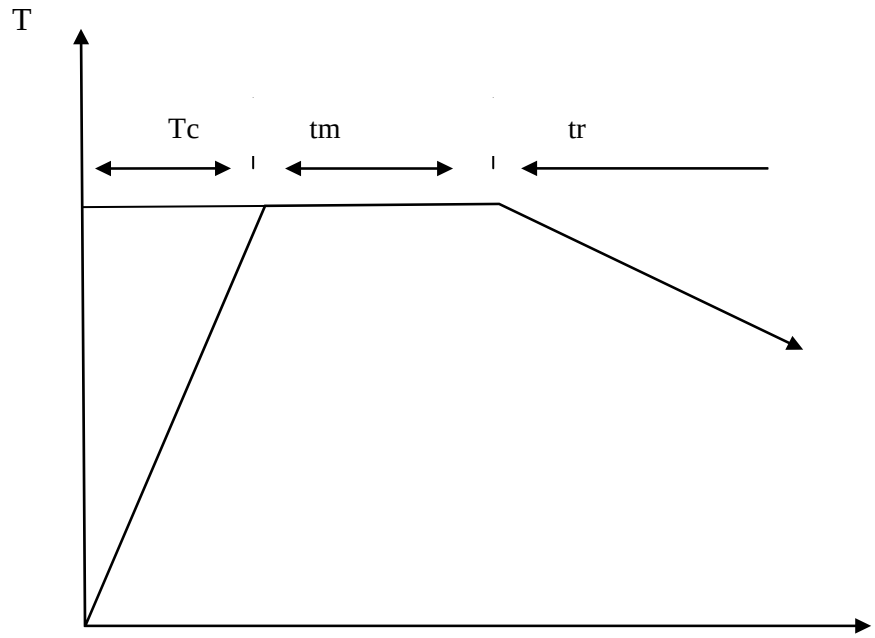


Figure. II.4. *Cycle thermique d'un recuit comprend. [53]*

Tr : température de recuit
tc : temps de chauffage
tm : temps de maintien
tr : temps de refroidissement

II.7.2. Recuit d'homogénéisation

Ce traitement s'applique surtout aux produits bruts de coulée en alliages à large intervalle de solidification (eupro-étain, eupro-béryllium), pour en faciliter la transformation ou pour améliorer les propriétés technologiques des demi-produits.

Il a pour effet d'atténuer ou de supprimer la ségrégation dendritique, de dissoudre les phases hors d'équilibre, de précipiter les éléments en solution sursaturée et de répartir uniformément les constituants.

L'homogénéisation peut, parfois, être accélérée par la pratique du recuit oscillant au cours duquel latempérature de maintien parcourt un certain nombre de cycle entre deux valeurs encadrant généralement un point de transformation. [53]

II.7.3. Recuit d'adoucissement

Ce type de recuit consiste au chauffage de longue durée de l'acier aux températures près de AC_1 (650 - 680°C) suivi d'un refroidissement lent d'environ 10°C'/h. Pour les aciers à carbone, la température de chauffage étant de 650 à 750°C.

Pour le domaine de phase $\gamma + Fe_3C$, si on refroidit lentement à partir de la température un peu plus supérieure à AC_1, au point AR_1, se cristallise le carbide précipité directement en grains globulaires,

ce qui détourne la formation de la perlite lamellaire.

Le but du recuit d'adoucissement est de donner à l'acier une structure convenable à la trempe et dela transférer à un état usinable et ductile. Après le forgeage et la normalisation la structure des aciersà carbone est perlitique. [53]

Recuit complet

Il comporte un chauffage et un maintien vers (Ac3 + 50°C) suivis d'un refroidissement au four à de faible degrés de surfusion afin d'assurer la décomposition de l'austénite et de parer à la formation destructures à grande dureté (martensite, bainite). Ce recuit s'effectue sur des pièces ayant subies des traitements thermiques et mécaniques variés afin de faciliter leur usinage ou leur déformation à froid. C'est ce qu'on désigne généralement sous le terme "recuit". [53]

Recuit régénération

Ce recuit est utilisé pour rétablir la structure normale après un traitement thermique défectueux,mais il ne peut s'appliquer qu'aux métaux et alliages qui présentent un changement de phase. Il consiste à porter les pièces, pendant un temps relativement court, un peu au-dessus du point de transformation.

Le cas le plus fréquent est la destruction de la structure de surchauffe qui favorise la fragilité inter granulaire. Ce traitement n'est pratiquement pas applicable aux alliages cuivreux industriels, dont la régénération du grain après surchauffe ne peut être obtenue que par un écrouissage suivi d'un recuit de recristallisation. [53]

Recuit de détente

Ce recuit est surtout utilisé pour éliminer ou atténuer les contraintes internes des produits mis en forme à froid. Il est effectué dans une zone de température inférieure à celle de la recristallisation, de manière à ne pas trop altérer les caractéristiques mécaniques obtenues

par écrouissage. Le recuit de détente est également utilisé pour stabiliser certaines pièces en cours d'usinage, lorsque la coupe dissymétrique des fibres détruit l'équilibre des contraintes internes et provoque des déformations.[53]

II.7.4. Recuit recristallisation

Le travail à froid d'un métal par déformation plastique (laminage, tréfilage…) conduit à un écrouissage. Une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et une grande densité de défauts cristallins. La structure devient fragile et s'accompagne d'un accroissement des propriétés de résistance et d'une réduction des propriétés plastiques. Ce recuit s'effectue dans la zone de recristallisation située au-dessus d'une température qui dépend de la nuance de l'acier et de son degré d'écrouissage. Il y a germination de nouveaux grains puis croissance jusqu'à contact mutuel. [53]

