

ABSTRACT

The objective of this work is to propose a step, in order to analyze and to better include/understand, the influence of the plastic deformation on the microstructure, and the mechanical properties of a ferritic stainless steel type 430 "X8Cr17". The experimental study aims at characterizing material after plastic deformation before and after heat treatment. Mechanical and thermal treatments carried out for various degrees of temperatures and various rates of deformations. Once these test-tubes are request cut out samples and prepare to undergo the metallographic analysis, the analysis by DRX and a measurement of micro hardness. The results show an evolution of the microstructure (the grains lengthening-pieces with the direction of cold rolling deformation), an appearance of an intermetallic phase (sigma) in the range of temperature to 900°C from 1000°C. The mechanical behavior present a hardening increases with the increase in the rate of deformation, and an important softening when samples deformed and recrystallized at 700°C.

Key words: ferritic stainless steel, intermetallic phase, sigma, plastic deformation, microstructure.

CHAPITRE 1

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. Généralités sur les aciers inoxydables

1.1.1 Introduction et historique

Les aciers inoxydables constituent un groupe d'aciers fortement alliés basés sur les systèmes Fe-Cr, Fe-Cr-C et Fe-Cr-Ni. Leur caractéristique d'inoxidabilité est assurée par la teneur en chrome qu'ils doivent contenir et qui est généralement supérieure à 10.5%. Cette teneur en chrome permet la formation d'une couche passive protectrice contre la corrosion.

C'est en 1821 que Berthier introduisit cet élément dans les aciers destinés à l'industrie de coutellerie. Par la suite, il constata que le fer allié au chrome devenait plus résistant aux acides et cette résistance augmentait avec la concentration en chrome. A la fin du 19ème siècle, Brustlein et Boussingault ont, chacun de leur côté, mis en évidence le rôle du chrome sur la résistance à l'oxydation des alliages ferreux [8,9]. Ce n'est qu'au début du 20ème siècle que Goldschmidt développa les premières nuances d'aciers inoxydables à bas carbone [10]. Les grandes familles d'aciers inoxydables se développent progressivement. Dès 1909, les principales nuances de base d'aciers martensitique, ferritique et austénitique connues actuellement sont élaborées. Il faudra attendre 1931 pour voir apparaître les premières nuances d'aciers austéno-ferritiques. Ceux-ci ont été découverts par erreur par Hochmann lors d'essais de corrosion intergranulaire sur des éprouvettes censées être en acier inoxydable austénitique 18-8 [10, 11]. Il remarqua que certaines de ces éprouvettes résistaient mieux que d'autres à la corrosion intergranulaire. De plus, ces éprouvettes étaient magnétiques et avaient révélé une teneur en chrome élevée et une structure métallurgique différente de la structure purement austénitique. Ce constat constitua le point de départ du développement des différentes nuances d'aciers inoxydables austéno-ferritiques.

1.1.2 Influences des éléments d'alliage

Le fer pur existe sous deux variétés cristallographiques dont la nature et le domaine d'existence sont résumés ci-après :

- A température ambiante, la structure est cubique centré, le fer se trouve sous sa forme ferritique α , il est alors magnétique.
- A 910°C, il subit une première transformation allotropique, et jusqu'à 1400°C, il se trouve sous sa forme austénitique γ , de structure cubique à faces centrées, amagnétique.
- Au-delà de 1400°C, il retrouve une structure identique à celle de l'ambiante, c'est la ferrite δ , magnétique.

On voit donc qu'une élévation de température provoque des modifications structurales. Avec l'aide des éléments d'addition judicieusement choisis, il sera possible d'intervenir sur les températures d'existence de ces structures. On pourra ainsi fabriquer une structure en relation avec les propriétés souhaitées.

Les éléments d'alliage se répartissent en deux catégories, ceux qui favorisent le maintien du fer α (éléments alphagènes) et ceux qui favorisent le maintien du fer γ (éléments gammagènes). Ces éléments influencent plus ou moins la structure de l'acier selon leurs natures et quantités.

