

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA
Faculté des sciences de l'ingénieur
Département de Génie Mécanique



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME
DE MASTER EN MECANIQUE

Option : Matériaux et Traitement des Surfaces

Thème

Influence des traitements
thermiques sur les aciers
inoxydables THR 15-5PH ET 17-7PH

Proposé par : Pr .Hadji

promoteur : Mr. Abada Mourad

Co-promoteur : Hadji Youcef

Présenté Par : Benzohra Oussama

Année universitaire : 2013/2014

Dédicace

Je dédie ce travail :

A ma mère à qui je dois la lumière de ma vie

A mon père qui ma tout donné

*A tous membres de ma famille pour
L'encouragement tout au long de mes études*

*A BENCHAMA YACINE ET NABIL
CHIKER A et tous mes amis*

A mon promoteur M.Abada

A la promo MTS 2014

Benzohra Oussama

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de science de matériaux de l'Université SAAD DAHLEB de BLIDA.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance à Monsieur le Professeur HADJI de m'avoir proposé ce sujet et consenti tant d'efforts et de temps pour diriger ce travail de si près et de m'initier à la recherche.

Je suis très reconnaissant à mon promoteur Monsieur ABADA Mourad, d'avoir accepté de diriger ce modeste travail, pour son aide et ses encouragements durant toute la période de préparation de ce travail et qui m'a fait l'honneur d'être mon encadreur.

Je remercie également mon Co-promoteur monsieur HADJI YOUCEF et HADAD ADEL

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à Pr. Bacha, pour aide précieuse en microscopie.

Je tiens à exprimer mes remerciements aux enseignants de département de mécanique particulier ceux qui ont contribué à ma formation trouvent ici l'expression de mes remerciements. Que tout le personnel du laboratoire SDM du département de Génie mécanique

Mes vifs remerciements vont également à mon père et ma maire et toute ma famille,

Enfin, que toutes les personnes qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail trouvent ici ma profonde reconnaissance.

BENZOHRA OUSSAMA

Résumé :

15-5 PH et 17-7 PH sont des aciers inoxydables à durcissements par précipitations, le premier est un acier martensitique et le second est semi austénitique. Ils ont une bonne résistance, ténacité, ductilité, dureté et de résistance à la corrosion. 15-5 PH est utilisé dans des applications nécessitant une haute résistance et la ténacité dans toutes les directions. Il est principalement utilisé dans les composants d'aéronefs et pièces de l'actionneur pour les avions de combat modernes.

L'objectif principal de ce projet est d'étudier l'effet de durcissement par précipitation sur les micro caractéristiques structurelles de aciers inoxydables à durcissement par précipitation 15-5 et 17-7ph. L'analyse chimique est effectuée en utilisant un spectromètre. Échantillon est découpé en petits échantillons. Durcissement par précipitation est effectué pour chaque échantillon à différentes températures. LA Dureté de mise en solution et la dureté de durcissement par précipitation des échantillons est déterminée à l'aide de testeur de dureté Rockwell. Microstructures ont été observées à l'aide microscope optique.

Mots clés : acier inoxydable à durcissement par précipitation martensitique, acier inoxydable à durcissement par précipitation semi austénitique, comportement mécanique des aciers inoxydables,(dureté), Vieillessement.

Sommaire

Introduction général	1
Chapitre I : les aciers inoxydables	
I .1.Historique	3
I .2 . Définition des aciers inoxydable	3
I.3. Diagramme d'équilibre	4
3.1. Diagramme fer-cr	5
3.2. Diagramme Fer-Cr-Ni	5
I.4Influence des éléments d'addition	5
4.1.Les éléments alphagène	6
4.2. Les éléments gammagènes	7
I .5.Classification des aciers inoxydables	8
Aciers inoxydables ferritiques	9
Aciers austino-ferritiques	9
Aciers austénitiques	9
Aciers inoxydables martensitiques	9
I .6.Aciers inoxydables à durcissement par précipitation	10
I.6.1.Classe des aciers inoxydables durcis par précipitation	10
Aciers martensitiques	11
Aciers semi-austénitiques	12
Aciers austénitiques	12
I.6.2.Propriétés des aciers inoxydables durci par précipitation	13

I.6.3.Microstructure des aciers inoxydables durci par précipitation	15
Les aciers martensitiques	15
Les aciers semi- austénitiques	15

Chapitre II : Traitement thermique

II . 1.Généralité	17
II . 2.Définitions et procédés des traitements thermiques	18
II . 3.La trempe	18
a) Trempe étagée	18
b) Trempe martensitique	18
c) hypertrempe	18
II .4 . Le revenu	18
II .5. Le recuit	19
II.6Transformation martensitique	19
II .7.Durcissement structural par précipitation	20
II .8.Traitement thermique des aciers inoxydable durci par précipitation	21
1. Un traitement thermique de mise en solution	21
2. l'état de sursaturation	21
3. durcissement par précipitation	22
II.9 .Aciers austénitiques	23
II . 10.Aciers martensitiques à transformation directe	23
II . 11.Aciers semi-austénitiques	24

Chapitre III matériaux et techniques expérimentales

1.Introduction	28
2. Matériaux	28
1 .1 .Acier 17-7 PH	28
1 .2 .Acier15-5 PH29	
III.2. Préparations des échantillons	29
2.1 .Découpage	29
2.2. Traitement thermique	30
2 .2.1.traitement de mise en solution	31
2 .2.2.traitement de durcissement	31
2 .2.2.1Acier 15-5 ph	31
2.2.2.2Acier 17-7 ph	3 3
III.3.Etude métallographique	34
3 .1.Enrobage	34
3.2.Polissage	35
A). Pré polissage	35
B). Polissage de finition	36
3.3.Attaque chimique	36
3.4.Microscope optique	37
III.4 .caractérisation mécanique	37
4.1.Essai de dureté	37

Chapitre IV : résultats et interprétations

Introduction	41
IV .1. Aciers 15-5ph	41
IV .2 . Aciers 17-7ph	46
CONCLUSION	52

Introduction générale :

La maîtrise du comportement des structures et des assemblages est une nécessité croissante pour les différents secteurs ; aéronautique, automobile, marin, transport pétrolier, agroalimentaire...etc. La connaissance approfondie des phénomènes intervenants dans le matériau utilisé, et les facteurs influençant son comportement, permet de prévenir des anomalies, et choisir des conditions adaptées à son utilisation.

Ce travail qui nous a été proposé, s'inscrit dans le cadre de recherche sur l'influence des traitement thermique sur la microstructure et les propriétés mécaniques des aciers inoxydable à durcissement par précipitation 15-5 ph et 17-7ph .

Les aciers inoxydables, et particulièrement les aciers inoxydables à durcissement par précipitation sont généralement employé dans secteur aéronautique. Ils combinent de bonnes propriétés mécaniques et résistance à la corrosion.

Dans le cadre de notre travail, nous nous sommes particulièrement intéressés au comportement structural de l'aciers 15-5ph et 17-7ph . Pour cela nous avons traite thermiquement des petites échantillons .le premier aciers 15-5ph est un acier inoxydable à durcissement par précipitation martensitique et le second est un acier inoxydable à durcissement par précipitation semi austénitique . Pour mieux comprendre l'influence de traitement thermique sur durcissement, nous avons jugé utile de faire subir aux échantillons, un essai mécanique de dureté, et analyser par la suite les changements de la microstructure finale obtenue.

Ce mémoire est composé de quatre chapitres :

-Dans le premier chapitre, on présente une étude bibliographique concernant les aciers inoxydable.

- Le deuxième chapitre montre des généralités sur les traitements thermiques,

- Le troisième chapitre traite la description des méthodes expérimentales ainsi que les moyens d'analyses utilisés dans notre travail.

- Le dernier chapitre montre les différents résultats obtenus et les interprétations.

Enfin, nous clôturons ce mémoire par une conclusion générale.

Liste des figures

<u>Figure I.1</u> : diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome	4
<u>Figure I.2</u> : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni.	5
<u>Figure I.3</u> : Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes	6
<u>Figure I.4</u> : Familles aciers inoxydables	8
<u>Figure I.5</u> : Les aciers inoxydable	10
<u>Figure I.6</u> L'effet de la teneur en alliage de la température de transformation de l'acier inoxydable à durcissement par précipitation	11
<u>Figure I.7</u> : Principaux aciers inoxydables à durcissement par précipitation	13
<u>CHAPITRE II</u>	
<u>Figure II .1</u> .Cycle de traitement thermique	17
<u>Figure II.2</u> . cycle de traitement des aciers inoxydable à durcissement par précipitation	21
<u>Figure II .3</u> Traitement thermique standard pour aciers inoxydable 15-5ph	24
<u>Figure II. 4</u> traitements thermiques standards pour acier inoxydable 17-7ph	26
<u>CHAPITRE III</u>	
<u>Figure III.1</u> : Guillotine	30
<u>Figure III.2</u> : Four Nabertherm	30
<u>Figure III.3</u> :Cycle de traitement thermique N°1pour acier 15-5ph	31
<u>Figure III.4</u> : Cycle de traitement thermique N°2pour acier 15-5ph	32
<u>Figure III.5</u> : Cycle de traitement thermique N°1 pour acier 17-7ph	33
<u>Figure III.6</u> : Cycle de traitement thermique N°2 pour acier 17-7ph	34
<u>Figure III.7</u> :Enrobeuse	34
<u>Figure III.8</u> :Polisseuse	35
<u>Figure III.9</u> : Polisseuse de finition	36

<u>Figure III.10</u> : Microscope optique Carl Zeiss	37
<u>Figure III.11</u> : l’empreinte de dureté	38
<u>Figure III.11</u> : machine de dureté INNOVATEST (NEMESIS 9000)	38

CHAPITRE IV

<u>Figure .IV.1</u> Courbe de dureté après mise en solution d’acier 15-5ph pour refroidissement à l’air, eau et huile	41
<u>Figure .IV.2</u> micrographie après vieillissement à 450 °C/4h (X1000)	42
<u>Figure .IV. 3</u> micrographie après vieillissement à 500 °C/4h (X1000)	42
<u>Figure .IV.4</u> micrographie après vieillissement à 500 °C/2h (X500)	43
<u>Figure .IV.5</u> micrographie après vieillissement à 500 °C/3h (X500)	43
<u>Figure .IV.6</u> micrographie après vieillissement à 500 °C/4h (X1000)	
<u>Figure .IV.7.</u> Courbe de dureté de d’acier 15-5ph après vieillissement T=450,500,550,600°C /4h	44
<u>Figure .IV.8</u> Courbe de dureté d’acier 15-5ph après vieillissement t=1,2,3,4,5h /T=500°C	45
<u>Figure .IV. 9</u> Courbe de dureté après mise en solution d’acier 17-7ph pour refroidissement a l’air et eau	47
<u>Figure .IV.10</u> micrographie après vieillissement à 550 °C /2,5H X1000	47
<u>Figure .IV.11</u> micrographie après vieillissement à 550 °C /2,5H X500	48
<u>Figure .IV.12</u> .micrographie après vieillissement à 640 °C /2,5H X500	48
<u>Figure .IV.13</u> micrographie après vieillissement à 500 °C /2,5H X500	49
<u>Figure .IV.14</u> micrographie après vieillissement à 550 °C /2,5H X1000	49
<u>Figure .IV.15</u> micrographie après vieillissement à 580 °C /2,5H X500	50
<u>Figure .IV.16</u> micrographie après vieillissement à 640 °C /2,5H X500	50
<u>Figure .IV.17</u> Courbe de dureté de d’acier 17-7ph après vieillissement	51

Liste des tableaux

<u>Tableau I.1;</u> les aciers inoxydable a durcissement par précipitation martensitique	11
<u>Tableau I.2;</u> les aciers inoxydable a durcissement par précipitation martensitique	12
<u>Tableau I.3.</u> caractéristique mécanique de 17-7ph	13
<u>Tableau I.4.</u> Caractéristiques physiques de 17-7ph	14
<u>Tableau I.5.</u> Caractéristiques thermiques de 17-7ph	14
<u>Tableau I.6.</u> Caractéristiques électriques de 17-7ph	14
<u>Tableau I.7.</u> Caractéristiques mécaniques de 15-5PH	14
<u>Tableau .II.1 :</u> traitement thermique de différent type d'acier inoxydable a durcissement par précipitation	22
<u>Tableau III.1.</u> composition chimique de 17-7ph	28
<u>Tableau III.2.</u> composition chimique de 15-5ph	29
<u>Tableau IV.1.</u> la dureté des échantillons après mise en solution	41
<u>Tableau.VI.2 :</u> la dureté des échantillons d'acier 15-5ph après vieillissement	44
<u>Tableau.VI.3 :</u> la dureté des échantillons d'acier 15-5ph après vieillissement	45
<u>Tableau IV.4.</u> la dureté des échantillons après mise en solution	46
<u>Tableau.VI.5 :</u> la dureté des échantillons d'acier 17-7ph après vieillissement	51

I.1. Historique

L'histoire des aciers inoxydables est intimement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui, en 1797, fut le premier à isoler cet élément. 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 ou aciers inoxydables austénitiques complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome. Le métallurgiste allemand W. Giesen fit, de son côté, et à la même époque, des recherches comparables. [1]

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. [1]

Les recherches ultérieures ont notamment 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 que J. Hochmann a découvert les nuances biphasées austénoferritiques appelées de nos jours duplex. [1]

I.2 .Définition des aciers inoxydable :

Les aciers inoxydable sont des alliages fer-chrome ou fer-chrome-nickel dont la teneur en chrome est au minimum de 10,5%. [2]

I.3. Diagramme d'équilibre :

3.1. Diagramme fer-cr :

Le diagramme fer-cr (figur1) montre que le domaine (α) est très étendu avec augmentation de chrome qui est élément alphasé. donc le domaine (γ) est réduit à une zone fermée appelée « boucle (γ) » [3]

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 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 fragilisant [3]

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C . 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 [3].

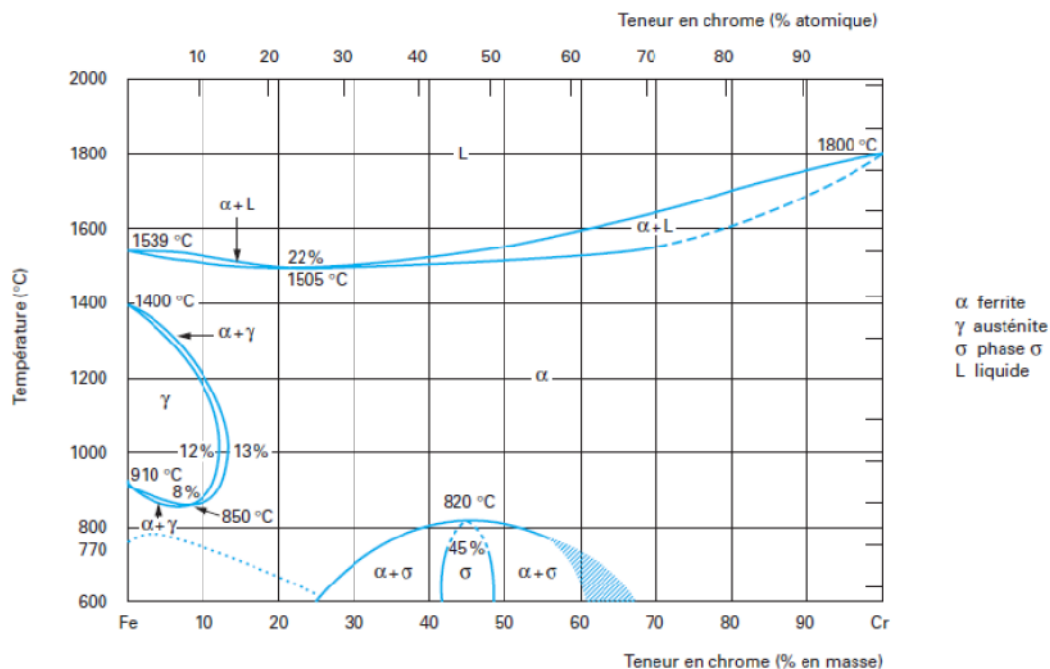


Figure I.1 : diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome

3.2. Diagramme Fer-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.2 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]..