II.7.5. Recuit de coalescence

Ce recuit consiste, après chauffage à une température légèrement inférieure à Ac1, à maintenir l'acier à cette température pendant un temps plus ou moins long, puis à le refroidir lentement, de façon qu'il soit dans un état aussi doux que possible et exempt de contraintes. Il s'agit également d'un recuit permettant de faire évoluer la forme géométrique des carbures, telles que les lamelles de cémentite, vers la forme sphérique stable. Il sert également à améliorer la capacité de déformation à froid du matériau traité. [53]

II.8. Conclusion

En conclusion nous disons que le traitement thermique de l'acier a plusieurs types et se déroule par de nombreuses étapes afin de nous donner un acier avec de bonnes propriétés appropriées.

Chapitre III

Résultats et discussion

Introduction

Dans ce chapitre, nous avons exposé des dizaines résultats des travaux de recherche concernant les effets de traitement thermique sur les aciers est ses alliages d'une façon collectionné et synthétisé selon leurs impact sur les différentes propriétés communs, dont le but de faciliter la recherche dans ce sujet.

III.1- Matériau utilisé :

Le matériau, utilisé dans cette étude, est l'acier austénitique 316. Sa composition chimique est représentée dans le tableau **III.1**

Tableau III.1-Composition chimique de l'acier inoxydable X5CrNi18-10.

C%	Cr%	Ni%	Si%	Mn%	P%	S%	N%
Max 0,07	17-19 ,5	8-10,5	≤ 1	≤ 2	≤ 0,045	0,015	0,11

III.2 Appareillage :

III.2-1 Four de traitement thermique :

Four à chambre isolant de fibres électriques de haute précision est un four de laboratoire universel, conçu pour tester des matériaux, traiter thermiquement, tels que le revenu, le frittage ou la cuisson d'échantillons de céramique et de grès jusqu'à 1300 ° C. Pour éliminer les gaz ou les fumées dégagés lors du traitement thermique, un système d'échappement peut également être installé dans les produits. Le four convient parfaitement aux laboratoires scientifiques, aux établissements d'enseignement, aux ateliers de céramique, à la médecine et à l'industrie.



Fig. III-1 Four à chambre isolant de fibres électriques de haute précision.

III.2-2 Polisseuse



Figure III.2- Polisseuse HITECH ()

III.2-3 Microscope Optique (MO)

Afin de mettre en évidence la microstructure de nos échantillons, nous avons effectué l'examen métallographique des surfaces polies au microscope optique.

Nous avons utilisé un microscope optique de type OPTIKA équipé de 4 objectifs de grossissements 40, 100, 200 et 400 fois et de deux oculaires avec un grossissement de 10 fois. L'acquisition des micrographies a été effectuée au moyen d'une caméra vidéo solidaire du microscope et reliée à un ordinateur contenant le logiciel d'acquisition (Eye'sCora) et de traitement des résultats (PicedCora).



Fig. III.3- Microscope optique de type « OPTIKA» ()

III.2.4-Machine de dureté (Brinell) :

L'essai consiste à faire pénétrer en appliquant une force F un pénétrateur ayant une forme de bille diamètre D, généralement du carbure poli ou céramique trempé, dans lemétal à tester.



Fig. III.4- Un duromètre de Brinell.

III.3 Préparations des échantillons :

III.3-1 Prélèvement d'un échantillon brute

Dans notre étude, nous avons utilisé un acier inoxydable austénitique de nuance X5CrNi18-10 (18%Cr et 10%Ni) sous forme d'une barre de diamètre de 7mm.

Des petits échantillons de forme cylindrique ont été découpés à l'aide d'une scie métallique



Fig. III.5- Echantillon d'acier inoxydable X5CrNi18-10 brute.

III.3-2 Etude métallographique :

III.3-2-1 Préparation des surfaces :

a) Polissage

Les échantillons ont subi un cycle de polissage réalisé sur une polisseuse de type HITECH tournant à 400 tours/min sur lequel est collé un papier abrasif. Le polissage est réalisé sous lubrification continue (jet d'eau) pour éviter tout échauffement local suite au frottement, en utilisant des papiers abrasifs de différentes granulométries : 120, 240, 400, 1200. Les papiers ont été utilisés successivement dans l'ordre décroissant de la granulométrie en prenant soin de tourner l'échantillon de 90° afin d'éliminer les rayures laissées par le polissage précédent. Sur chaque papier, on maintient en contact l'échantillon pendant 2 à 3 minutes. Pour la finition, nous avons utilisé une suspension d'alumine Al_2O_3 dispersée sur un feutre collé à un disque tournant.