1.1.2.1 Action du chrome, système Fe-Cr

Le chrome, cristallisant dans le système cubique centré et de caractère carburigène, constitue l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Il génère la passivation de l'acier, par la formation d'un film passif que l'on trouve sous forme d'oxyde complexe de type $(Fe, Cr)_2O_3$ et d'hydroxyde $Cr(OH)_3 \cdot nH_2O$ dans le film passif [12]. De plus, le chrome favorise le domaine ferritique et élargit son domaine d'existence, c'est un élément alphagène.

Le diagramme d'équilibre Fe-Cr (figure 1.1) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « Boucle γ », cette situation est due à la structure cristallographique du chrome.

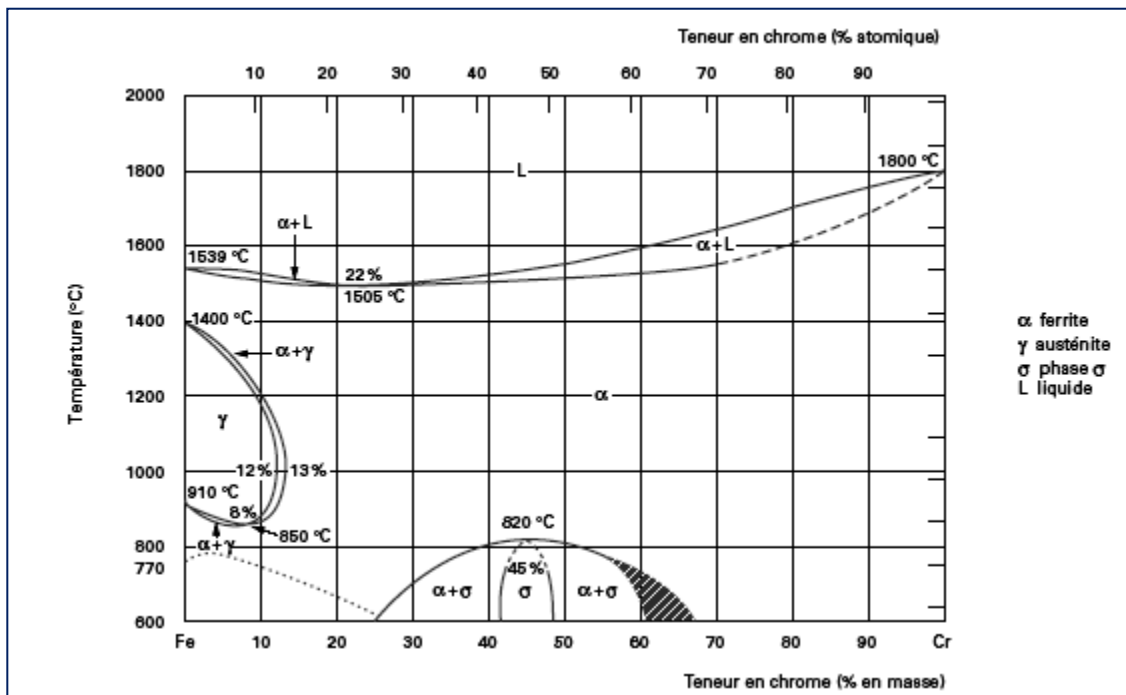


Figure 1.1: Diagramme d'équilibre Fe-Cr [13].

On peut délimiter deux régions de teneurs en chrome [14]:

- Pourcentage de Cr < 13% : ces alliages ont la possibilité d'être austénétisés totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ par chauffage ou par refroidissement.
- Pourcentage de Cr > 13% : ces alliages sont ferritiques à toutes températures et ne peuvent pas donc subir de trempe martensitique. Cependant, pour des teneurs suffisantes en chrome, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermétallique, dure et fragile, dite phase sigma (σ).