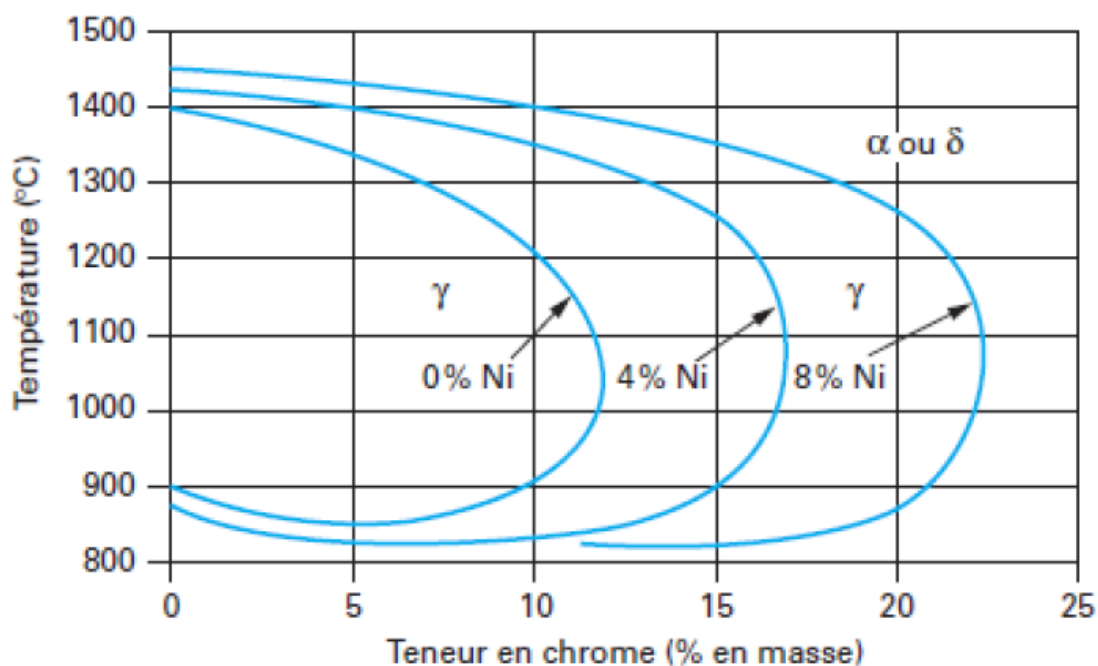


Figure I.2 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni.

I.4. Influence des éléments d'addition

Les éléments d'addition ajoutés à l'acier ou alliage métallique à base de fer (Fe + C), jouent un rôle particulier sur les caractéristiques générales, ou un rôle commun lorsque plusieurs éléments d'addition sont présents dans la composition chimique finale. Les éléments d'alliages se répartissent en deux catégories : ceux qui favorisent le maintien du fer (α) et ceux qui stabilisent le fer (γ). [5]

Les informations suivantes montrent brièvement le type d'influence que peuvent avoir quelques éléments d'alliage et leurs rôles quant ils sont additionnés à un acier.

Les éléments additionnels sont divisés en deux familles :

les éléments alphagènes : silicium, aluminium, chrome, molybdène, tungstène, titane, niobium

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.

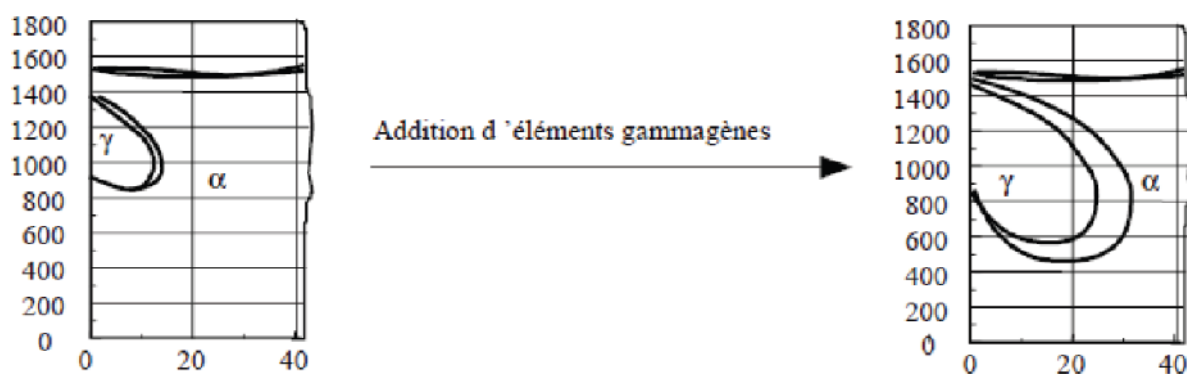


Figure I.3 : Diagramme Fer-Chrome – Influence de l'addition d'éléments gammagènes

I.4.1. Les éléments alphagènes

➤ Le chrome (Cr)

Élément stabilisateur du fer (α) et la 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. [5]

➤ 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 diminue la fragilité au revenu. Il améliore sensiblement la résistance à la corrosion inter cristalline et par pique. Il confère une plus grande sensibilité à la décarburation et au phénomène d'oxydation pour des maintiens entre 1000 et 1100°C.

➤ **Le silicium (Si)**

Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud dans le cas d'un milieu d'acide nitrique, il augmente la résistance à la corrosion.

➤ **Le vanadium (V)**

Elément formateur de fer (α), Il améliore la résistance mécanique au choc.

➤ **Le titane (Ti)**

Elément formateur de ferrite (α). Il se combine dans les aciers ferritiques et austénitiques avec le carbone pour former un carbure de titane, et avec l'azote pour former un nitrure de titane, dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion inter cristalline.

I.4.2. 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 carbone (C)**

Il stabilise le fer (γ), c'est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers, il élargit fortement le domaine austénitique. Pour des raisons de corrosion chimique, la teneur en C est maintenue plus basse (inférieure à 0,6%). Il améliore les caractéristiques mécaniques (fluage et dureté).

➤ **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 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.

➤ **L'azote (N)**

Stabilisateur d'austénite, il agit comme le carbone, contribue également à stabiliser l'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 [5]

I.5. Classification des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent être divisés en cinq familles (Figure 1). Quatre sont basées sur la structure cristallographique et caractéristique des alliages de la famille: ferritique, martensitique, austénitique, ou duplex (austénitique ainsi ferritique). La cinquième famille, durcissement par précipitation, est basée sur le type de traitement thermique utilisé plutôt que de microstructure [6].

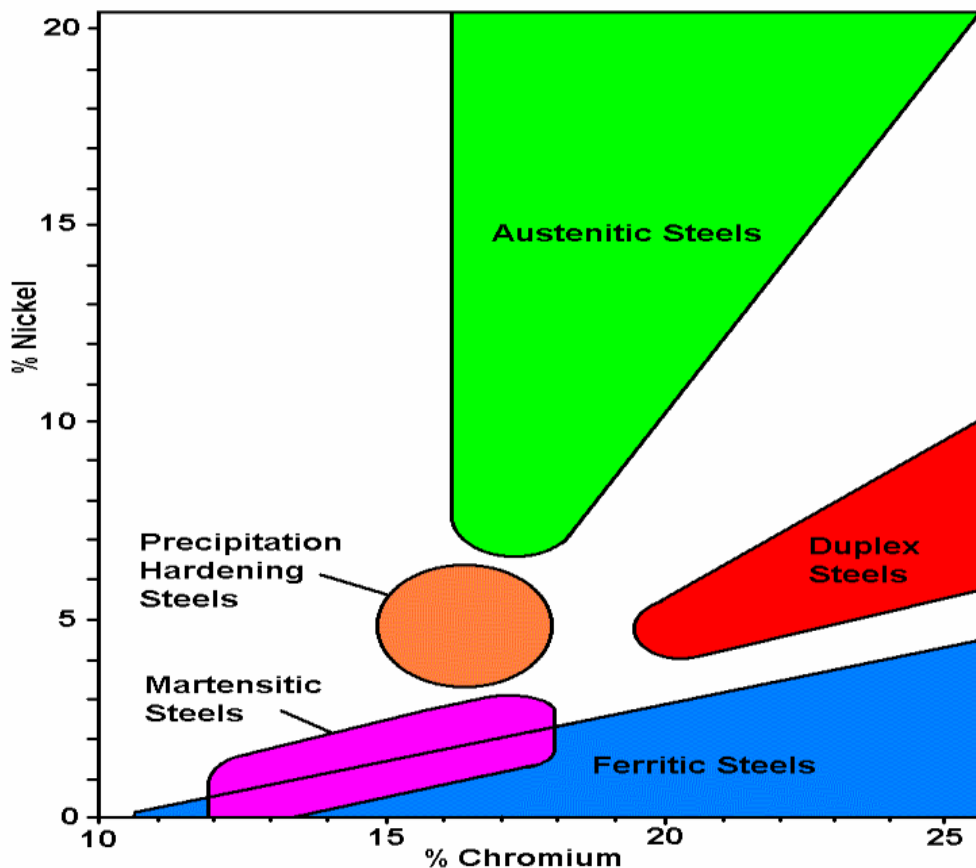


Figure I.4 : familles aciers inoxydables

➤ **Aciers inoxydables ferritiques :**

Ces aciers sont caractérisés par le fait que leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. ne peuvent pas être durcis par un traitement thermique.

Ils contiennent une teneur en chrome allant de (**13 à 30%**) et une teneur de carbone (**<0,10%**) [4].

➤ **Aciers austino-ferritiques (duplex) :**

Les propriétés des aciers austéno-ferritiques sont dues, pour la plupart, à la structure biphasée de l'alliage. Ils combinent favorablement les propriétés mécaniques et de corrosion des aciers austénitiques et ferritiques.

Ces aciers contiennent à la base du fer et du carbone avec des additions de chrome et de nickel dont les quantités sont déterminées pour obtenir un taux de ferrite situé aux environs de **50%**. Les teneurs d'éléments d'addition sont : Cr (**22 à 27%**), Ni (**4 à 8%**) [4].

➤ **Aciers austénitiques**

Les aciers inoxydables austénitiques sont des alliages de fer et de carbone qui contiennent, en général, de 0,02% à 0,1% de carbone, 17 à 20% de chrome, 7 à 25% de nickel, 2 à 5% de molybdène et d'autres éléments d'addition comme le cuivre, le silicium, le titane, le niobium [5] .

➤ **Aciers inoxydables martensitiques :**

Ces aciers inoxydables sont d'une structure entièrement martensitique, après trempe confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevée. En principe ces aciers contiennent une teneur maximale de carbone limitée à (**1,2%**). Leurs teneurs en chrome sont de (**12 à 18%**), et ils peuvent contenir jusqu'à (**7%**) de nickel, et jusqu'à (**3%**) de molybdène. [4]

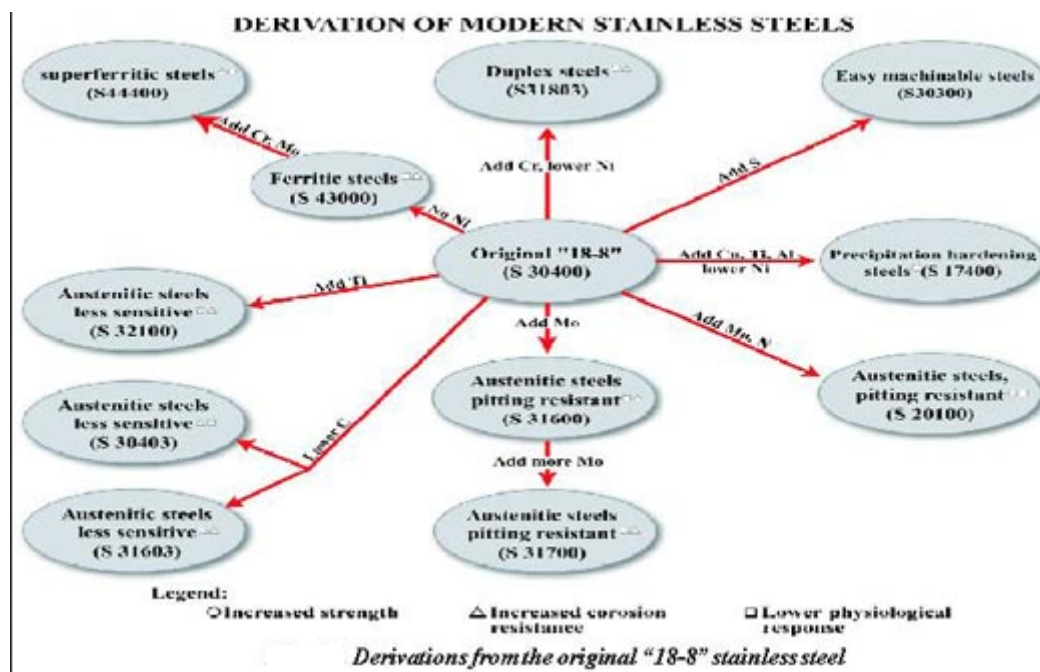


Figure I.5 : Les aciers inoxydable

I.6. Aciers inoxydables à durcissement par précipitation

L'Aciers inoxydables à durcissement par précipitation a été développé par United Steel Corporation dans les années 1940. Depuis ce temps trois classes des aciers inoxydables à durcissement par précipitation ont été élaborés et sont utilisés dans des applications allant des écrans thermiques sur les capsules Apollo jusqu'à billes non magnétiques pour machines de flipper.. Leur capacité unique de développer une résistance élevée avec des traitements thermiques relativement simples sans la perte de ductilité, et leur résistance à la corrosion supérieure à d'autres aciers de résistance similaire. Les trois classes de base des Aciers inoxydables à durcissement par précipitation qui ont évolué au fil des ans sont; austénitique, martensitique et semi-austénitiques. Le mécanisme de durcissement final dans les trois classes est le durcissement par précipitation. [9]

I.6.1. Classe des aciers inoxydables durcis par précipitation

Les aciers inoxydables durcissant par précipitation sont des alliages fer-nickel-chrome contenant un ou plusieurs éléments de renforcement de précipitation tels que l'aluminium, le titane, le cuivre, le niobium et le molybdène. Sont obtenues à l'issue d'un traitement de durcissement secondaire suivant un traitement thermique de trempe ou d'hypertrempe. Il existe trois groupes d'aciers inoxydables à durcissement par précipitation. Les type sont déterminé par la température de début de martensite de et fin de martensite (M_s et M_f), ainsi que la microstructure de trempe [7].

L'une des équations empiriques qui est souvent utilisée pour prédire la température de début de martensite (en F) est la suivante:

$$M_s = 2160 - 66 (\% \text{ Cr}) - 102 (\% \text{ Ni}) - 2620 (\% \text{ C} + \% \text{ N})$$

où Cr = 10-18%, Ni = 5-12,5%, et C + N = 0,035 à 0,17%.