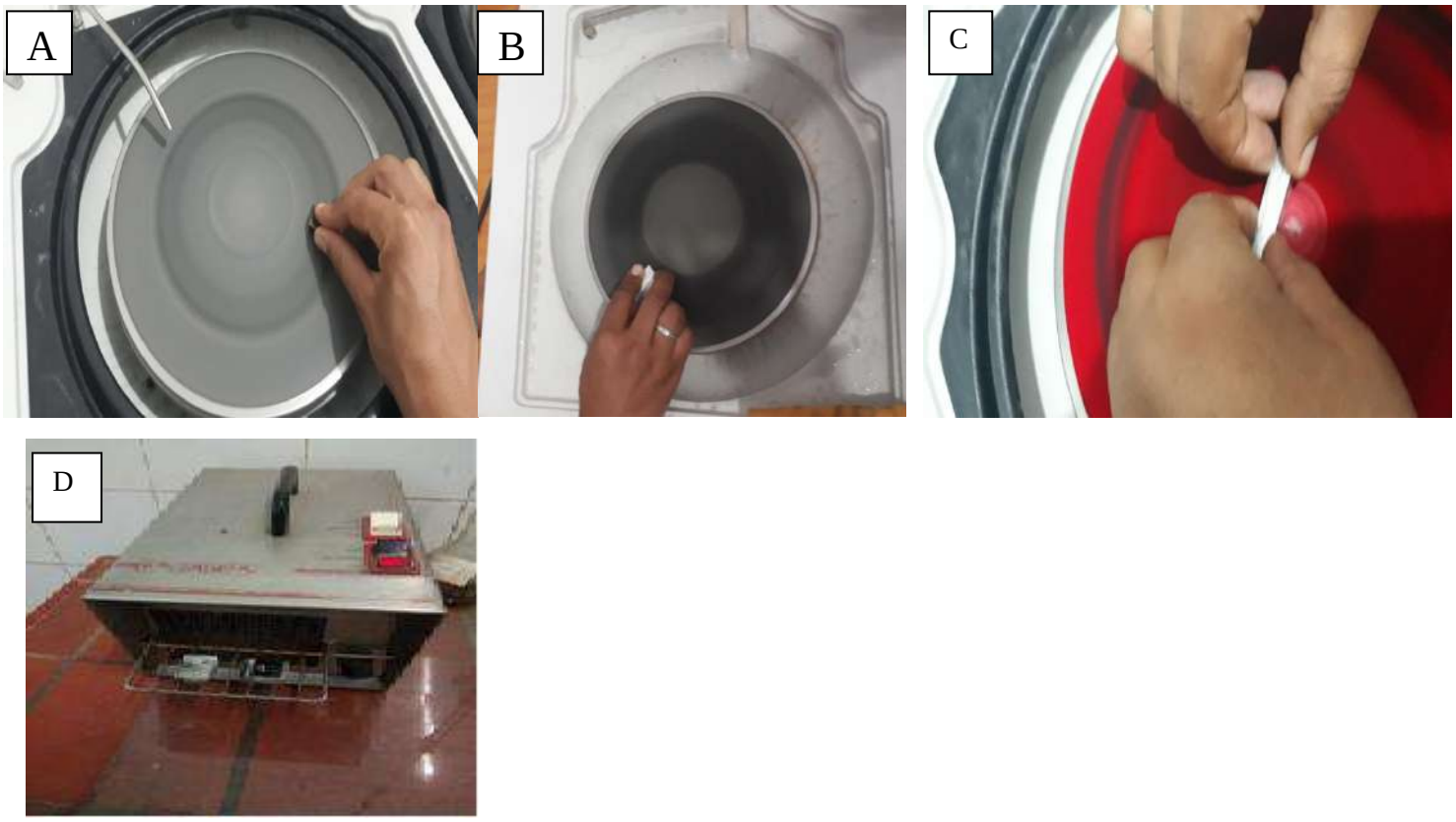


Fig.III. 6: Des photos expriment l'opération de polissage.
(A) Polissage par des différents papiers abrasifs, (B) le polissage pré-final, (C) la finition par la pâte diamanté, (D) séchage des échantillons.

b) Une attaque chimique:

Préparation des solutions:[VILLELA]

- **Pour l'acier inoxydable :**

La solution contient 30ml de HCL concentré + 15 ml de HNO3+ 45 ml de Glycérine avec une duré d'attaque = 4 min.a T° ambiante.

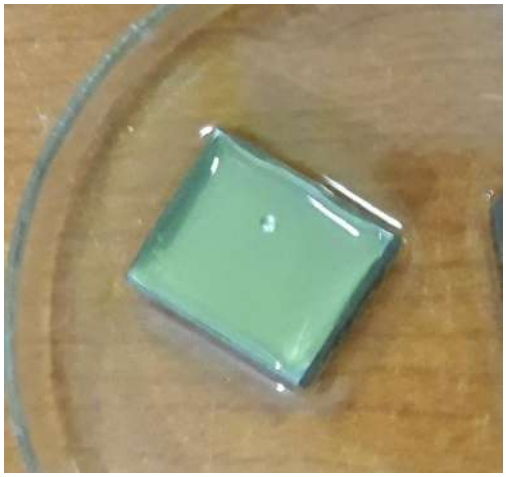


Fig. 7: Photo représentant l'attaque chimique d'échantillons (acier inoxydable)

III.3-2-2 Observation sur microscope optique :

On a observé un échantillon brute(non traiter) sur le microscope optique (OPTIKA) dans le hall universitaire.