Cette phase sigma peut apparaître autour de la composition 50/50 (entre 45 et 55%), et elle peut précipiter aux joints de grains ferritiques α en rendant fragile l'alliage dans le cas de fortes teneurs en chrome ou pour des traitements de revenu prolongés [15].

1.1.2.2 Action du carbone, système Fe-Cr-C

Le carbone possède une action gammagène puissante, il élargit fortement le domaine austénitique. En outre, il peut donner lieu à la précipitation des carbures qui, bien qu'ils aient un pouvoir durcissant peuvent conduire néanmoins à des problèmes de tenue à la corrosion. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse [14,16]. Le fait d'ajouter du carbone à un alliage binaire Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase austénitique γ . Cela est illustré dans la figure (1.2.)

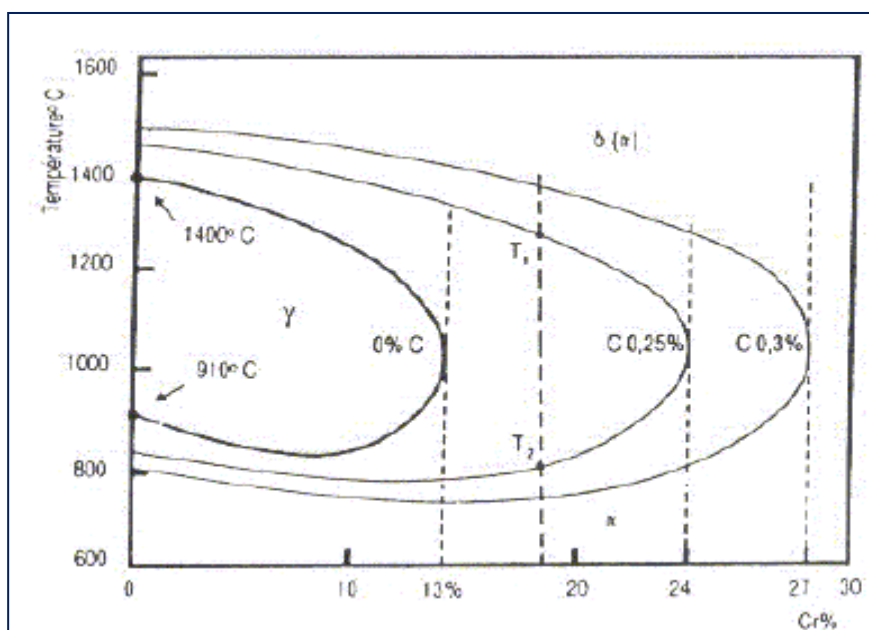


Figure 1.2 : Projection sur le plan température/teneur en chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone [15].

1.1.2.3 Action du nickel, système Fe-Cr-Ni

Le nickel, de structure cubique à faces centrées favorise l'extension du domaine austénitique (figure 1.3). Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliage des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques.

Le nickel améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension [16]. Par ailleurs, il augmente la capacité de trempe des aciers en abaissant la vitesse critique de refroidissement [14]. Comme le carbone, le nickel élargit en température et en concentration le domaine austénitique

des alliages Fe-Cr. Mais il est remarquable qu'il faut une teneur beaucoup plus importante en nickel pour élargir la boucle γ qu'il en faut avec l'addition du carbone. Ceci démontre que le carbone a un pouvoir gammagène beaucoup plus prononcé que celui du nickel [15]. La figure 1.4 présente le diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni.