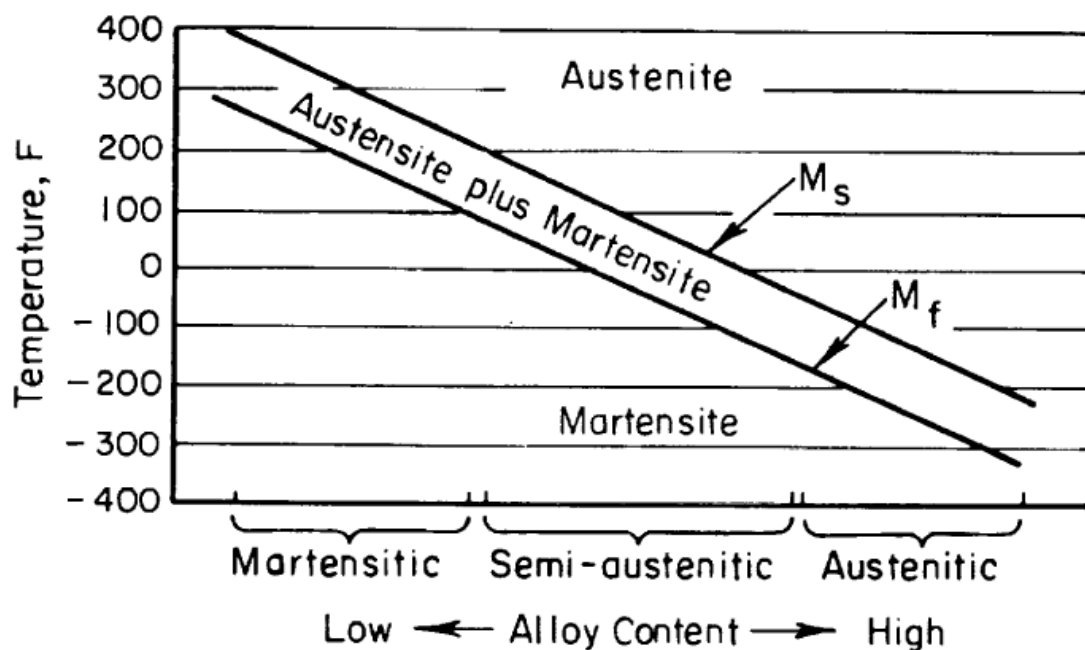


Figure I.6L l'effet de la teneur en alliage de la température de transformation de l'acier inoxydable à durcissement par précipitation

➤ Aciers martensitiques

Très faible teneur en carbone, Le M_f de ce groupe est supérieure à l'ambiante, après trempe à partir de la température de traitement de mise en solution, ils transforment complètement dans une matrice martensitique.

Alliages	Désignations	C	Mn	Si	Cr	Ni	Al	Cu	Ti	Mo	Autres
Inox W	S17600	0.1	0.5	0.5	17	6.3	0.2	...	1	...	P 0.3
17-4 PH	S17400	0	0.6	0.6	16	4.3	...	3.2
15-5 PH	S15500	0	0.6	0.6	15	4.3	...	3.2
13-8 PH	S13800	0	0.1	0.1	13	8.5	1.1	2	...

Tableau I.1: les aciers inoxydables à durcissement par précipitation martensitique

➤ Aciers semi-austénitiques

Ces alliages contiennent grand teneur en nickel et de carbone, ce qui abaisse la température de M_f , bien en dessous de température ambiante. Par conséquent, leur microstructure à l'état fourni est austénite métastable ductile.

Alliages	Désignations	C	Mn	Si	Cr	Ni	Al	N	Mo
17-7PH	S17700	0.1	0.5	0.3	17	7.1	1	0	...
15-7 PH	S15700	0.1	0.5	0.3	15	7.1	1	0	2.2
AM-360	S35000	0.1	0.6	0.4	17	4.3	...	0.1	2.8
AM-355	S35500	0.1	0.9	0.4	16	4.3	...	0.1	2.8

Tableau I.2 ; les aciers inoxydables à durcissement par précipitation semi-austénitiques

➤ Aciers austénitiques

La teneur en nickel est supérieure, nuances austénitiques non magnétiques, possède une température M_s très basse et conserver une structure austénitique stable à température ambiante. Ils sont maintenant les moins répandues des trois types et ont été en grande partie remplacée par du nickel et du cobalt

Les aciers inoxydables durcis par précipitations développent une résistance élevée et une ténacité par des ajouts d'aluminium, le titane, le niobium, le vanadium et l'azote, qui forment des précipités pendant un traitement de vieillissement à la chaleur.

Il existe deux principaux types d'aciers inoxydables PH :

- semi-austénitiques
- martensitiques

Tableau : Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation

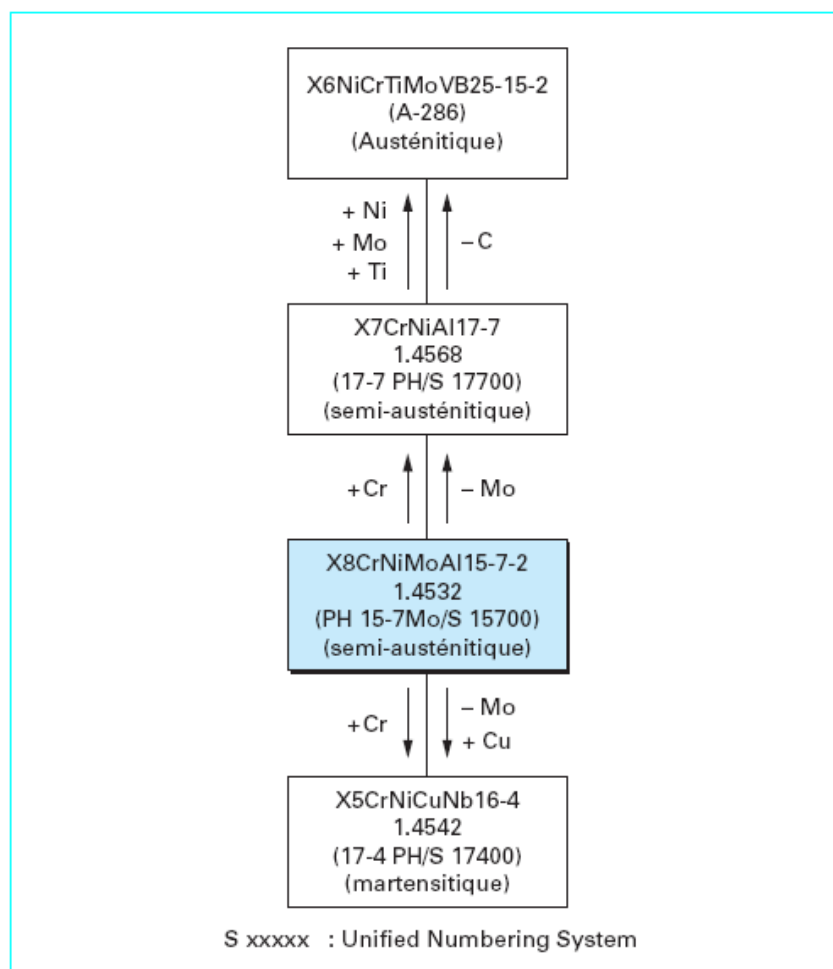


Figure I.7 : Principaux aciers inoxydables à durcissement par précipitation

I.6.2. Propriétés des aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation ont été développés pour fournir la force et une ténacité élevées tout en conservant une bonne résistance à la corrosion. Certains peuvent être traités thermiquement pour fournir une résistance à la traction de 850 MPa à 1700 MPa et obtenir des forces de 520 MPa à plus de 1500 MPa. Ils ont été développés pour combler le déficit imposé par les limites de renforcement des aciers austénitiques et ferritiques [8]. exemple

- i. **Les aciers semi- austénitiques** : par exemple le 17-7ph

Caractéristiques mécaniques

Elongation à la rupture (%)	<25
Module d'élasticité (GPa)	214
Résistance à la traction (MPa)	1020-1550
Résistance aux chocs (J m ⁻¹)	61-115

Tableau I. 3. caractéristique mécanique de 17-7ph

Caractéristiques physiques

Densité (g cm ⁻³)	7,81
Point de fusion (°C)	1435

Tableau I.4. Caractéristiques physiques de 17-7ph**Caractéristiques thermiques**

Coefficient d'expansion thermique à 20-90C (x10 ⁻⁶ K ⁻¹)	15,3
Conductivité thermique à 23C (W m ⁻¹ K ⁻¹)	16,7

Tableau I.5. Caractéristiques thermiques de 17-7ph**Caractéristiques électriques**

Résistivité électrique (μOhmcm)	80-85
-----------------------------------	-------

Tableau I.6. Caractéristiques électriques de 17-7ph**ii. Les aciers martensitiques : 15-5ph****Caractéristiques mécaniques**

Propriétés	Métrique
Résistance à la traction	1380 MPa
Limite d'élasticité	1275 MPa
Module d'élasticité	200 GPa
Allongement à la rupture	10%
La dureté, la dureté Brinell	420
Dureté Rockwell B	104
Dureté, Rockwell C	44,2
Dureté Vickers	445
Choc Charpy	10 J

Tableau I.7. Caractéristiques mécaniques de 15-5PH

I.6.3. Microstructure des aciers inoxydables durcis par précipitation

- **Les aciers martensitiques**

Les aciers martensitiques à transformation directe par exemple, 17-4 PH , 15-5 PH, 16-6 PH . Après trempe, suivi d'un revenu, on obtient directement une structure martensitique. Le durcissement structural par précipitation ou durcissement secondaire est obtenu par précipitation de composés intermétalliques de type Ni₃ Cu par chauffage[1].

- **Les aciers semi- austénitiques**

Les aciers semi-austénitiques ou à transformation martensitique Indirecte. par exemple, 17-7 PH (AISI 631), PH 15-7 Mo, AM-350, AM-355, PH 14-8 Mo . Ces nuances sont telles que le point de transformation Ms est situé en dessous de la température ambiante. Après hypertrempe, l'alliage conserve une structure austénitique à l'état métastable. C'est dans cet état structural que sont effectuées les opérations de mise en oeuvre. La structure est ensuite transformée en martensite, soit par refroidissement au-dessous de Ms c'est-à dire déstabilisation, soit par un traitement de carbone et de l'azote par chauffage entre 750 et 800 °C suivi du traitement par précipitation de composés intermétalliques Ni₃ Al et NiAl [1].

II.1.Généralité :

Les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement ayant pour but :

a. D'améliorer les caractéristiques des matériaux et rendre ceux-ci plus favorables à un emploi donné, à partir des modifications suivantes :

- Augmentation de la résistance à la rupture et de la limite élastique R_m , R_e , A % en donnant une meilleure tenue de l'élément.
- Augmentation de la dureté, permettant à des pièces de mieux résister à l'usure ou aux chocs.

b. De régénérer un métal qui présente un grain grossier (affiner les grains, homogénéiser la structure) cas des matériaux ayant subi le forgeage.

c. De supprimer les tensions internes (écrouissage) des matériaux avant subits une déformation plastique à froid (emboutissage, fluotournage)[10].

II.2.Définitions et procédés des traitements thermiques :

Le traitement thermique d'une pièce consiste à lui faire subir des transformations de structure grâce à des cycles prédéterminés de chauffage et de refroidissement afin d'en améliorer les caractéristiques mécaniques : dureté, ductilité, limite d'élasticité.

Le procédé de traitement thermique se compose de (figure II.1) :

- 1-L'échauffement à des températures supérieures aux températures de Transformation
- 2-Maintient à une température définie.
- 3-Refroidissement avec une vitesse donnée :
 - lente (dans le four, à l'air).
 - Assez rapide (dans l'huile).
 - Très rapide (dans l'eau).

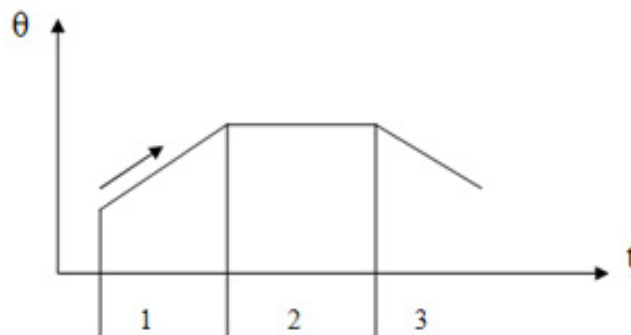


Figure II .1. cycle de traitement thermique

II.3. La trempe :

La trempe est un traitement thermique qui consiste à refroidir rapidement une pièce à partir d'un état structural de référence, en général monophasé, donc homogène. Il a, pour objectif, d'inhiber les transformations contrôlées par la diffusion. Le contrôle de la structure définitive est plus facile par trempe suivie d'un chauffage.

Le refroidissement est obtenu par la mise en contact avec un fluide réfrigérant : La vitesse locale de refroidissement dépend donc essentiellement de la conductibilité thermique du matériau et de la position du point d'observation par rapport à la source froide. L'efficacité de la trempe dépend donc de la comparaison entre vitesse de refroidissement et vitesse de diffusion.[11].

a) Trempe étagée :

Partant d'une température d'homogénéisation, la trempe étagée consiste à refroidir brusquement l'alliage à une température intermédiaire entre température d'homogénéisation et l'ambiante, le refroidissement final étant effectué à l'eau.

b). Trempe martensitique :

Elle provoque l'apparition d'une structure martensitique ayant une dureté très élevée. Les lois de refroidissement peuvent être continues ou discontinues.

c). hypertrempe :

Sur certains aciers austénitiques, cette trempe crée une structure d'austénite homogène à température ambiante. Elle provoque l'adoucissement du matériau (comme certains aciers inox). Elle se produit si la température de trempe est trop élevée.

II.4. Le revenu

Le revenu est un chauffage qui suit la trempe et qui sert à « l'adoucir ». En effet, si la trempe augmente la limite élastique R_e , elle diminue également la ductilité $A\%$ et la résilience K_c . L'acier résiste donc moins bien à la propagation des fissures, il est plus fragile. Le revenu permet de redonner un peu de ductilité, mais diminue la limite élastique.

Le chauffage s'effectue en dessous de la limite de formation de l'austénite A_1 , en général vers 600°C . Le but est de permettre au carbone de diffuser et donc

- de transformer une certaine proportion de martensite en ferrite α et cémentite ;
- de transformer l'austénite résiduelle en bainite, voire parfois en martensite lors du refroidissement.

On maintient la température pendant « un certain temps » puis on effectue un refroidissement lent jusqu'à la température ambiante.

Le revenu peut aussi être utilisé pour faire précipiter une phase durcissante aux joints de grain, des carbures d'éléments d'alliage (Mo, W, Ti, Nb) : ces éléments ont été piégés dans la matrice de fer au cours de la trempe ou de l'hypertrempe, et le revenu leur permet de diffuser. On peut ainsi obtenir un durcissement structural ; le traitement est dit de « vieillissement » (ageing), l'acier est dit maraging (martensite ageing).

Par contre, le revenu peut aussi provoquer une migration d'impuretés vers les joints de grain ce qui cause une fragilité, dite « fragilisation au revenu ». Un ajout de molybdène peut éviter ce problème.

II.5. Le recuit

Le recuit se fait après un traitement mécanique, une opération de soudage, etc. afin de rendre plus homogène le matériau et lui rendre une partie de ses propriétés antérieures. On chauffe jusqu'à austénitisation totale de la pièce, puis on laisse refroidir lentement, ce qui lui fait retrouver ses anciennes propriétés.[13].

II.6. Transformation martensitique :

La transformation martensitique est une transition structurale displacive du premier ordre présentant une déformation homogène de réseau cristallographique, constituée essentiellement par un cisaillement.

Ces transformations se déroulent à l'état solide et sans diffusion atomique. Au cours de la transformation, les déplacements des atomes sont inférieurs à une distance interatomique. Il n'y a pas de changement de composition chimique entre les phases. Le changement de structure cristalline entre la phase mère et la phase produit engendre une déformation homogène de la maille cristalline (cisaillement), qui peut être effectué par la distorsion du réseau.