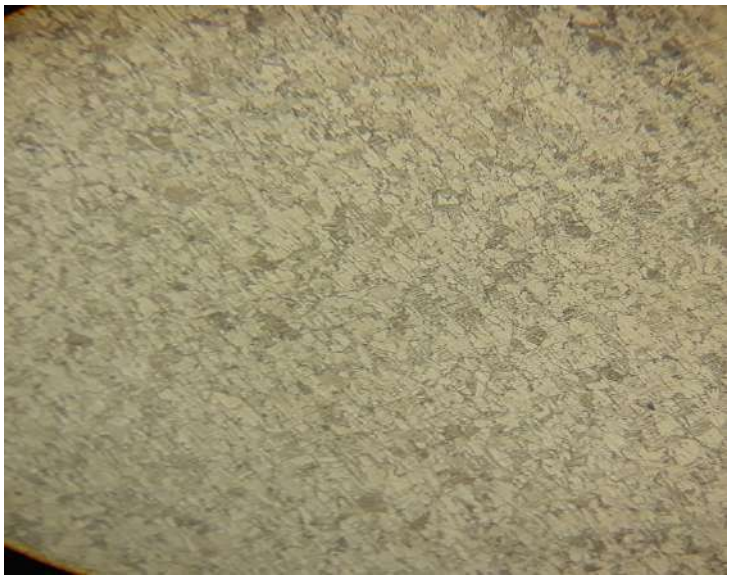


Fig.III.8 : Morphologie Microscope Optique de l'acier inoxydable brute, 100x,

Essai de dureté (Brinell) sur pièce bute :

- L'exécution de l'essai Brinell demande une surface plane, usinée ou meulée. Son état de

surface doit permettre une lecture aisée du diamètre de l'empreinte: plus ses dimensions seront

faibles, plus l'état de surface devra être soigné ;

- On applique la charge normalement à la surface et sans choc, en la faisant croître

progressivement, de manière à atteindre en 15 s la charge fixée. On la maintient pendant 10 à

15 s, on décharge et l'on mesure le diamètre de l'empreinte.

Nous avons observé que la dureté :

- HB/750=167.
- HB/750=167.
- HB/750=167.

} Moyenne Dureté brinell=167 hb.

III.4-Traitement thermique de Recuit :

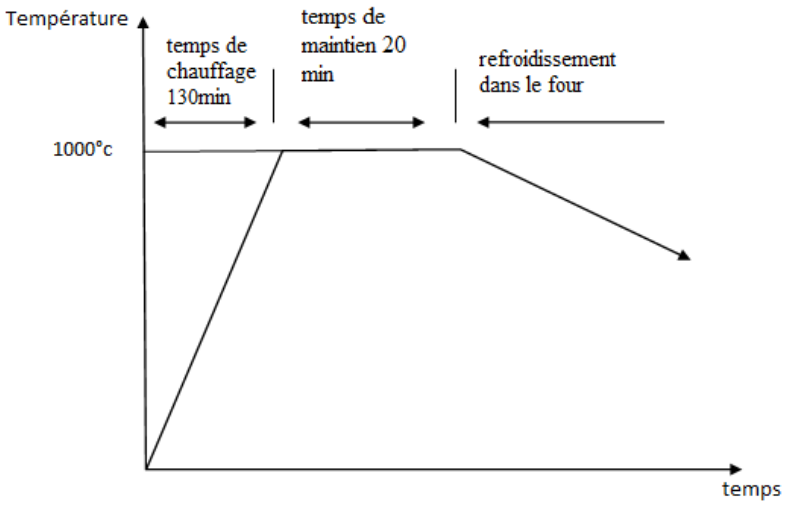


Figure. III.9. Cycle thermique d'un recuit comprend.

III.4-1 Observation sur microscope optique :

Après avoir fait le processus de recuit, nous avons remarqué que la microstructure de cette d'échantillon ne pas changé Ceci est montré dans l'image suivantes :

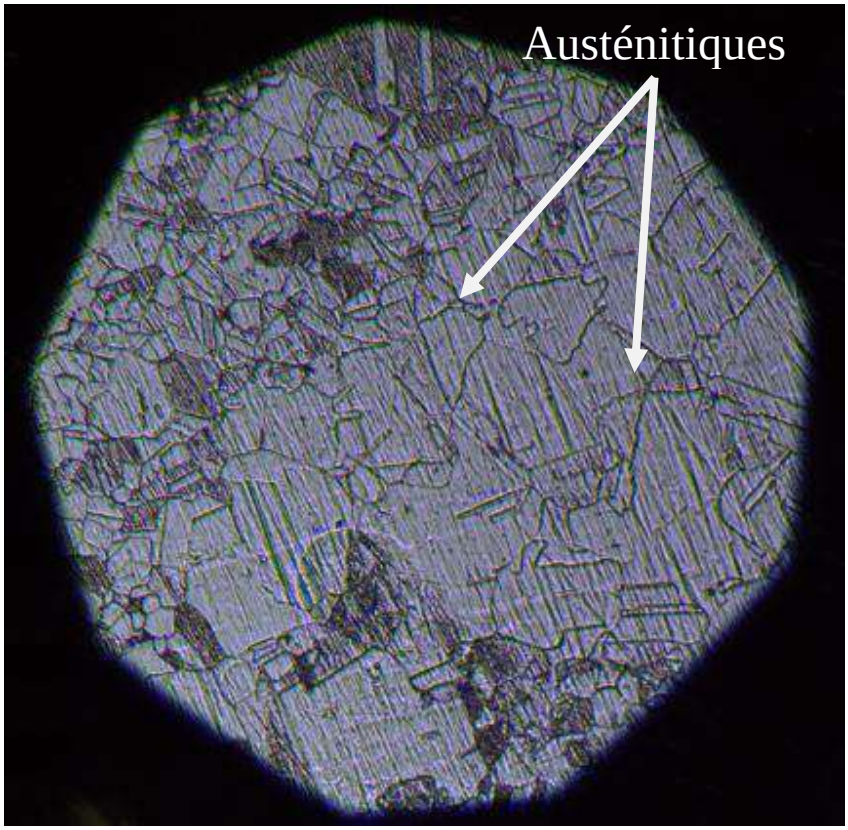


Fig.III.10- Morphologie Microscope Optique de l'acier inoxydable après recuit.100x

III.4-2 Résultat de l'essai de dureté :

On a obtenue des résultats sur la machine brinell dans laboratoire de matériau fonderie Poval

- HB/750=156hb.