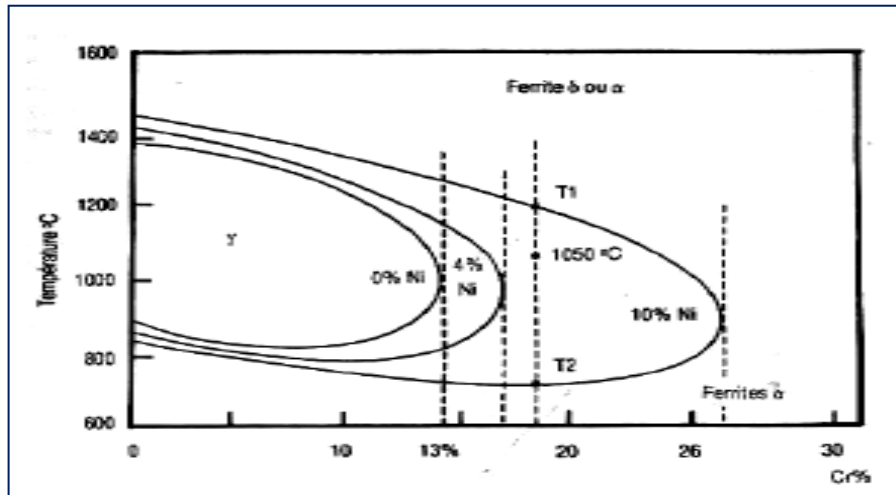


Figure 1.3. : Influence du nickel sur la boucle γ des alliages ternaire Fe-Cr-Ni [9].

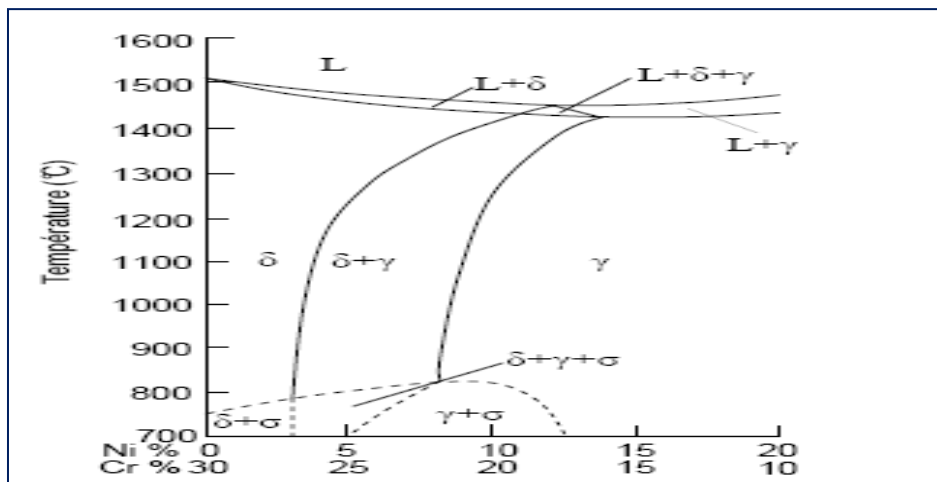


Figure 1.4: Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 70% de Fe [15].

1.1.3 Principaux constituants des aciers inoxydables

On peut diviser les constituants des aciers inoxydables en deux : la matrice et les constituants mineurs eux même partagés en phases interstitielles et phases intermétalliques. En plus des éléments principaux constituant les aciers inoxydables, à savoir le Fer, le Chrome et le Nickel, d'autres éléments y sont ajoutés comme éléments d'addition soit en insertion tels que le Carbone ou l'Azote, soit en substitution tel que le Molybdène et la structure des aciers inoxydables en dépend énormément. Ces éléments peuvent être divisés en :

-Éléments α -gènes : ce sont des éléments qui favorisent la formation de la phase α , c'est le cas du Mo, Nb, V, Ta, Si et Al.

-Éléments γ -gènes : l'ajout de ces éléments conduit à l'élargissement du domaine austénitique, on peut citer C, N et Co.

1.1.3.1 Matrice

La structure des aciers inoxydables dépend exclusivement des transformations allotropiques du Fer. Ajoutons à cela l'effet stabilisateur des éléments d'additions des phases α ou γ . C'est ainsi que la matrice peut être ferritique ou austénitique tenant compte de ces paramètres.