La transformation martensitique a lieu par germination et croissance, dans un intervalle de température où coexistent les phases austénitique et martensitique. Les deux phases sont

nettement différenciées au cours de la transformation par la présence des interfaces (austénite/martensite), avec une hystérésis et une enthalpie de transformation. Tout ceci montre le caractère du premier ordre de la transformation.

II.7. Durcissement structural par précipitation

Le durcissement structural par précipitation consiste à faire précipiter par des traitements thermiques adéquats des particules de seconde phase dans les grains de l'alliage de façon à faire obstacle au mouvement des dislocations dans le plan de glissement.

Les principes fondamentaux de ce mécanisme reposent sur la théorie élastique des dislocations. Les particules qui entravent le mouvement des dislocations peuvent aussi bien être des inclusions formées lors de la solidification en raison de leur très faible solubilité dans le métal solide (oxyde, sulfure) que des précipités obtenus par un traitement thermique de mise en solution suivi d'un maintien à une température plus basse et pour laquelle la limite de solubilité est plus faible. Selon le degré de cohérence entre les précipités et la matrice, le durcissement de l'alliage résultera soit du cisaillement des précipités par les dislocations (précipités cohérents ou semi-cohérents), soit de leur contournement (précipités incohérents). Dans le cas d'un durcissement d'un alliage par précipitation d'une seconde phase, deux cas doivent être considérés. Le premier implique que le durcissement est réalisé par le contournement du précipité par la dislocation. La seconde possibilité est que la dislocation cisaille le précipité [14].

Pour les aciers inoxydables à durcissement par précipitation Le processus de durcissement de précipitation implique la formation (précipitation) de phases intermétalliques très fines telles que Ni_3Al , Ni_3Ti , $Ni_3(Al, Ti)$, $NiAl$, Ni_3Nb , Ni_3Cu , carbures, et Laves (AB_2) phases. Vieillesse prolongée provoque le grossissement des phases intermétalliques, qui à son tour provoque la diminution de la force, en raison du fait que les dislocations peuvent court-circuiter les phases intermétalliques grossières. [7].

II.8. Traitement thermique des aciers inoxydables à durcissement par précipitation:

Durcissement par précipitation est défini comme le renforcement d'un matériau par la précipitation d'un constituant à partir d'une solution solide sursaturée, petites quantités d'aluminium, de cuivre ajoutés aux aciers inoxydables sont soupçonnés d'être les éléments responsables de durcissement par précipitation.

Il ya trois étapes dans le cycle complet des aciers inoxydable à durcissement par précipitation(figure II.2):

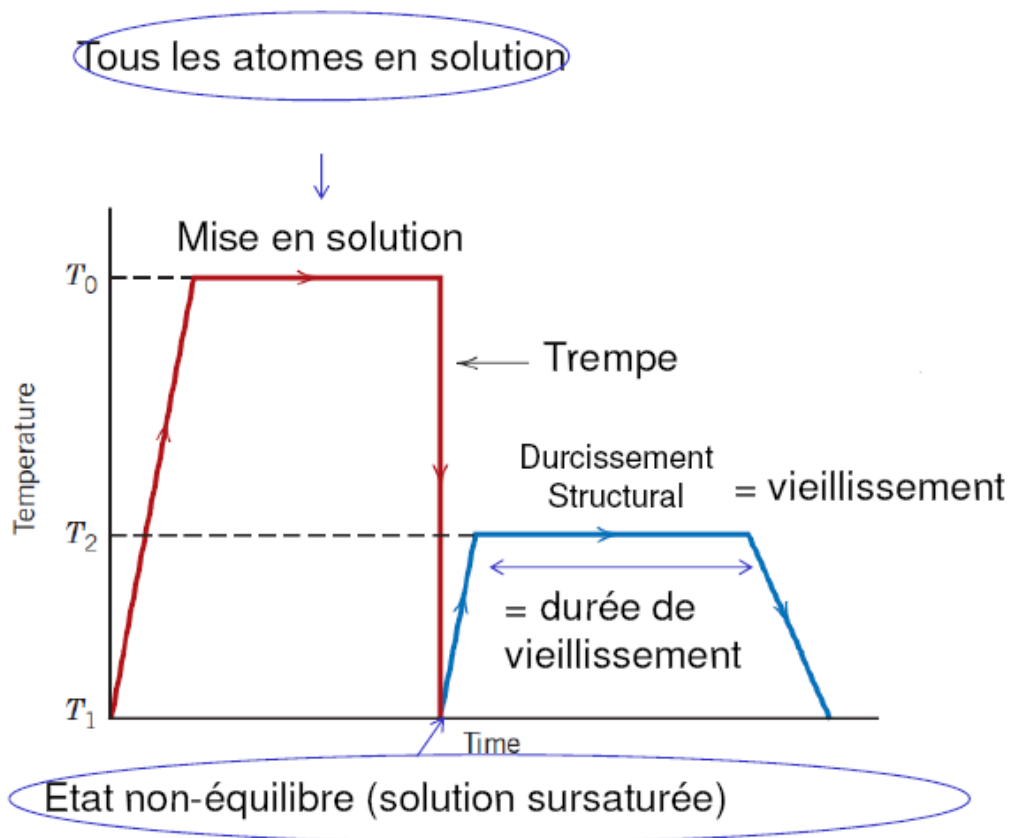


Figure II.2. Cycle de traitement des aciers inoxydables à durcissement par précipitation

1/ Un traitement thermique de mise en solution

dans cette étape, l'acier inoxydable est trempé à une température élevée pour dissoudre des quantités significatives de l'élément de durcissement dans la matrice d'austénite, l'heure exacte et la température du traitement dépendent de la composition de l'alliage et les propriétés mécaniques désirée, en outre, cette étape est également utilisé pour ajuster la composition de l'austénite des aciers inoxydables martensitiques et semiaustenitic et, par conséquent, de contrôler la température de transformation

2/ la formation de l'état de sursaturation :

la plupart des éléments sont moins solubles à la température ambiante qu'à température élevée, la sursaturation des éléments de durcissement est obtenu par un refroidissement rapide ou trempe, encore plus état de sursaturation peut être obtenue si l'alliage se transforme en martensite du fait que les éléments d'alliage sont moins solubles dans la martensite que dans

austénite ,cette transformation peut être réalisée par refroidissement en dessous de zéro à la température MF, soit par le contrôle de la composition de l'austénite par le traitement de la solution de sorte que la transformation est complète à la température ambiante.

3/ durcissement par précipitation ou le vieillissement.

La précipitation ne se produit pas naturellement à la température ambiante dans les aciers inoxydables parce que le taux de diffusion sont négligeables, Cependant, la migration d'atomes s'effectue à des températures un peu plus élevées et des composés intermétalliques sont formés à partir des éléments d'alliage, ces précipités submicroscopiques se produisent le long des plans cristallographiques de la matière de matrice.

Cependant, les différences dans les dimensions de maille entre le composé précipité et la matrice provoquent la matrice de devenir sévèrement tendues ,le développement de cette condition tendue représente le renforcement qui est provoquée par la réaction de précipitation, en faisant varier le temps de vieillissement et de la température, la taille et la répartition des précipités peuvent être contrôlés ,une longue exposition à des températures basses dans la gamme de précipitation est le plus efficace pour le renforcement, parce que les particules de précipité sont petites et uniformément répartie . A température intermédiaire, les particules de précipité sont un peu plus et ne sont pas aussi efficaces, mais le renforcement maximale peut être atteint dans un temps beaucoup plus court à haute température dans la gamme de précipitation des particules poussent à encore plus grande taille, tonte a lieu entre le précipité et la matrice soulager la souche. [15].

Martensitiques	Semi-austénitiques (ou à transformation martensitique indirecte)	Austénitiques
Trempe à 1 050 °C	Hypertrempe à 1 050 °C	Hypertrempe à 1 050 °C
↓	↓	↓
Structure martensitique	Structure austénitique	Structure austénitique
↓	↓	↓
Revenu entre 450 et 600 °C	Refroidissement entre - 70 et - 80 °C ou	Durcissement par précipitation entre 700 et 800 °C
↓	chauffage entre 750 et 800 °C	
Durcissement par précipitation par chauffage entre 480 et 620 °C	↓	
	Structure martensitique	
	↓	
	Durcissement par précipitation par chauffage entre 450 et 570 °C	

Tableau .II.1 : traitement thermique de différent type d'acier inoxydable a durcissement par précipitation

II.9 .Aciers austénitiques:

Le traitement thermique d'hypertrempe est effectué entre 950 et 1 000 °C avec refroidissement quelconque (air-huile-eau). Le durcissement résulte d'un traitement de 12 à 16 h à une température allant de 700 à 760 °C, avec précipitation de Ni_3Ti ou de $Ni_3(Ti, Al)$ dans γ . Le durcissement sera moins important et la ductilité un peu meilleure pour les températures de revenu les plus fortes[1].

II.10.Aciers martensitiques à transformation directe :

Les points M_s et M_f de ces nuances sont toujours supérieurs à l'ambiante ou en sont proches, ce qui permet d'obtenir, après refroidissement à partir du domaine austénitique, une structure presque entièrement martensitique, La température d'hypertrempe sera choisie dans le domaine 1 000-1 050 °C avec maintien d'une demi-heure minimum à cette température. Le traitement de durcissement sera réalisé à des températures comprises dans l'intervalle 450-650 °C avec temps de maintien voisin de quatre heures par précipitation de composés Intermetalliques de type Ni_3Cu dit durcissement structural par précipitation ou durcissement secondaire, le temps de maintien environ quatre heures. Le durcissement maximal sera obtenu pour les températures les plus basses (450-500 °C). Les températures les plus hautes pourront conduire à une certaine proportion d'austénite (dite de réversion)[16]. La Figure II .3 montre comme exemple un traitement thermique standard pour acier inoxydable à durcissement par précipitation martensitique 15-5ph

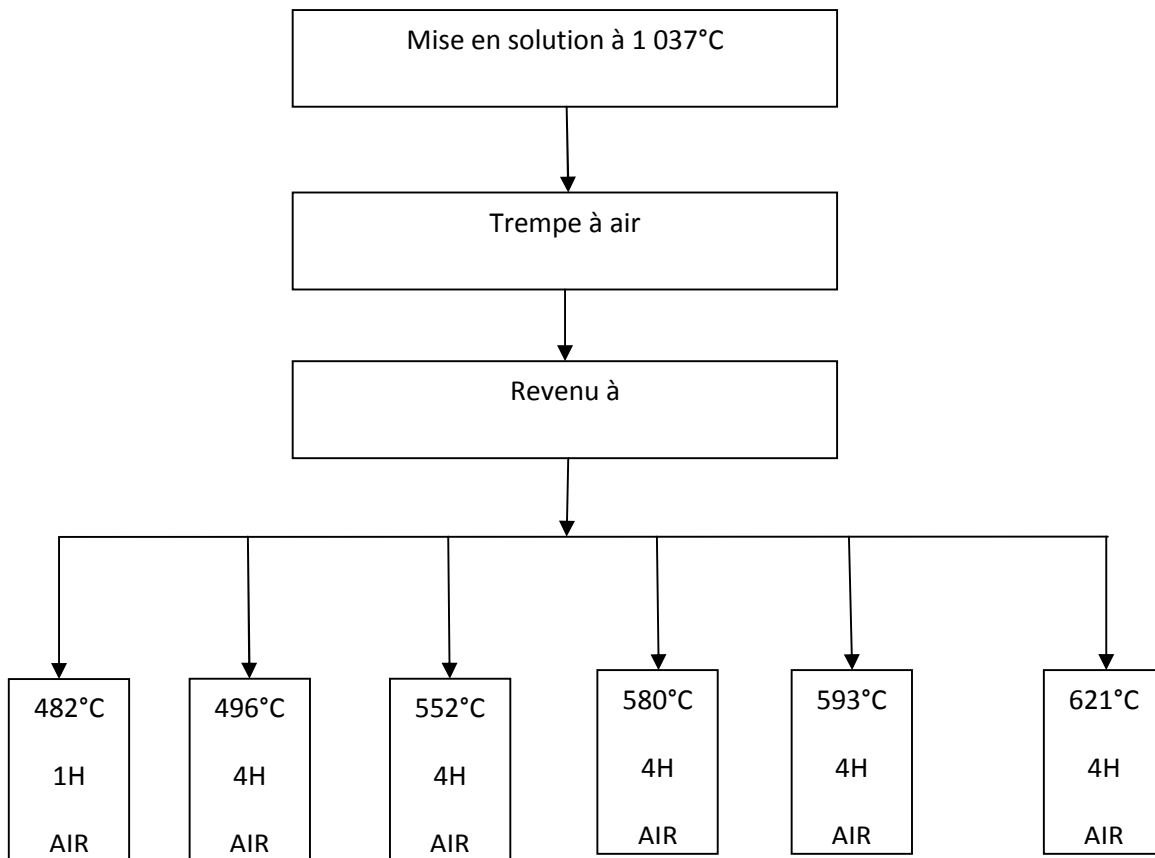


Figure II .3 Traitement thermique standard pour aciers inoxydable 15-5ph

II.11 .Aciers semi-austénitiques ou à transformation martensitique indirecte :

Pour ce type d'aciers, la structure obtenue après traitement d'hypertrempe (température : 1040 à 1 070 °C) est austénitique (instable) avec une certaine proportion de ferrite (inférieure à 20 %), présente sous forme de bandes.

Le traitement de durcissement par revenu est donc précédé d'un traitement de déstabilisation de l'austénite, qui peut être de deux types : conditionnement ou traitement par le froid.

- Le traitement de conditionnement comporte un maintien vers 750-800 °C : l'austénite formée possède donc un point Ms supérieur à 70 °C et un point Mf proche de l'ambiante. Au refroidissement (air ou huile), la quasi-totalité de l'austénite se transforme donc en martensite, ce qui évite un traitement par le froid. On pourra pour plus de sûreté rester au moins une heure à l'ambiante. Ce traitement a cependant l'inconvénient d'être accompagné de la précipitation de carbonitrides de chrome aux joints austénite-ferrite lors du maintien à 750-800 °C : c'est d'ailleurs cette

précipitation qui déstabilise l'austénite en l'appauvrissant en carbone et azote. Cette précipitation intergranulaire est néfaste aux propriétés de ductilité et de résilience.

- Un maintien à 940-960 °C permet par contre de conserver le carbone en solution solide. Cependant, le point M_f est alors inférieur à l'ambiante et il faudra prolonger la trempe par un traitement par le froid à - 80 °C par exemple. Notons que la déstabilisation de l'austénite peut aussi, et le plus souvent, être obtenue par écrouissage à froid (taux de réduction > 50 %).

Après obtention d'une structure martensitique à 80-95 % (le reste est de la ferrite), on procède au durcissement par revenu (précipitation de NiAl) à des températures allant de 450 à 570 °C et pour des temps de 1 à 4 h. Les températures les plus basses correspondent aux caractéristiques mécaniques les plus élevées. Un double revenu de 2 h à 760 °C + 4 h à 565 °C peut être préféré après trempe à partir de 930 °C : on obtient ainsi une amélioration de la ductilité à résistance quasiment inchangée. Le revenu à 760 °C est réalisé en domaine intercritique et est suivi d'un maintien à l'ambiante.[16].