III.5 Traitement thermique de trempe de l'acier inox :

III.5-1 Essai de trempe :

On a réalise des essai de trempe pour un chauffage de 3 pièces acier inox 316 jusqu'à 1000°c de différant temps de maintient (20min, 30min, 40min) avec un refroidissement brusque dans l'eau .

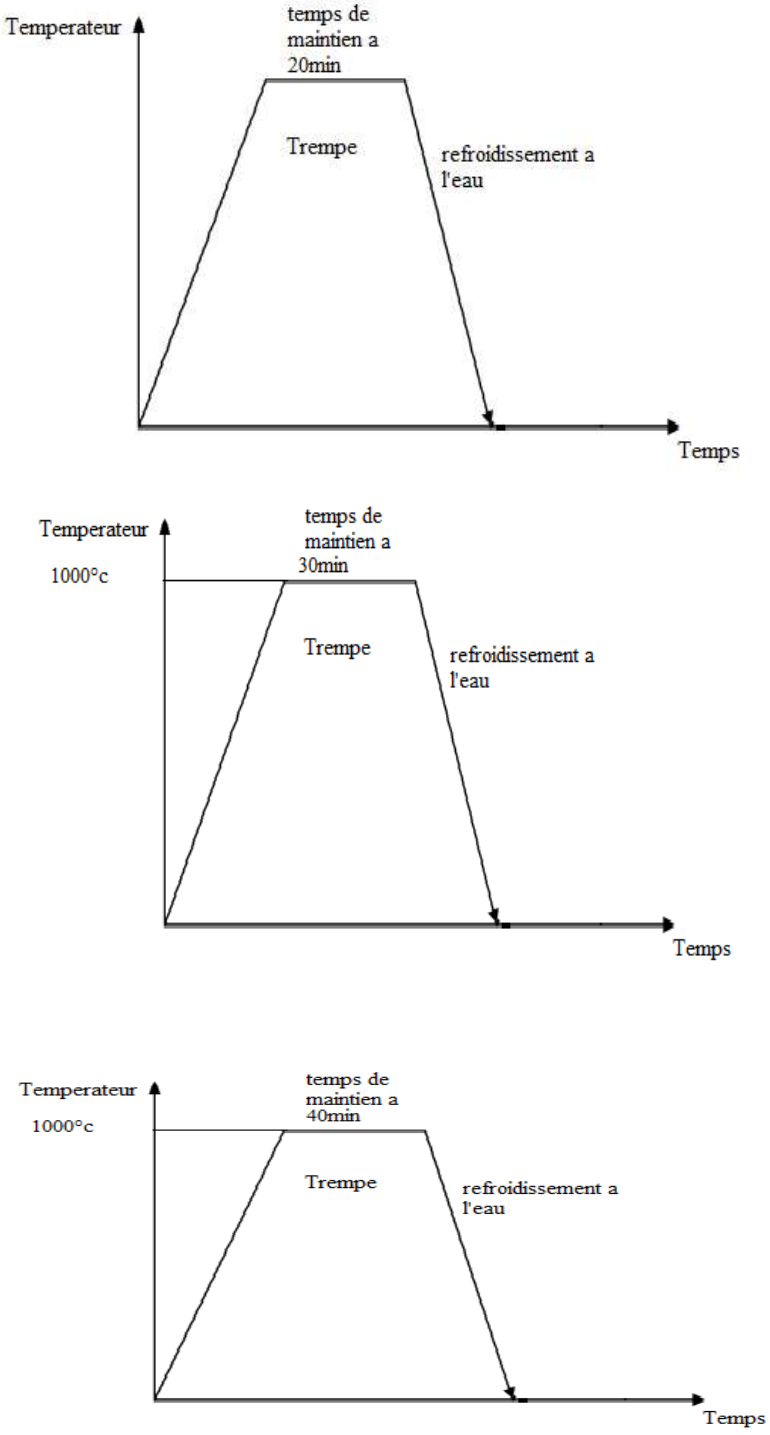


Figure. III.14. Cycle thermique d'un 3 pièce différant temps de maintient .

III.5-2 Essai de revenu

On a réalise des essai de revenu pour un chauffage de 4 pièces acier inox 316 jusqu'à 450°c de temps de maintient (60min) avec un refroidissement dans l'aire .