1.1.3.2 Phases interstitielles

La grande affinité du Carbone au Chrome fait que cet élément interstitiel forme avec le chrome des carbures, le type de carbure le plus courant est le $Cr_{23}C_6$ qui précipite au niveau des joints de grains et des dislocations. D'autres éléments interstitiels peuvent se substituer au Carbone comme le bore qui peut former avec le Chrome un carbo-borure du type $Cr_{23}(B, C)_6$. D'autres carbures de Chrome du type M_7C_6 (Hexagonal ou Orthorhombique) ou M_6C (CFC) peuvent exister ainsi que des nitrures du type CrN et Cr_2N .

1.1.3.3 Phases intermétallique

On assiste aussi dans les aciers inoxydables à la précipitation de phases intermétalliques. On distingue notamment les composés suivants :

- La phase sigma (σ)
- La phase alpha prime (α')
- Les phases intermétalliques à caractère électronique du type Hume-Rothery [17] telles que la phase chi (χ)

1.1.4 Les familles d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent être classés de diverses manières selon les critères de classification que l'on considère (la composition chimique, les méthodes d'élaboration, la structure du demi-produit final avant utilisation), mais la classification qui de loin est la plus utilisée est celle tenant compte de la structure qui, associée à la composition chimique, permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Ces familles apparaissent dans le diagramme de Schaeffler qui se base sur le calcul de l'équivalent en Nickel (respectivement en Chrome) qui est la somme des teneurs pondérales γ -gènes (respectivement α -gènes) affectées de coefficients correcteurs compte tenu du pouvoir γ -gène (respectivement α -gène) qui diffère d'un élément à un autre. Nous avons donc [9]:

$$Creq = \%Cr + 2\%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb \quad (1.1)$$

$$Nieq = 30\%C + 0.5\%Mn + 30\%N \quad (1.2)$$

1.1.4.1 Les aciers martensitiques

Les aciers martensitiques contiennent en moyenne 12 à 17% de chrome, 0.10 à 1.10% de carbone et parfois des additions de nickel, de molybdène et éventuellement de soufre, en vue d'améliorer l'usinabilité. Ils sont, en règle générale, utilisés à l'état trempé et revenu, état dans lequel ils présentent des caractéristiques mécaniques et une résistance à la corrosion optimale. La trempe de ces aciers est caractérisée par un mécanisme de transformation relativement simple, un chauffage d'austénitisation suivi d'un refroidissement à vitesse appropriée, dans le but de

réaliser une transformation martensitique. L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées [9].

La résistance à la corrosion de ces aciers, bien qu'inférieure à celle des aciers ferritiques et austénitiques, est bonne à l'air, aux solutions salines à caractères oxydant et aux produits alimentaires. Ils sont surtout utilisés en coutellerie et pour les pièces mécaniques fortement sollicitées, soumises à des actions corrosives [13].

1.1.4.2 Les aciers inoxydables ferritiques

Ce sont des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Molybdène dont la teneur en Chrome varie de 11 à 30% [18]. Ces aciers ne contiennent en général pas de Nickel. Ils sont ferromagnétiques et sont caractérisés par le fait que leur structure reste entièrement ferritique dans tout l'intervalle de température. Avec ces aciers, plus la teneur en Chrome est élevée, plus le risque de fragilisation à 475 °C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté par suite d'un maintien durant plusieurs centaines d'heures à des températures comprises entre 400 et 500 °C. On les utilise sous forme d'enjoliveurs sur les automobiles et comme matériau de construction pour les usines d'acide nitrique synthétique [15].

1.1.4.3 Les aciers austénitiques

Ces aciers ont à l'ambiante une structure austénitique. Cette structure est cubique à faces centrées, non magnétique et se déforme facilement. Ces aciers présentent des teneurs en chrome supérieures ou égales à 17 % et des proportions en nickel et en manganèse suffisantes (en général, au moins 8 % de nickel) pour assurer la stabilité de l'état austénitique à toutes températures. Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une grande stabilité structurale qui rend possible leur utilisation dans un large domaine de température. Ils ne sont pas durcis par la trempe mais par écrouissage [12]. De plus, leur résistance aux différents modes de corrosion est meilleure que celle des aciers des deux classes précédentes. Cette résistance est améliorée par la présence de teneur croissante en molybdène [13].