La Figure II. 3 montre comme exemple un traitement thermique standard pour acier inoxydable à durcissement par précipitation semi-austénitique 17-7ph

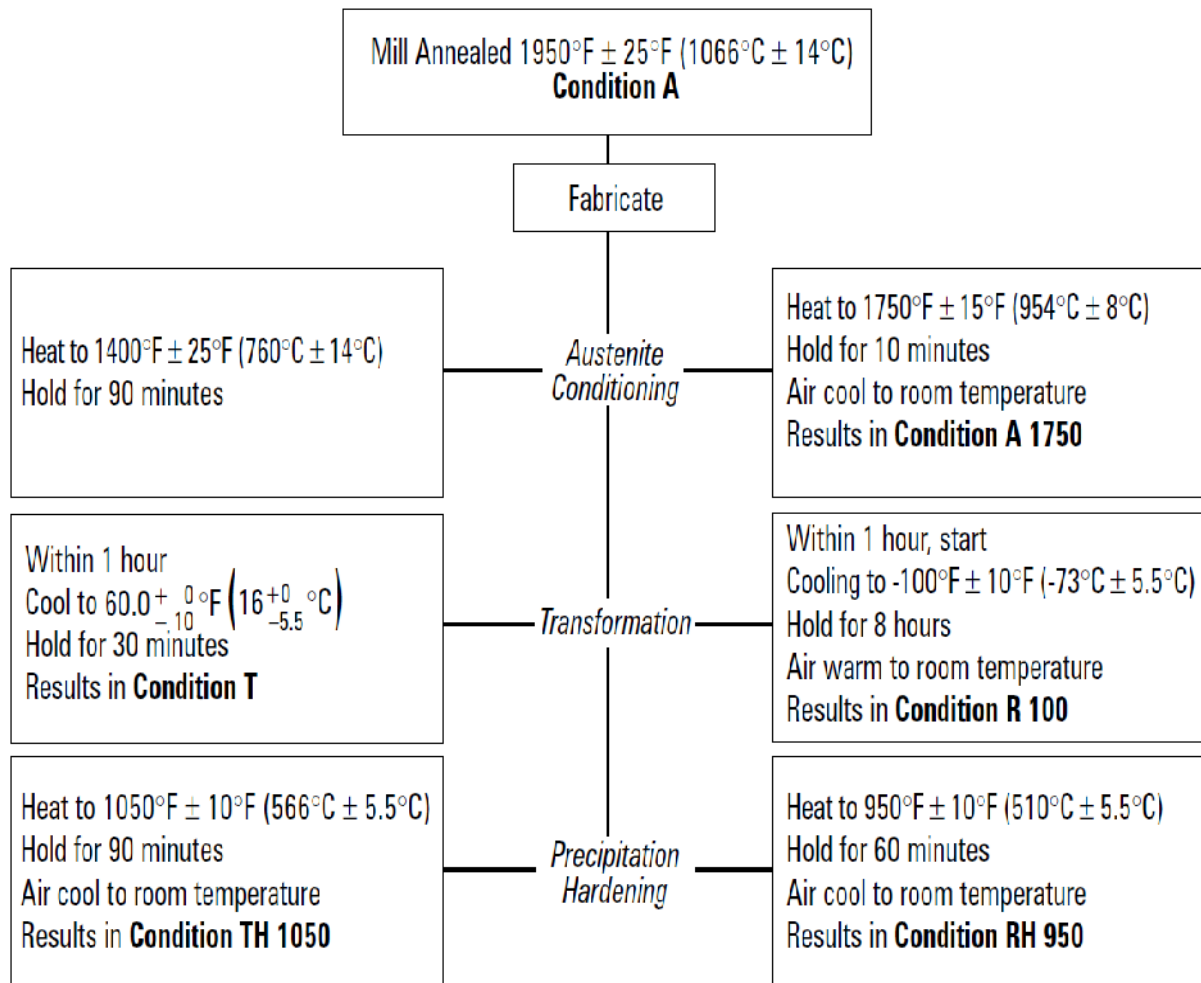


Figure II. 4 traitements thermiques standards pour acier inoxydable 17-7ph

Introduction

Dans cette partie nous faisons le point sur les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons traités thermiquement de l'acier inoxydable à durcissement par précipitation 15-5ph et 17-7ph. Dans ce qui suit, nous présentons par ordre chronologique les différentes opérations concernant les traitements thermiques et les méthodes de caractérisation mécanique et métallurgique de la nuance étudiée.

2 . Matériaux :

Les matériaux qu'on a utilisés sont des aciers inoxydables à durcissement par précipitation 17-7 ph et 15-5ph ,

L'acier 17-7 ph appartenant à la famille d'aciers inoxydables à durcissement par précipitation semi austénitique et 15-5 ph appartenant à la famille d'aciers à durcissement par précipitation martensitique , qui est fréquemment utilisé dans la construction aéronautique..

L'analyse chimique des matériaux a été faite au niveau de la base centrale logistique de Beni Merad –Blida (B.C.L) :

1 .1 .17-7 PH

Composition

Élément	Contenu (%)
Chrome, Cr	16.16
Nickel, Ni	6.90
Aluminium, Al	0.92
Carbone, C	0.114

Tableau III.1. composition chimique de 17-7ph

Applications

L'acier inoxydable 17-7 PH est principalement utilisé pour des applications nécessitant une résistance à la corrosion, une bonne résistance et les propriétés mécaniques jusqu'à 427 ° C (800 ° F) en fonctionnement. Il est aussi couramment utilisé pour des pièces complexes en raison de sa faible distorsion dans le traitement thermique.

L'acier inoxydable 17-7 PH trouve utilisations dans les domaines suivants:

- Variété des ressorts et des rondelles
- un équipement de traitement chimique
- Les échangeurs de chaleur
- chaudières électriques
- tubes du surchauffeur
- Les composants utilisés dans des conditions haute résistance / haute température

2.15-5 PH

Composition

Élément	Contenu (%)
Chrome, Cr	14.66
Nickel, Ni	4.05
Manganèse, Mn	0.52
Carbone ,C	0.055
P	0.033
Si	0.53
C	0.055
MO	0.290
AL	0.015
CU	3.64

Tableau III.2. composition chimique de 15-5ph

Applications

principales applications acier inoxydable 15-5 PH:

- Sections de compresseur de turbine à gaz marins
- Arbres Hallow
- équipements de l'usine de papier
- Les pièces du moteur
- Les pièces de rechanges
- Engrenage
- Raccords et fixations
- Composants de réacteurs nucléaires

2. Préparations des échantillons

2.1 .Découpage

Le découpage se fait par la guillotine qui est montrée sur la photo de la figure 3.1 qui se trouve dans l'atelier de soudage du département de mécanique.



Figure 3.1 : Guillotine

2.2. Traitement thermique

Les traitements thermiques sont effectués au labo SDM à l'aide d'un four de marque Nabertherm d'une température max. de 1200°C.



Figure 3.2 : four Nabertherm

2.2.1. traitement de mise en solution

A. 15-5ph

- Chauffage 12 échantillons à la température :
 - 3 —————> 950°C
 - 3 —————> 1000°C
 - 3 —————> 1050°C
 - 3 —————> 1100°C
- avec un temps de Maintient de 40 min.
- Trempe à air ,eau, et huile pour chaque température .

B. 17-7ph

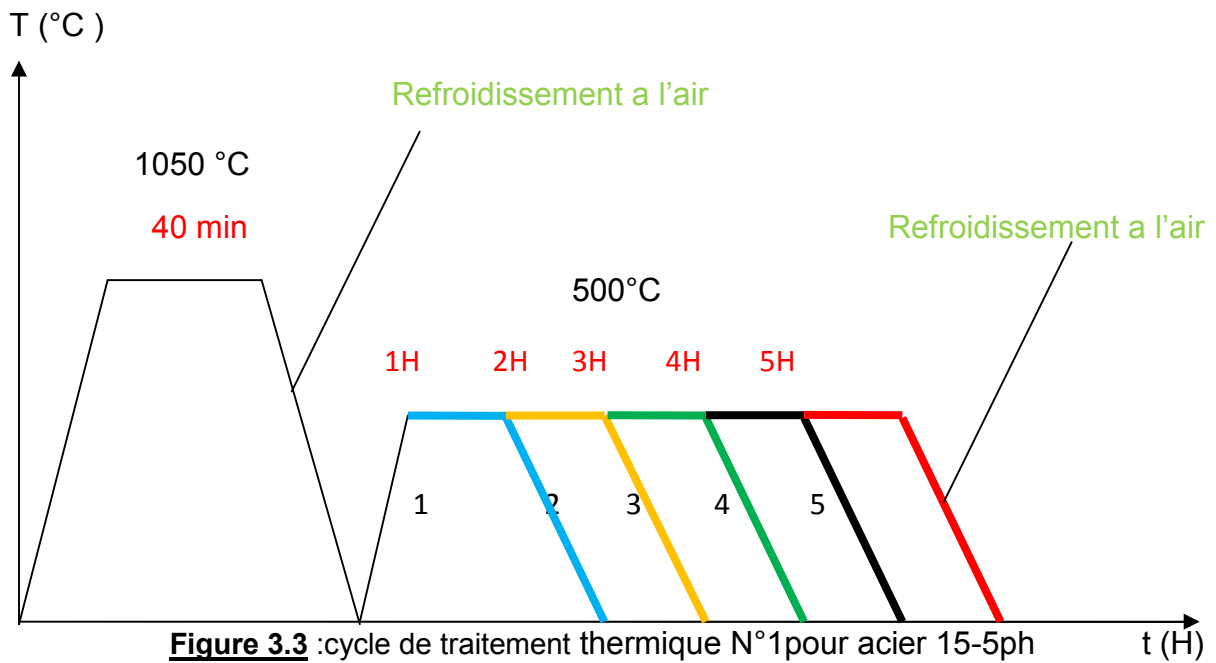
- Chauffage 8 échantillons à la température :
 - 2 —————> 950°C
 - 2 —————> 1000°C
 - 2 —————> 1050°C
 - 2 —————> 1100°C
- avec un temps de Maintient de 40 min.
- Trempe à air et eau pour chaque température .

2.2.2. traitement de durcissement :

Acier 15-5 ph

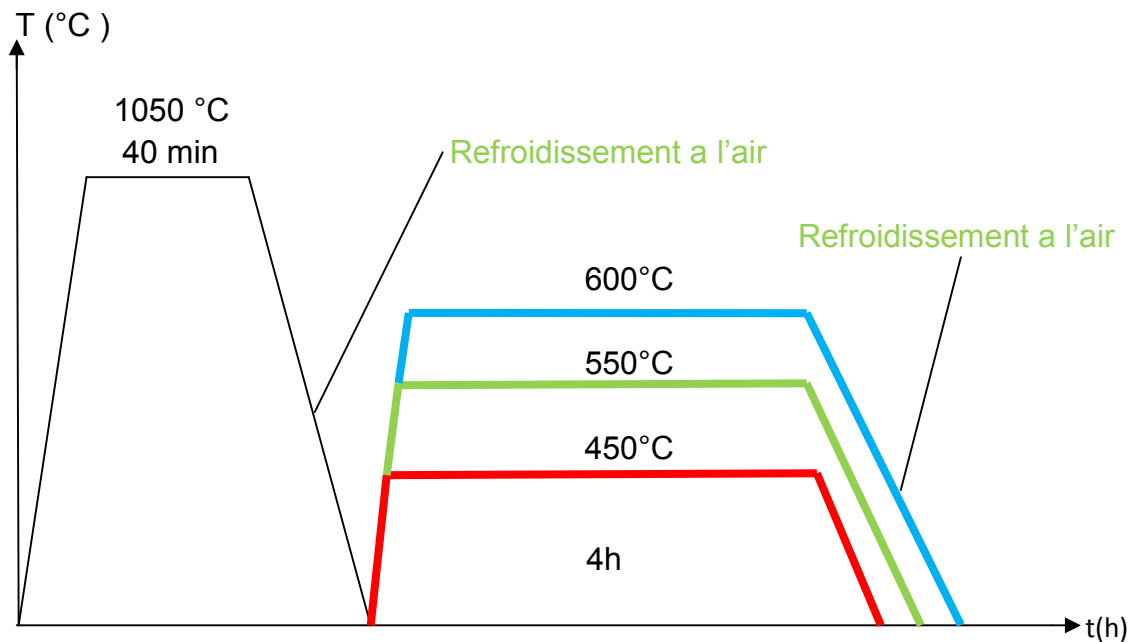
a). Traitement thermique N° 1 :

- Chauffage de (5) échantillons à la température : (1050 °C)
- Un Temps de Maintient de 40 min.
- Trempe à air.
- Revenu à 500°C pour chaque échantillon pendant :
 - échantillon N°1 → 1 H
 - échantillon N°2 → 2H
 - échantillon N°3 → 3H
 - échantillon N°4 → 4H
 - échantillon N°5 → 5H
- refroidissement a l'air



b)• Traitement thermique N° 2 :

- Chauffage de (3) échantillons à la température : (1050 °C).
- Un maintien de 40 min.
- Trempe à air pour les 3 échantillons.
- Revenu pendant 4 h avec changement température pour chaque échantillons :
 - échantillon N°1 → 450 °C
 - échantillon N°2 → 550 °C
 - échantillon N°3 → 600 °C
- refroidissement a l'air



2.2.2. Acier 17-7 ph

a). Traitement thermique N° 1 :

- Chauffage de (4) échantillons à la température : (1100 °C) avec un temps de Maintient de 40 min.
- Trempe à air.
- Chauffage à 800°C avec un temps de Maintient de 1h
- Trempe a l'air
- Revenu pendant 2,5 h pour chaque échantillon avec température différente :
 - échantillon N°1 → 500°C
 - échantillon N°2 → 550°C
 - échantillon N°3 → 580°C
 - échantillon N°4 → 640°C
- refroidissement a l'air

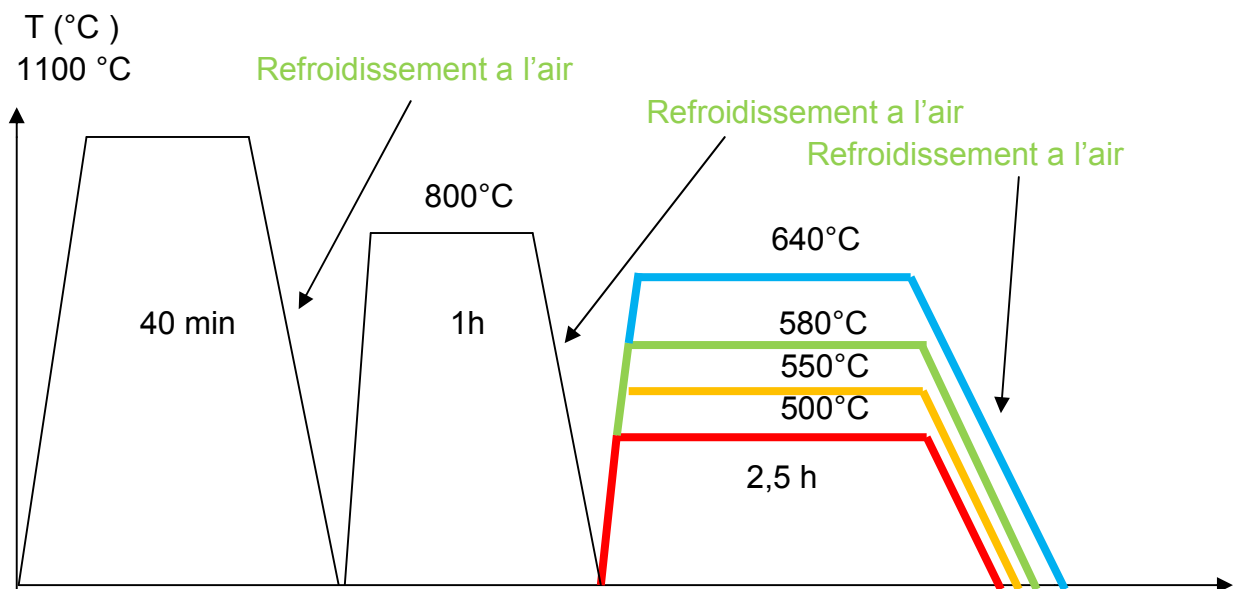


Figure 3.5 : cycle de traitement thermique N°1 pour acier 17-7ph

c)•Traitement thermique N°2 :