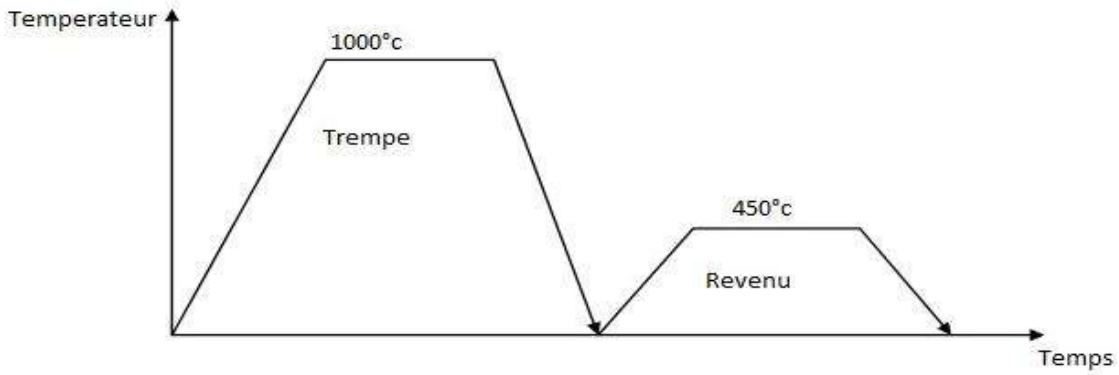


Figure. III.15 Cycle thermique de trempe et revenu.

III.5-3 Etude métallographique de l'essai de trempe et revenu

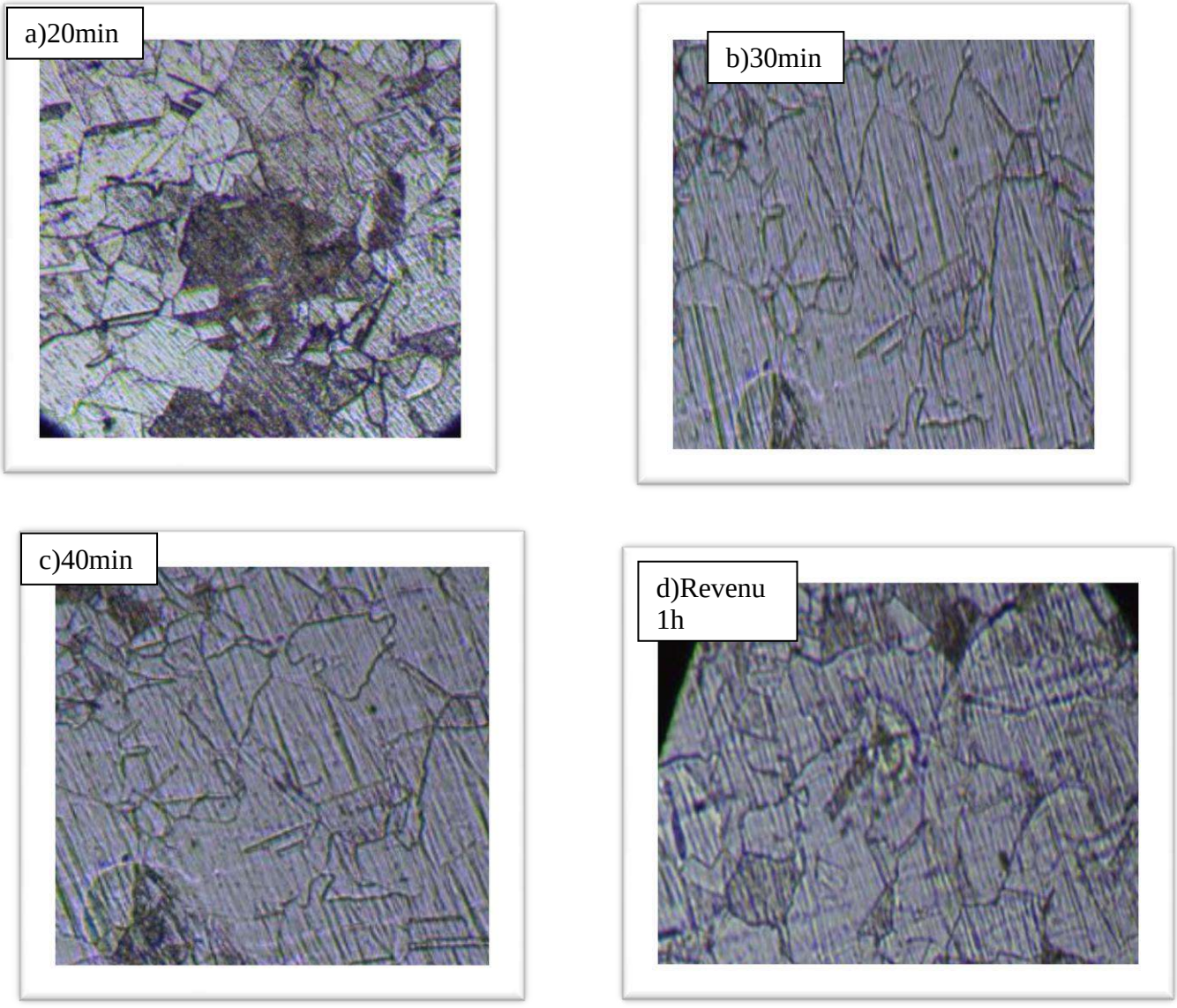


Fig.III.16- Morphologie Microscope Optique de l'acier inoxydable après trempe et revenu.100x

III.5-4 Résultat de l'essai de dureté :

On a obtenue des résultats sur la machine brinell dans laboratoire de matériau fonderie Poval

Traitement	20min trempe	30min trempe	40min trempe	Revenu écuissage
La dureté	166	169	160	236