Les aciers austénitiques offrent une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte. Les valeurs typiques d'allongements à la rupture se situent entre 40 et 50% et sont ainsi pratiquement le double de celles des aciers ferritiques, martensitiques et austéno-ferritiques [12]. Leurs résiliences sont excellentes. Elles ne présentent jamais de caractère de rupture fragile. Le fluage est à prendre en compte à partir de 450°C à 500°C selon les nuances [16]. On utilise les aciers inoxydables austénitiques pour de nombreuses applications, pour l'automobile et différentes unités de construction pour les industries chimiques et alimentaires.

1.1.4.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

L'élaboration de ces aciers comprend une phase de fusion dans un four électrique suivie d'une opération d'affinage de type ASV (Procédé d'affinage sous vide) ou AOD (Argon-Oxygène- Decarburization).

Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en Chrome (22% et plus) et des teneurs relativement basses en Nickel (3,5 à 8%). Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée (austénite + ferrite) à température ambiante, leur teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60% en fonction des nuances. On les nomme également aciers « duplex ». Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique). Ils peuvent également être durcis par écrouissage à froid. Leur résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier vis à vis de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte.

La bonne résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques respectables de ces aciers en font des produits de choix pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder.

1.2. Traitement thermiques des aciers inoxydables

1.2.1 Introduction

Les aciers inoxydables peuvent subir différents traitements thermiques.

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

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

D'autre part et même si la caractéristique première des aciers inoxydables est leur tenue à la corrosion, il convient de se rappeler qu'ils peuvent par traitement thermique approprié acquérir des caractéristiques mécaniques ou une dureté non négligeables, ce qui peut permettre des économies de matière, un allègement des structures, ou tout simplement l'aptitude à une utilisation donnée. En parallèle, il faut conserver une ductilité suffisante au métal compte-tenu de l'application. Pour certaines nuances, c'est une fragilisation que l'on cherche à éviter, ce qui interdit les maintiens dans certaines plages de température.

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

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

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

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

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

1.2.2. Traitements thermiques appliqués aux différentes familles d'aciers inoxydables.

1.2.2.1 Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques stricto sensu se caractérisent par l'absence de domaine monophasé γ et $\alpha + \gamma$.

Cependant, sont classés dans les aciers ferritiques des aciers présentant de l'austénite à chaud (existence d'un domaine $\alpha + \gamma$), jusqu'à des teneurs de 30 % par exemple, mais aucune martensite dans le métal à l'état de livraison. Nous appelons parfois semi-ferritiques ces aciers dans la suite du texte.

Les teneurs en carbone et azote, éléments gammagènes, sont donc modérées, et inférieures à 0,1 %. L'emploi d'un élément à la fois carburigène et alphagène comme le titane, le niobium ou le zirconium assure le caractère totalement ferritique de la nuance : nuances dites stabilisées. La teneur en chrome peut aller de 10,5 à 30 %.

1.2.2.1.1 Risques de fragilisation des aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques ne sont pas durcis volontairement par traitement thermique. Il importe cependant d'éviter, durant le cycle de fabrication, les maintiens dans les domaines de température où peut apparaître une fragilisation du métal, décrits ci-dessous en allant des températures les plus basses vers les plus hautes.

1.2.2.1.1.1 Fragilisation à 475 °C

Cette fragilisation est essentiellement liée à la teneur en chrome : sa cinétique est d'autant plus rapide que la teneur en chrome de l'alliage est élevée. Les éléments alphas, en particulier molybdène et aluminium, sont aussi susceptibles d'augmenter la cinétique de fragilisation. Notons que la ferrite des aciers inoxydables austénoferritiques est sensible à cette fragilisation.