- Chauffage de (4) échantillons à la température : (1100 °C) avec un temps de Maintient de 40 min.
- Trempe à l'air.
- Chauffage à 800°C avec un temps de Maintient de 1h

- Trempe a l'eau
- Revenu pendant 2,5 h pour chaque échantillon avec température différente :
 - échantillon N°1 → 500°C
 - échantillon N°2 → 550°C
 - échantillon N°3 → 580°C
 - échantillon N°4 → 640°C
- refroidissement a l'air T (°C)

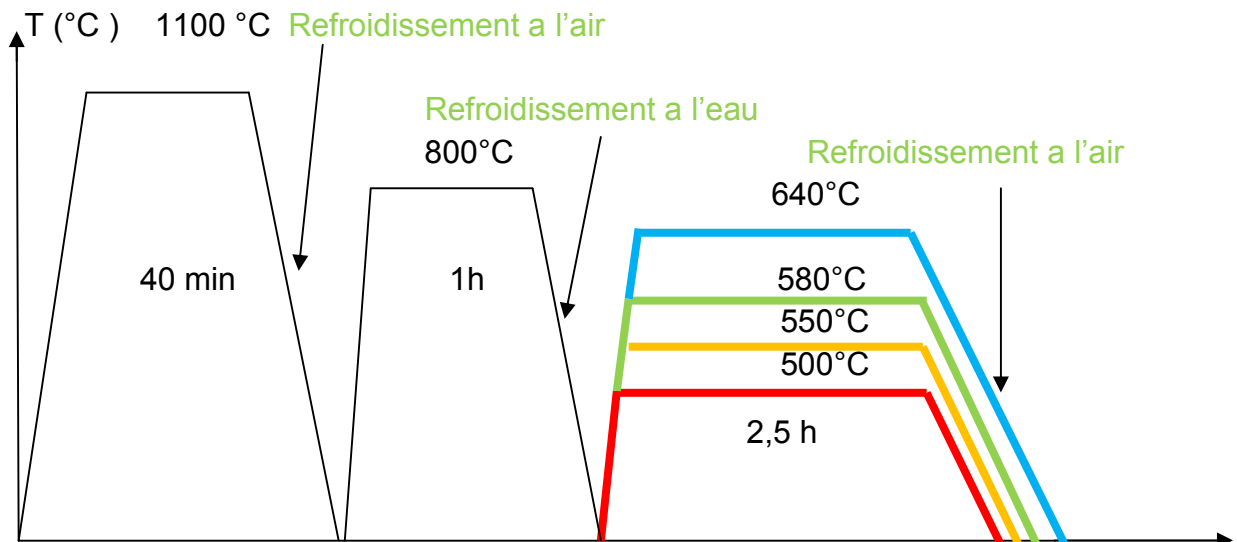


Figure 3.6 : cycle de traitement thermique N°2 pour acier 17-7ph

3. Etude métallographique

L'étude métallographique sert à préparer nos échantillons afin de visualiser la microstructure au microscope optique.

3.1. Enrobage

Enrobage des échantillons dans une résine thermodurcissable afin de mieux les manipuler durant l'opération de polissage. La figure 3.7 montre une photo de l'enrobeuse de marque STRUERS utilisée.



Figure 3.7 :Enrobeuse

3.2. Polissage

Le polissage est effectué au labo SDM à l'aide d'une polisseuse à pour but d'éliminer l'irrégularité de surface et donne une surface plus ou moins lisse. La polisseuse utilisée est montrée dans la figure,

Le polissage a été fait en deux étapes :

- Pré polissage.
- Polissage de finition.

A). Pré polissage.

Il a été fait par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fins. Le polissage est fait sous eau (ou avec arrosage) pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.

❖ Granulométries du papier abrasif utilisé : **280-400-600-800-1000-1200-4000.**

Une durée de polissage que l'on peut estimer 5 minutes par granulométrie.



Figure 3.8 : Polisseuse

B). Polissage de finition :

A fin de donner à nos échantillons un effet miroir, on utilise une polisseuse de finition avec une poudre alumine

La figure 3.9 montre la polisseuse de finition utilisée dans notre laboratoire.



Figure 3.9 : Polisseuse de finition

3.3. Attaque chimique

La métallographie nécessite une attaque chimique des échantillons pour mettre en évidence la structure de ces derniers, La composition de solution utilisée est :

- a) 6,25 ml de HNO_3
- b) 12,5 ml de HCl ,
- c) 0,25 g de CuCl_2

3.4. Microscope optique

Le microscope qui se trouve dans notre laboratoire est équipé de quatre objectifs d'agrandissement de 20X jusqu'à 100X, un oculaire de 10X (alors si on est en train de voir avec un objectif de 20X accouplé à l'oculaire de 10X alors l'agrandissement de la microstructure est de 200X. La figure 3.10 montre le microscope optique de marque Carl Zeiss à plateau inversé. Il est équipé d'un appareil photo numérique afin de photographier les microstructures obtenues.



Figure 3.10 : Microscope optique Carl Zeiss

4 .caractérisation mécanique :

Essai de dureté

La dureté est un paramètre permettant de caractériser les matériaux, il existe plusieurs manières de déterminer la dureté d'un matériau dont certaines font l'objet de norme précise

1. La dureté Brinell
2. La dureté Vickers
3. La dureté Rockwell

Dans notre cas la manière en préconisant est la dureté Vickers.

L'essai de dureté VICKERS consiste à imprimer sur la surface de la pièce un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet de 136° sous une charge F et à mesurer la diagonale d de l'empreinte laissée après suppression de la charge. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

Cet essai est le plus précis et permet de tester des pièces fines. La surface doit être rectifiée ou polie.

$$HV \cong 0,189 \cdot \frac{F'}{d^2}$$

HV = Dureté Vickers

F = Force appliquée [N]

d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

Le degré de dureté noté Hv .

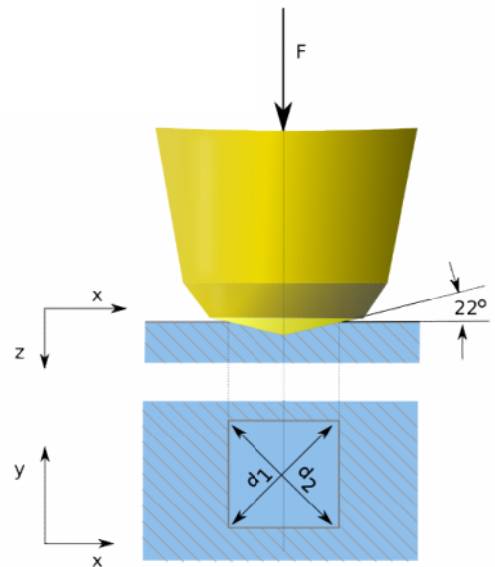


Figure 3.11 : l'empreinte de dureté

On réalise les essais de dureté au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC), l'équipement utilisé pour cet essai est un duromètre de type Vickers de marque INNOVATEST (NEMESIS 9000) dont le poids varie entre 10 et 150 kg .

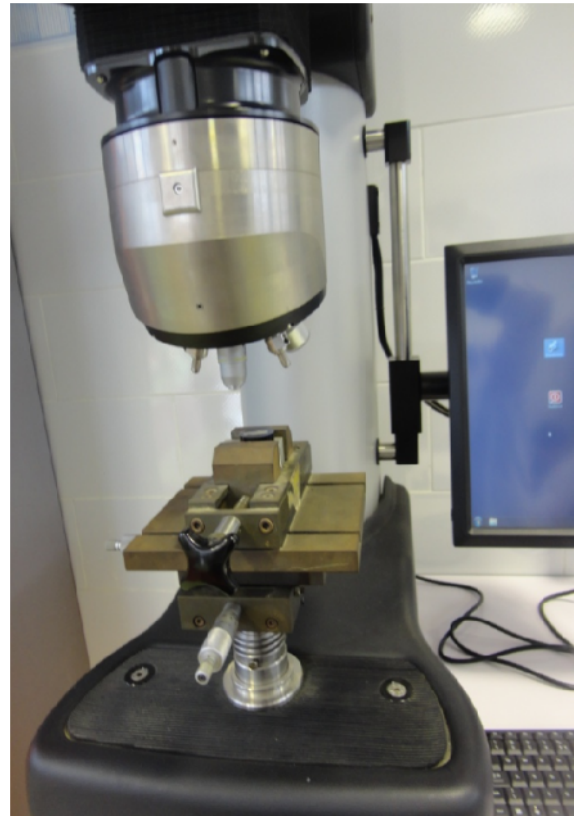


Figure 3.11: machine de dureté INNOVATEST (NEMESIS 9000)

Dans notre cas ,on a effectués cet essai sur des échantillons enrobé ,on a prenait deux points de chaque échantillon, et la force utilisée est de 10kg.

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des expériences menées au cours de ce travail et leur interprétation.

2.1 .Aciers 15-5ph :

	air	eau	oil
950 °C	339,7	349,8	361
1000°C	349,3	349,5	348,8
1050°C	362,4	352,8	354,8
1100°C	300,8	357,5	356,7

Tableau IV.1. la dureté des échantillons après mise en solution

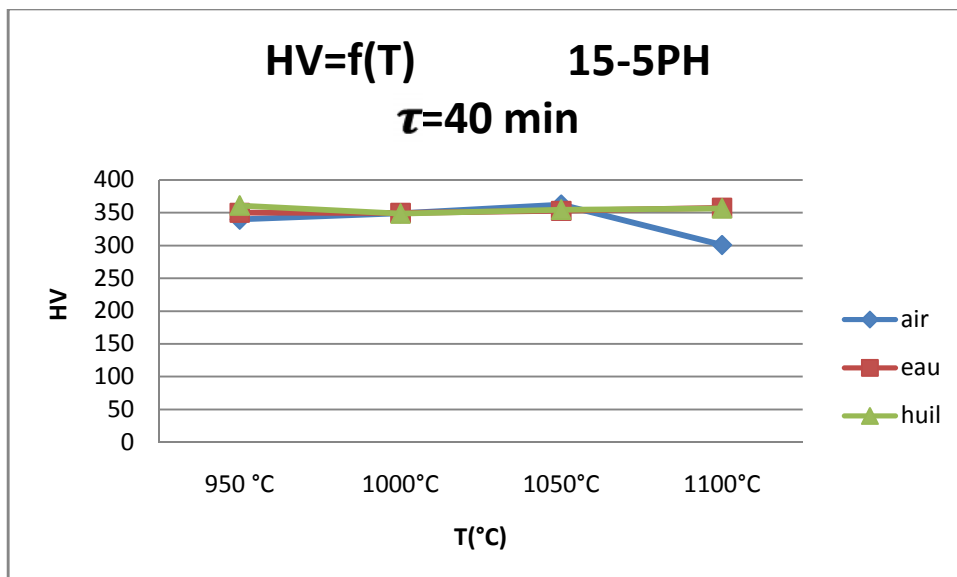


Figure .IV.1 Courbe de dureté après mise en solution d'acier 15-5ph pour refroidissement à l'air, eau et huile

La courbe montre une droite dans le refroidissement à l'eau et huile après mise en solution, se qui donne une dureté de 354 Hv

La chute de dureté à 1100°C à air est due au grossissements des grain .

- Vieillissement a $t=4h$



Figure .IV.2 micrographie après vieillissement à 450 °C/4h (X1000)

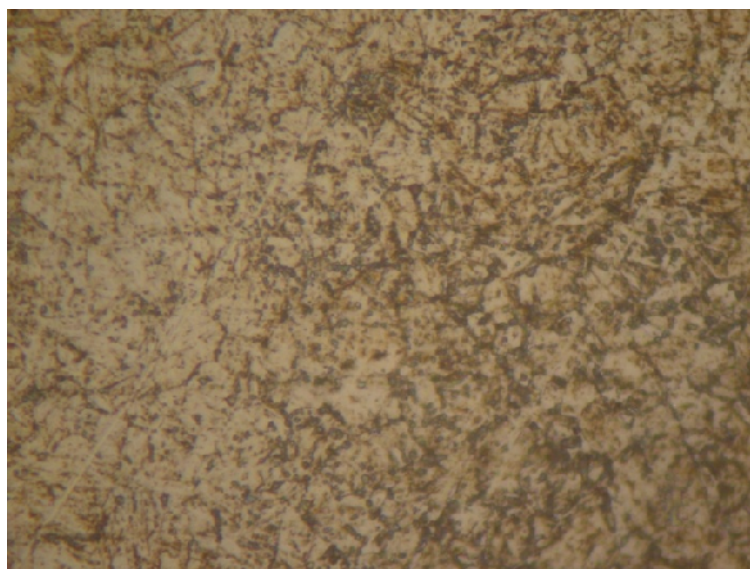


Figure .IV. 3 micrographie après vieillissement à 500 °C/4h (X1000)

- Vieillissement a $T=500^{\circ}\text{C}$ avec $t=1,2,3,4,5\text{h}$

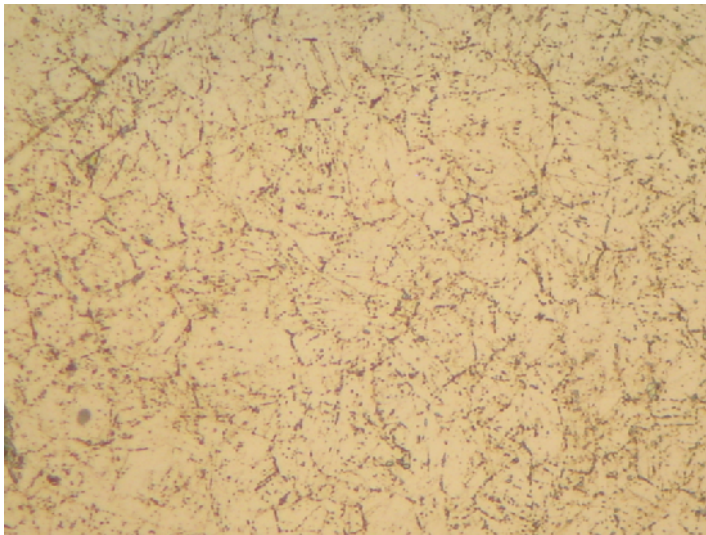


Figure .IV.4 micrographie après vieillissement à $500^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ (X500)

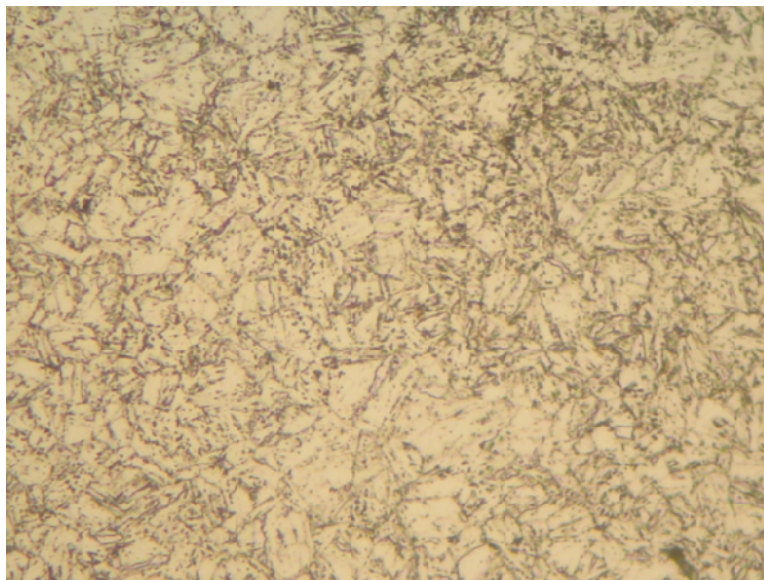


Figure .IV.5 micrographie après vieillissement à $500^{\circ}\text{C}/3\text{h}$ (X500)