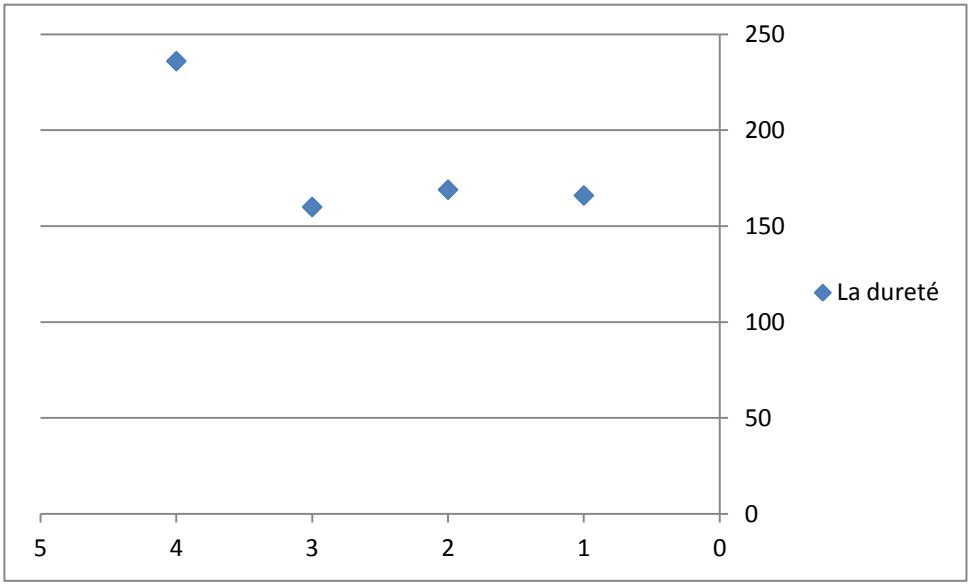


Figure. III.17 courbe représente le différent de dureté

Conclusion générale

Suite aux effets étendus des traitements thermiques sur les différents matériaux, et en particulier les aciers et leurs alliages, on trouve une abondant de recherches scientifiques expérimentales qui s'intéressent à ce type de sujet. Ce qui offre un nombre très important de données et résultats. Cette richesse d'avis et recommandations similaires et comparables parfois et compléments ou contradictoires d'autres fois selon le matériau d'étude ou les paramètres de traitement utilisés, autant cela aide le chercheur, autant cela le fait perdre dans cette énorme quantitéde recherches.

Nous avons participés par ce modeste travail afin de faciliter la recherche bibliographique sur ce sujet, où nous avons commencé notre travail par généralité sur les aciers suivi par un chapitre consacré à la définition du processus de traitement thermique avec ses différents types et paramètres.

Et dans le troisième chapitre, nous avons assemblé des dizaines de recherches expérimentales, et nous avons les ordonnés et classées selon l'effet du traitement thermique sur chaque propriété mécanique. On a obtenu beaucoup de résultats similaires pour chaque caractéristique, et quelques résultats des travaux qui ont contredit avec d'autres, mais d'une façon complémentaire.

Références bibliographiques

[1] : C. Pierre-Jean : Acier inoxydable, Critère de choix et structure, Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques, Vol, MB4, dossier M4540, Paris (2000).

[3] : K.H.Lo,C.H.Shek,J.K.L.Lai : Recent developments in stainless steels**,** Materials Science and Engeneering R 65 (2009).

[4] : J. Baralis & G. Maeder : Précis métallurgie, Nathan, Paris, 1997.

[5] : Madeleine Durand-Charre : La microstructure des aciers et des fontes, Genèse et interprétation, SIRPE éditeur, Paris, 2003.

[6] : Pierre-Jean CUNAT : Aciers inoxydables, Critères de choix et structure, Techniques de l'Ingénieur, M 1115.

[7] : M. K. AHN, H.S.Know & H.M.Lee : Quantitative comparison of the influences of tungsten and molybdenum on the passivity of Fe-29Cr ferritic stainless steels, Elsevier (1998).

[8] : Seok Joo Doh , Jung Ho Je, Jim Suk Kim : Influence of Cr and Mo on the passiaation of stainless steel of stainless steel 430 (18Cr) and 444 (18Cr–2Mo): In situ XANES study, Elsevier (2003).

[9] : S M.Addasi, A Shokuhfar : Improvement of Mechanical Properties of Cr-Ni-Mo-Cu-Ti Stainless Steel With Addition of Vanadium, Journal of iron and steel research, International (2007).

[10] : Jean VARRIOT : Chaudronnerie en aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, A 869.

[11] : Yao Fu, Xinqiang Wua, En-Hou Han, Wei Ke, Ke Yang, Zhouhua Jiang : Effects of nitrogen on the passivation of nickel-free high nitrogen and manganese stainless steels in acidic chloride solutions, Electrochimica Acta 54 (2009).

[12] : Johan Andre : Optimisation des propriétés de conduction électrique et de passivité d'aciers inoxydables pour la réalisation de plaques bipolaires de pile a combustible de type PEMFC, Thèse de dotorat, 2007.

[13] : I. Olefjord & L. Wegrelius : The influence of nitrogen on the passivation of stainless steels, Elsevier (1996).

[14] : L1 Hua-bing, JIANG Zhou-hua, ZHANG Zu-mi, XU Bao-yu, LIU Fu-bin: Mechanical properties of nickel free high nitrogen austenitic stainless steels, Materials Symposium (2007).