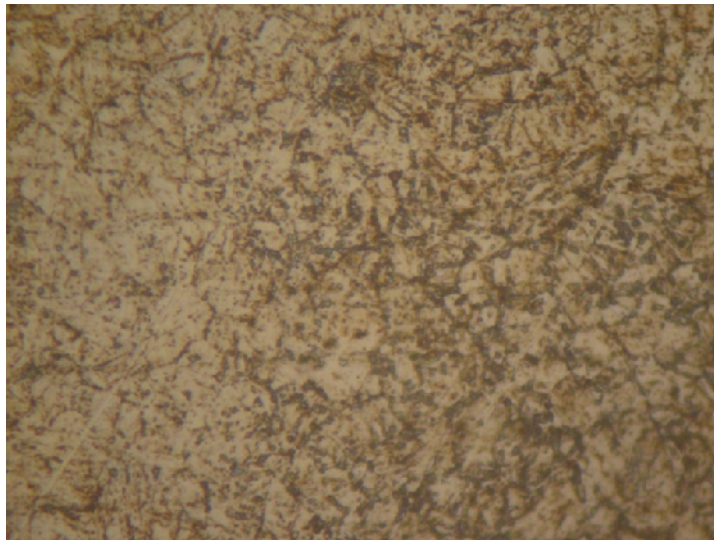


Figure .IV.6 micrographie après vieillissement à 500 °C/4h (X1000)

15-5PH	TEMPS	VAL
450	4H	449,25
500	4H	396,4
550	4H	362,4
600	4H	341,95

Tableau.VI.2 : la dureté des échantillons d'acier 15-5ph après vieillissement

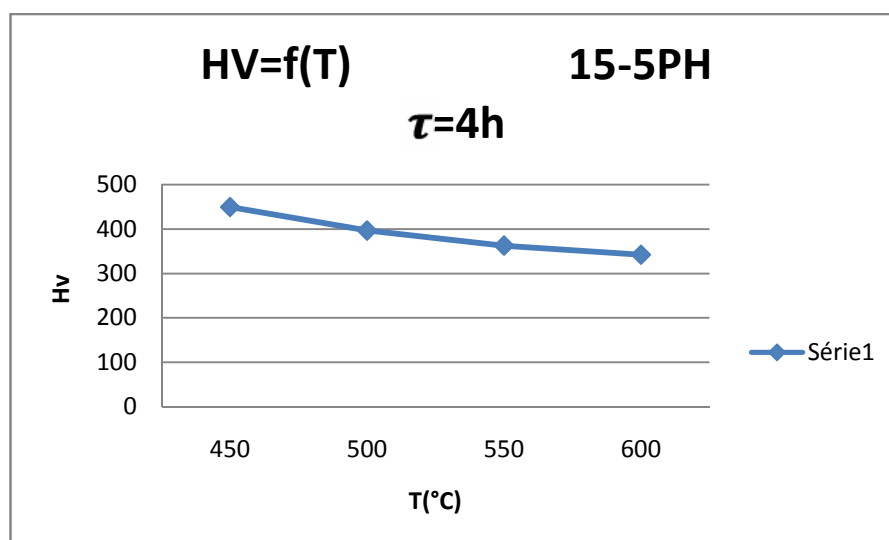


Figure .IV.7. Courbe de dureté de d'acier 15-5ph après vieillissement
T=450,500,550,600°C /4h

15-5PH	TEMPS	VAL
500	1H	424
500	2H	463,95
500	3H	424
500	4H	396,4
500	5H	392,6

Tableau.VI.3 : la dureté des échantillons d'acier 15-5ph après vieillissement

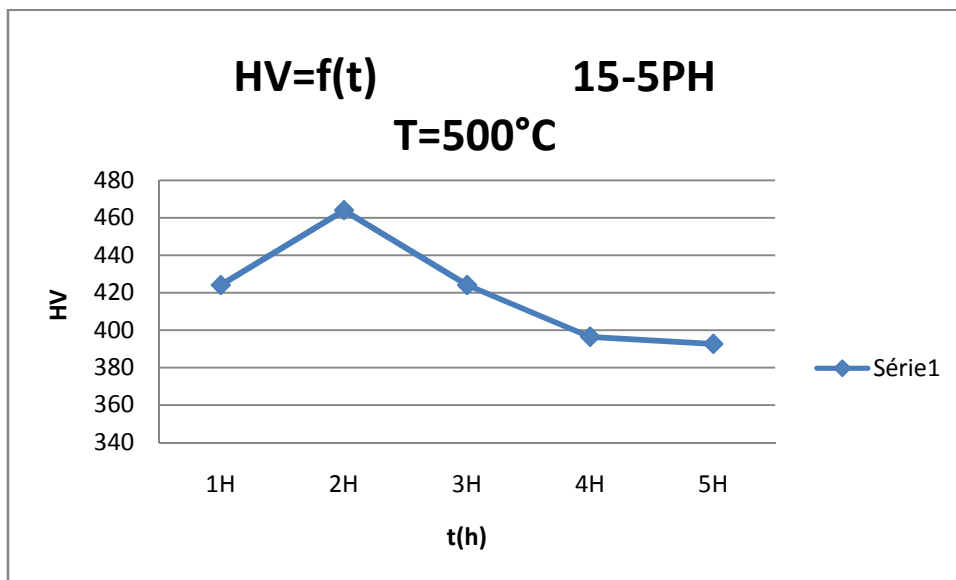


Figure .IV.8 Courbe de dureté d'acier 15-5ph après vieillissement $t=1,2,3,4,5h / T=500^{\circ}C$

Le 15-5 ph est un acier de haut résistance d'une matrice de composition Fe_14Cr_4Ni, a base teneur en carbone C, se qui donne une martensite relativement douce ,cet acier appartient a la familles d'acier inoxydables martensitique qui sont auto trempent , Les microstructures observe sur différents échantillons qui on subit des traitements de vieillissements à des températures différents on la même microstructure ,ils sont composé entièrement de la martensite de morphologie en latte ,et le non changement est expliqué par le fait que cet acier autotrempant ,donc la structure revient a sa forme initiale .

Le changement subit par cette microstructure n'est pas visible sur le microscope optique lors de traitement de vieillissements, mais on peut le constater par la variation de la dureté selon la température de traitement, ils sont montrés sur (**Figure .IV.8**)

Ce changement est dû à la formation de composés intermétalliques qui sont des précipités de cuivre Ni₃Cu, ces précipités sont trop petits de l'ordre nanométrique, ils peuvent être visibles que TEM (Transmission Electron Microscope).

Le durcissement de 15-5ph a atteint son maximum 463 Hv à une température de 500°C après 2h de traitement, et cela est expliqué par la création de précipités très fins qui gênent le mouvement de dislocation, ce qui augmente la dureté.

L'augmentation du temps de vieillissement diminue la dureté, due à la création de précipités qu'ils sont semi-cohérents ou incohérents avec la matrice, et la grosseur de la taille qui crée une dislocation mobile qui contourne les obstacles en déplaçant dans le cristal, ainsi la dureté est abandonnée.

L'augmentation à des températures les plus hautes conduit à une augmentation de la taille des précipités qui deviennent larges et incohérents avec la matrice, ces précipités sont de taille microscopique, ce qui conduit à un survieillissement.

2.2 .Aciers 17-7ph :

	17-7PH	17-7PH
	air	eau
950 °C	169,6	174,9
1000°C	165,6	152,4
1050°C	157,9	152,2
1100°C	161,8	152,8

Tableau IV.4. la dureté des échantillons après mise en solution

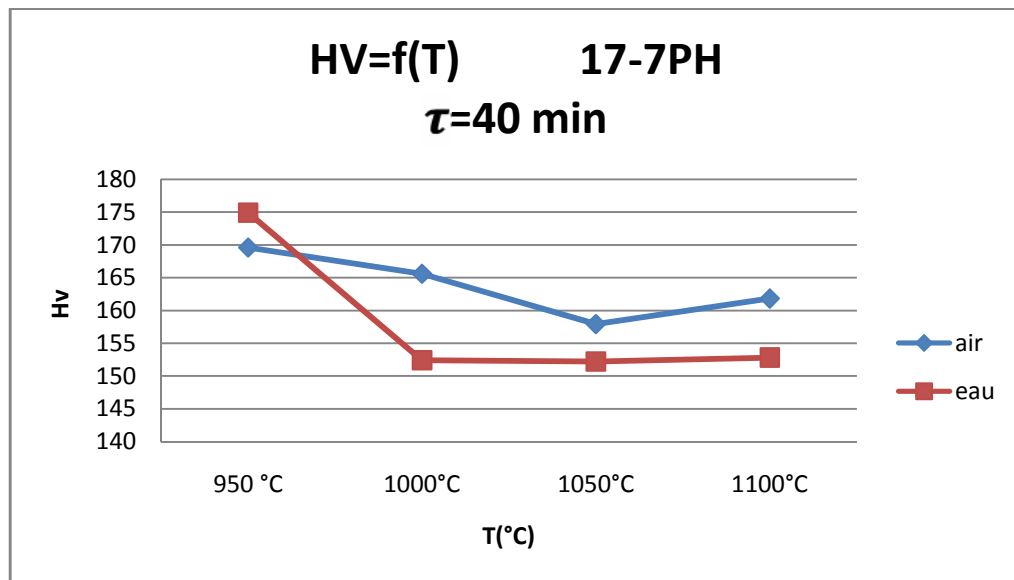


Figure .IV. 9 Courbe de dureté après mise en solution d'acier 17-7ph pour refroidissement à l'air et eau

L'allure de la courbe diminue avec augmentation de la température due à la dissolution des éléments de durcissement

La dureté obtenue est de 152 Hv .

2.2.1.trempé à eau :

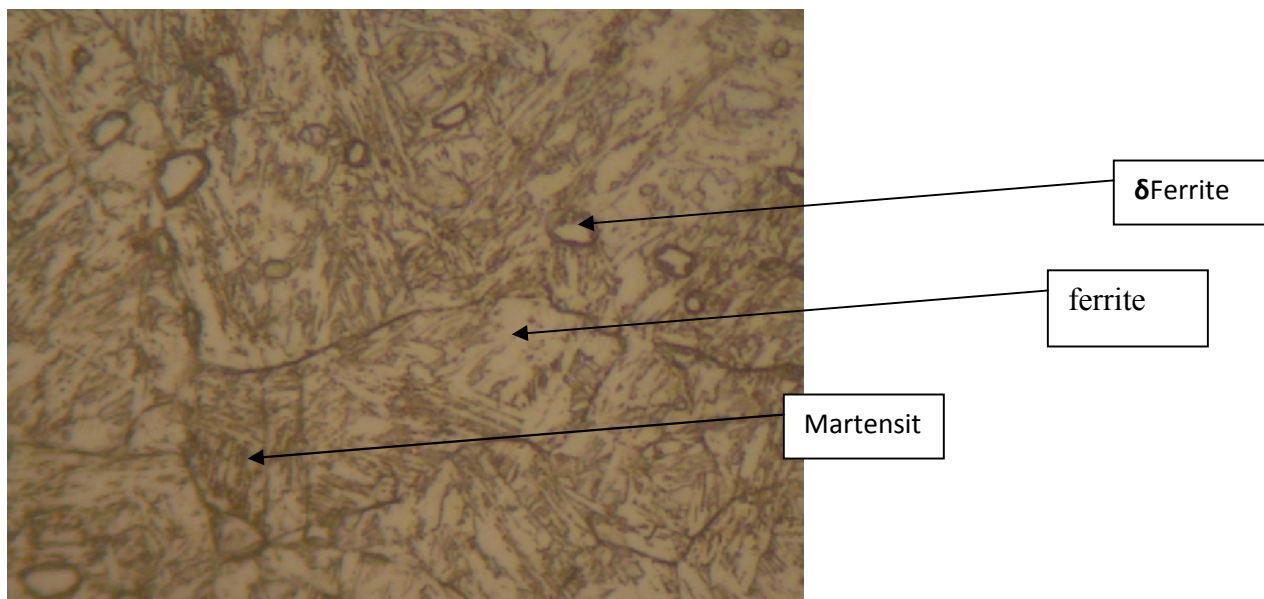


Figure .IV.10 micrographie après vieillissement à 550 °C /2,5H X1000

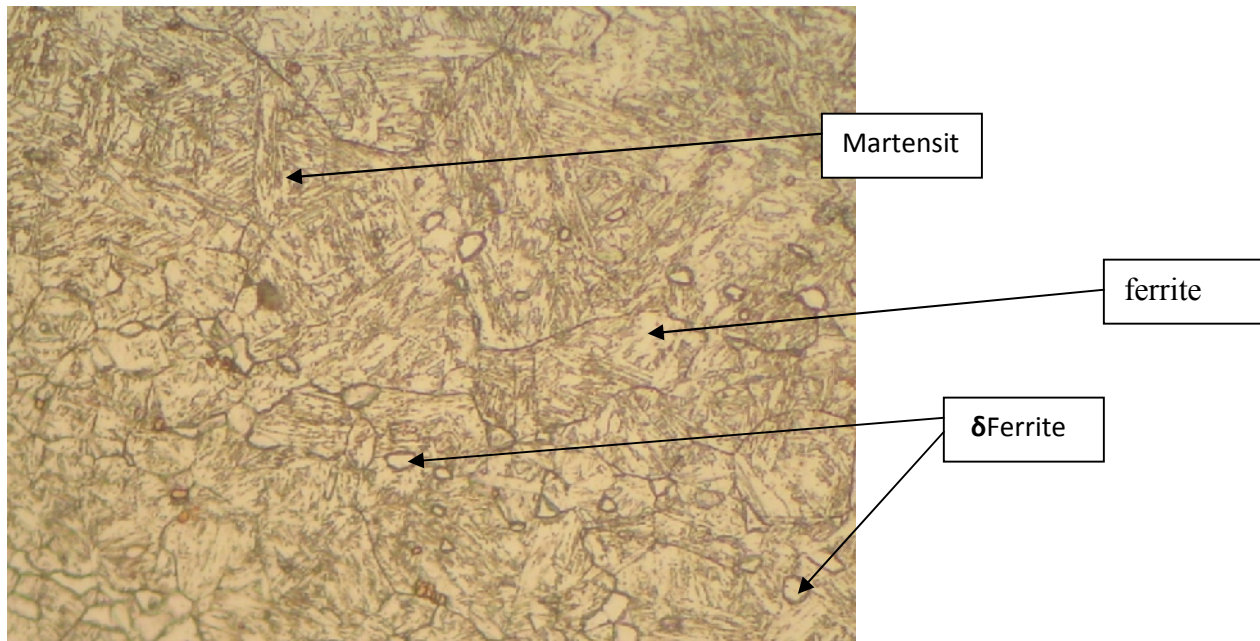


Figure .IV.11 micrographie après vieillissement à 550 °C /2,5H X500

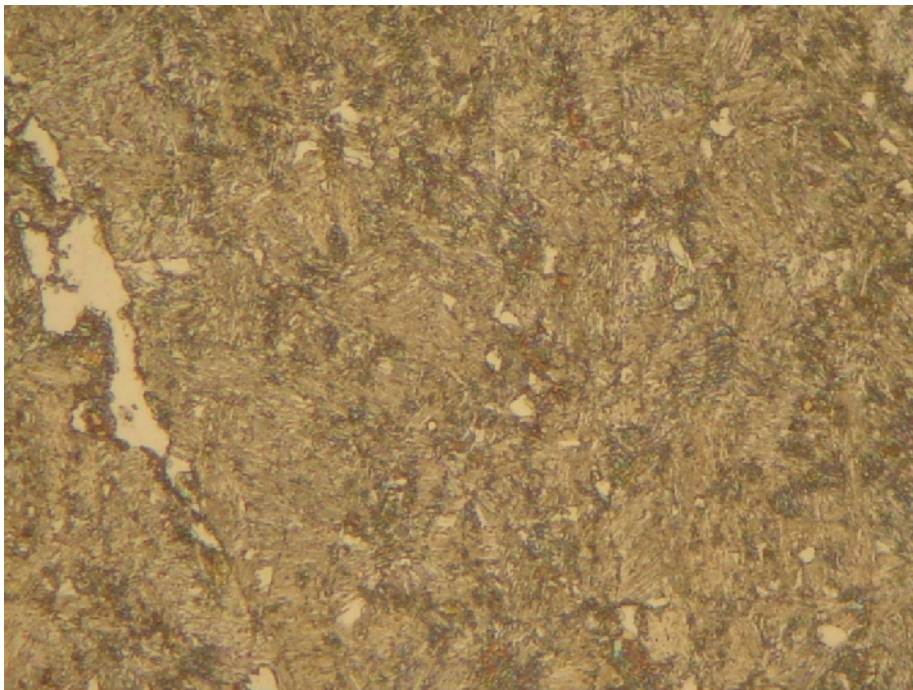


Figure .IV.12 .micrographie après vieillissement à 640 °C /2,5H X500

2.2.2.trempé à air :