[15] : Wu Di & Li Zhuang : A new Ph-free machinable austenitic stainless steel, Journal of iron and steel research, International(2010).

[16] : Sourisseau T, Chauveau,E. & Baroux,B : Mechanism of copper action on pitting phenomena observed on stainless steels in chloride media. Corrosion Sience (2005).

[17] : M. Schaeffler : Constitution diagram for stainless steel weld metal, Metal Progrees, 56, (1949), pp. 680-681.

[18] : M. Spiedel, P. Uggowitzer : High manganese, high nitrogen austenitic stainless steel: their strength and toughness, Proceedings of Conference of High Manganese high Nitrogen Austenitic Steels, USA, (1992), pp. 135-141.

[19] : Laurent ANTONI &Alain GALERIE : Corrosion sèche des métaux, Techniques de l'Ingénieur, M 4224.

[20] : Dudognon Julien : Étude des modifications structurales induites par implantation ionique dans les aciers austénitiques, thèse de doctorat de l'universite d'Orleans, Décembre 2006.

[21] : Hervé SASSOULAS : Traitements thermiques des aciers inoxydables, Techniques de l'ingénieur, M 1160.

[22] : C.-O.A Olsson, D Landolt : Passive films on stainless steels, chemistry, structure and growth (2003).

[23] : Food Science & Technology : Passivation of stainless steel, 2007.

[24] : Quentin Auzoux : Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austenitiques - Influence de l'ecrouissage sur l'endommagement intergranulaire, thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Janvier 2004.

[25] : Laure Magnier-Mohin : Tenue en service d'assemblages soudés en acier 304L : Influence des contraintes résiduelles et du parachevement mécanique, Décembre 2007.

[26] : Hervé Sassoulas : Traitements thermiques des aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, M 1155.

[27] : Diadioly Gassama : Mise en évidence de la structure duplex des films minces formés sur des aciers inoxydables austénitiques : Type AISI 304 et 316, thèse de doctorat de l'université Cheikh Anta Diop de Dakar, Janvier 2003.

[28] : Claire Saulou : Evaluation des propriétés anti-adhésives et biocides de films nanocomposites avec inclusions d'argent, déposés sur acier inoxydable par procédé plasma, thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Décembre 2009.

[29] : P. Kofstad : High Temperature Corrosion, Elsevier Applied Science (1988).

[30] : Hache André : Corrosion des métaux, 1977.

[31] : Christophe GOBERT, Alexandro D'ALFONSO, Fabienne DELAUNOIS, Christian DUMORTIER : Oxydation à haute température des aciers inoxydables, Effet de l'état de surface sur le comportement à l'oxydation, Materiaux, Dijon, France, 2006.

[32] : N Birks, G H. Meier, F S. Pettit : Introduction to the high-temperature oxidation of metals, 2ème édition, 2006.

[33] : Joseph HOCHMAN : Aciers et alliages réfractaires. Paris, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, M 325.

[34] : A.Marie H.Aubriot et B.Pieraggi : Oxydation des matériaux métalliques, comportement à haute température, Lavoisier, 2003.

[35] : J.P. Baillon & J. M. Dorlor : Des Matériaux.

[36] : Pierre GUIRALDENQ, Diffusion dans les métaux, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, M 55.

[37] : Charles-Henri de NOVION, Daniel LESUEUR, L'état métallique : Propriétés atomiques, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, M 35.

[38] : K. Messaoudi : Croissance et rupture des couches d'alumine développées à haute température sur des alliages FeCrAl, Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay (1997).

[39] : Kubaschewski O.and Hopkins B.E, Oxidation of metals and alloys, Butterworth, 1967.

[40] : L.Antoni, A.Galerie : Traité matériaux métalliques, Techniques de l'Ingénieur, M 4220.

[41] : Béla Leffler, stainless steels and their properties.

[42] : J.Rujisomnapa, P.Seechompoo, P.Suwannachoat, S.Suebca , P.Wongpanya : High Temperature Oxidation Behaviour of Low Carbon Steel and Austenitic Stainless, Journal of Metals, Materials and Minerals, Vol.20 No.3 pp.31-36, 2010.

[43] : Benard J, Herenguel J, Lelong P, Moreau J, Oudar J, Paidassi J, Poulinger J, Saulnier A, Segond R., Whitwham D : L'oxydation des métaux, Editions Gauthier-Villars, 1962.

[44] : Jaques . Bénard : Oxydation des métaux, Tome I, Gauthier- Villars, Paris, 1964.

[45] : K. A. Habib, M. S. Damra, J. J. Saura, I. Cervera, and J. Bellés : Breakdown and Evolution of the Protective Oxide Scales of AISI 304 and AISI 316 Stainless Steels under High-Temperature Oxidation, Hindawi Publishing Corporation International Journal of Corrosion, 2011.

[46] www.a3ms.fr, 22/03/2021.

[47] C.EGOUIN, Manganese steel that don't require heat treatment, Climax Molybdenium Company of michigan, 1976.

[48] www.techniques-ingenieur.fr, 06/03/2021.

[49] www.comiteperform.ca, 09/01/2021.

[50] LOKHMIDE, Métallographie et traitement thermique des métaux, Edition mir, moscow, 1986.

[51] http://copperalliance.fr, 14/03/2021.

[52] ARFAOUI Ali, CHAKER Med Amir, Matériaux Métalliques, 2009/2010.

[53] www.researchgate.net, 14/03/2021.

.