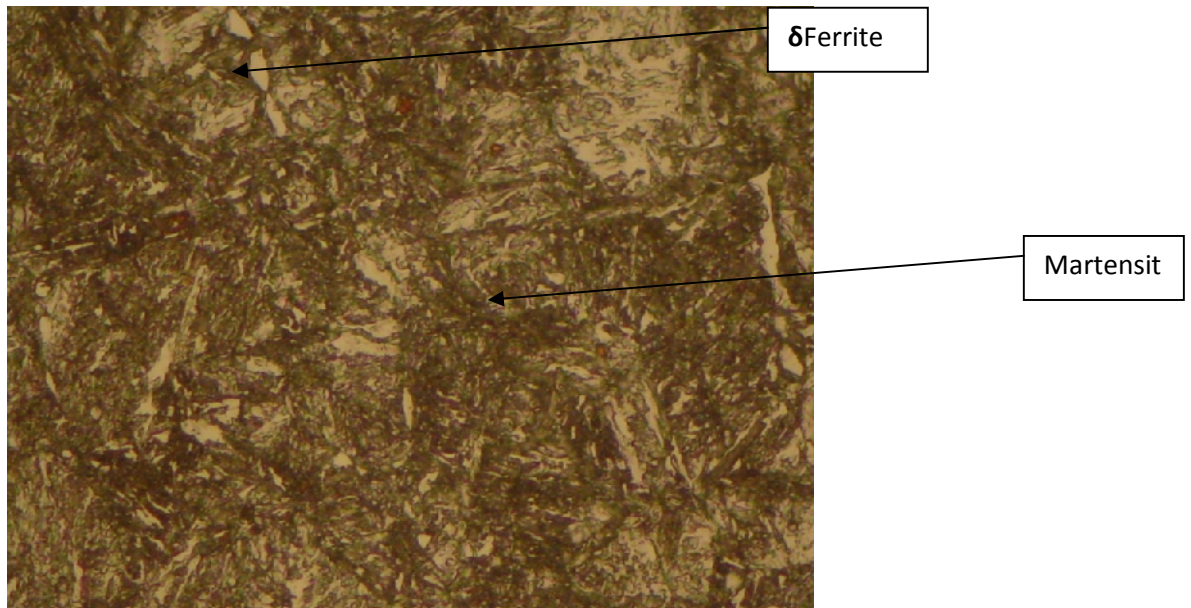


Figure .IV.13 micrographie après vieillissement à 500 °C /2,5H X500

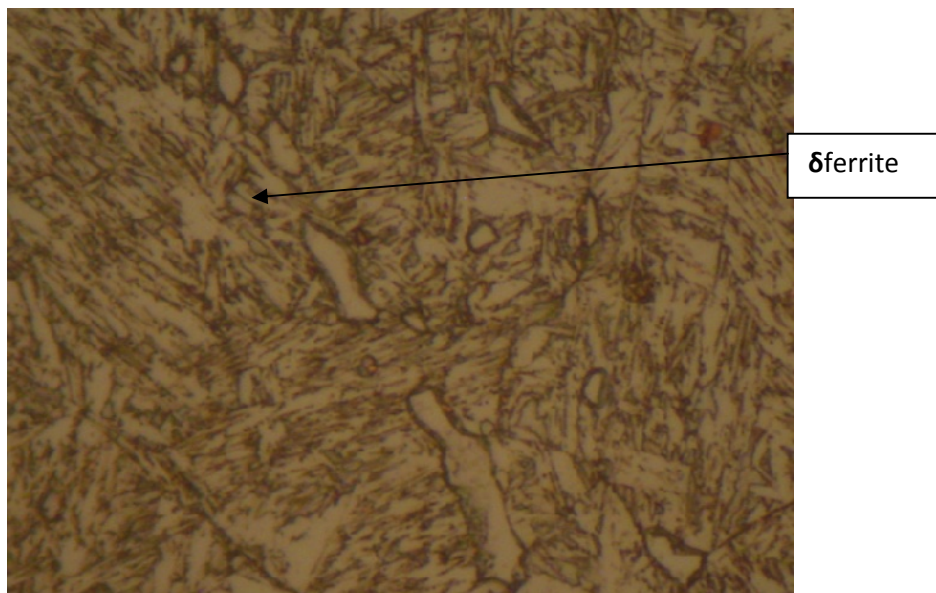


Figure .IV.14 micrographie après vieillissement à 550 °C /2,5H X1000

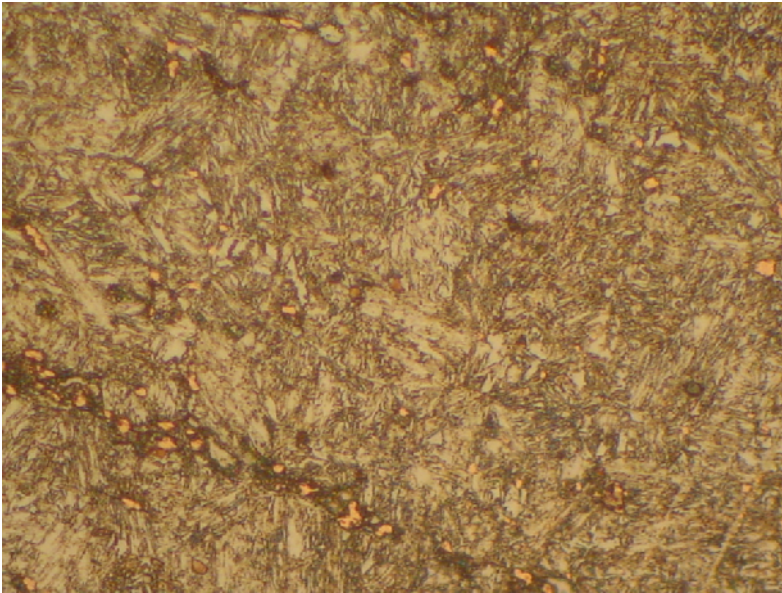


Figure .IV.15 micrographie après vieillissement à 580 °C /2,5H X500

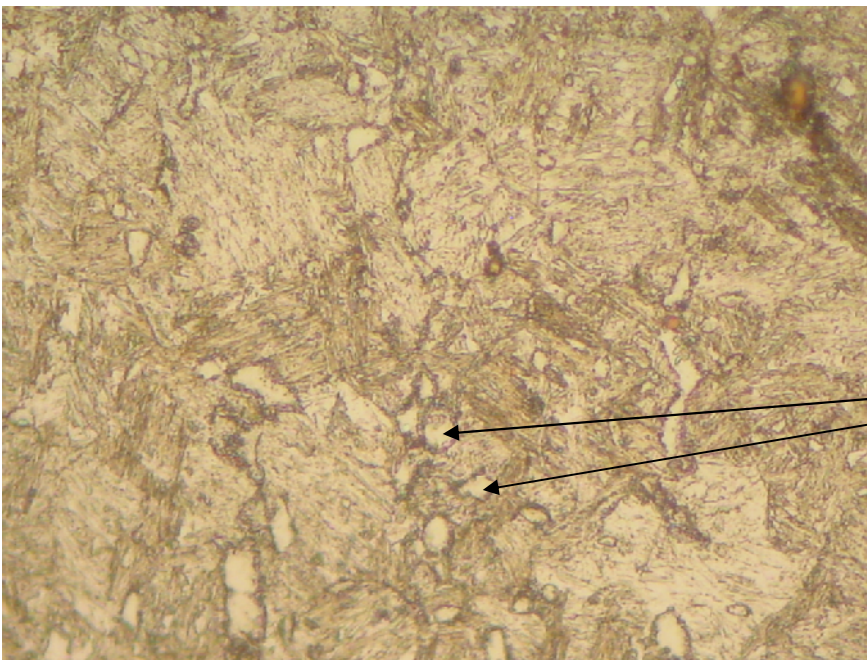


Figure .IV.16 micrographie après vieillissement à 640 °C /2,5H X500

17-7PH	air	eau
500	383,9	413,1
550	433,8	466,95
580	343,6	354,75
640	301,55	301,3

Tableau.VI.5 : la dureté des échantillons d'acier 17-7ph après vieillissement

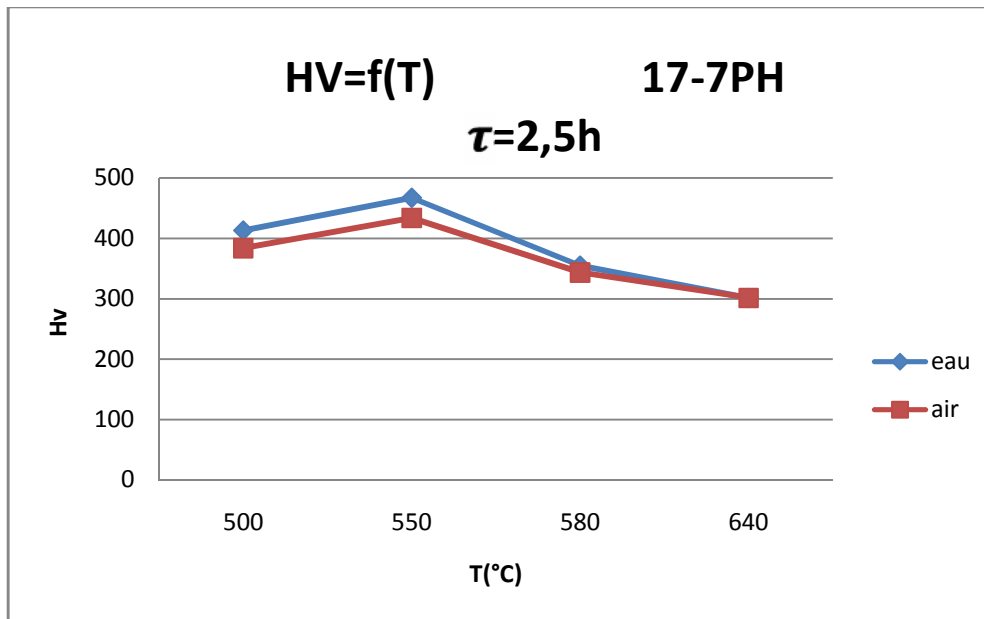


Figure .IV.17 Courbe de dureté de d'acier 17-7ph après vieillissement

Le 17-7 ph est un acier de haut résistance d'une matrice de composition Fe₁₆Cr₇Ni, a base teneur en carbone C, se qui donne une martensite relativement douce, cet acier appartient a la famille d'acier inoxydables durci par précipitation semi austénitique ,

Les microstructures observe sur différents échantillons qui on subit des traitements de vieillissements à des températures différents, ils sont composé de la martensite de morphologie en latte + ferrite +delta-ferrite

La courbe montre un durcissement dans intervalle 500 ,550°C qui atteint 466 Hv due a la formation de composé inter métalliques qui sont des précipité Ni₃Al qui gêne le mouvement de dislocation, se qui augmente la dureté., ces précipité sont trop petits de l'ordre nanométriques, ils peuvent être visibles que TEM (Transmission Electron Microscope). Après l'allure de la dureté diminue avec augmentation de température due aux grossissements de la taille des précipité qu'ils serrant incohérents avec la matrice

Conclusion générale

La microstructure de 15-5ph revenue est composée de lattes de martensite et de précipité de cuivre

La microstructure de 17-7ph revenue est composé de lattes de martensite, ferrite et delta-ferrite, et de précipité de aluminium

Les variations des microstructures de l'acier 15-5 ph et 17-7ph sous l'effet des conditions des traitements thermique (mise en solution +vieillissement) indiquent les manifestations de phénomènes de durcissement structural par précipitations. Il s'agit de précipitations phases intermétalliques

Le durcissement piège ces précipite sous la forme de particules de seconde phase. Se qui empêché la dislocation par des obstacles puissants (précipités), pour ce la dureté augmentent.

Au cours du revenu la phase durcissant constitue de particules de cuivre dans le cas du 15-5ph et de aluminium dans le cas de 17-7 ph .

Le durcissement des aciers inoxydable a durcissement par précipitation se produit a les températures le plus bas de 450°C a 500°C avec temps de vieillissement de 1h a 4h pour le 15-5ph et 500°C a 550°C pour 17-7 par formation (précipitations) de phases intermétalliques très fines

Augmentation de température grossie la taille des précipités, qu'il devient semi cohérent ou incohérents avec la matrice, ce si crée une dislocation mobile qui contourne les obstacles en déplaçant dans le cristal, ainsi la dureté est abandonné

Vieillissement prolongé provoque le grossissement des phases intermétalliques, qui à son tour provoque la diminution de la force, en raison du fait que les dislocations peuvent court-circuiter les phases intermétalliques grossières.

Références bibliographiques :

- [1] Pierre-Jean CUNAT Aciers inoxydables 4540 - Critères de choix et structure :
10/03/2000 Techniques de l'Ingénieur
- [2] soudage les aciers inoxydable Jean-Louis MOIRON -sirp
- [3] Amy Zahia Caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température. These magister 2013
- [4] Olbani Said Influence de la fatigue mécanique sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique « 316L ». Thèse magister 2008
- [5] Ouchen Mouhamed EFFET DU pH DU MILIEU SUR LA CORROSION DE L'ACIER INOXYDABLE 304 L ; Thèse magister 2013
- [6] Ömer Faruk MURATHAN Heat Treatment and Surface Hardening of Materials
- [7] <http://www.articlesnatch.com/Article/Precipitation-hardening-Stainless-Steel/1021505#ixzz2yQUqQzqJ>
- [8] <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/job-knowledge/precipitation-hardening-stainless-steels-102/>
- [9] Cyclic Plasticity of 17-7 Precipitation-Hardenable Semi-Austenitic Stainless Steel Tick-Hon Yip
- [10] SCIENCE DES MATERIAUX 1ER PARTIE SAID BEN SAADA ,NADIA BEN DRIHEM
- [12] gueddoud Mohammed cherif L'influence du traitement thermique sur la microstructure d'un acier (HSLA X70) en fonction de la température de recuit these master 2013
- [13] <http://www.technoscience.net/?onglet=glossaire&definition=4648>
- [14] ETUDE METALLURGIQUE ET OPTIMISATION DE LA FABRICATION D'ALLIAGES A BASE DE CUIVRE COULES EN CONTINU
- [15] NASA astrophysics data system ,thermal and mechanical treatment for precipitation hardening stainless
- [16] Hervé SASSOULAS Traitements thermiques des aciers inoxydables M 1 155
Techniques de l'Ingénieur