Comme son nom l'indique, elle se produit lors de maintiens entre 400 et 500 °C, avec un nez situé vers 475 °C. On peut l'éliminer par maintien au-dessus de 600 °C [19].

Elle se traduit en premier lieu par une chute de la résilience et ensuite seulement par une chute de l'allongement en traction. À terme, ces deux propriétés atteignent des valeurs très basses. Parallèlement, la limite d'élasticité augmente.

Tableau 2.1. : Fragilisation sur un acier semi-ferritique (0,08 % C, 0,4 % Si et 16,9 % Cr) [20].

Caractéristique mécanique	Traitement thermique	
	800 °C refroidissement air	800 °C refroidissement air + revenu de 4 h à 450 °C
Résistance..... (MPa)	572	587
Limite d'élasticité..... (MPa)	324	392
Allongement à rupture ..(%)	22,8	23,6
Résilience..... (J/cm ²)	120	14

La fragilisation à 475 °C est due à une démixtion du chrome dans la matrice ferritique : formation de zones de ferrite riche en chrome (de très petite taille : largement inférieure au micromètre) avec appauvrissement correspondant des autres

zones. Elle n'est décelable ni en micrographie optique, ni en microscopie électronique à balayage.

Le diagramme d'équilibre fer-chrome de la figure (2.1.) montre le domaine de démixtion (domaine $\alpha + \alpha'$).

La démixtion fer-chrome a également des effets négatifs sur la tenue à la corrosion de l'alliage, en raison de l'hétérogénéité de teneur en chrome qu'elle entraîne.

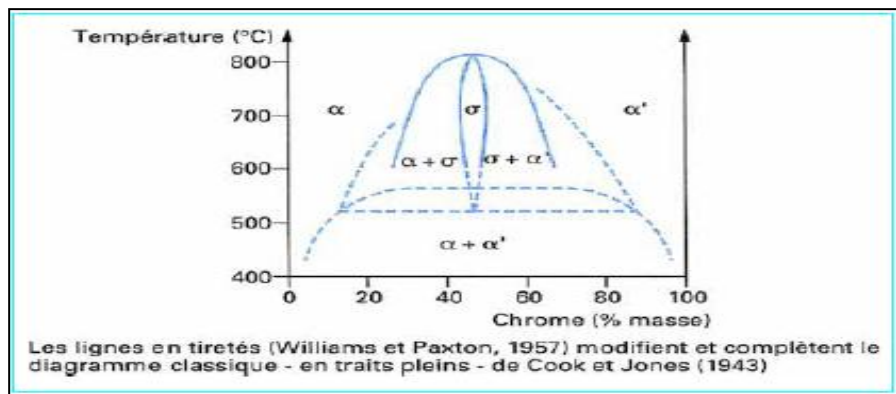


Figure 1.5. – Diagramme d'équilibre Fe – Cr au-dessous de 800 °C : domaine d'existence des phases α α' et σ [21]

1.2.2.1.1.2 Précipitation de phase σ

Le domaine d'existence de la phase σ est visible sur la figure 8 pour un alliage fer-chrome. La phase σ existe pour des teneurs en chrome comprises entre 23 et 70 % et des températures comprises entre 500 et 800 °C. Certains éléments comme le molybdène, le silicium, le nickel et le manganèse agrandissent ce domaine d'existence, en particulier, vers les basses teneurs en chrome (par exemple 15 %).

Notons que la formation de phase σ concerne également la ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques et même les aciers austénitiques à forte teneur en éléments d'alliage.

La phase σ , visible en micrographie optique, est riche en chrome et très fragile. Elle fragilise donc l'ensemble de l'acier. En parallèle, la tenue à la corrosion est amoindrie (par suite de l'hétérogénéité de la teneur en chrome).

La figure (2.2.) illustre la cinétique de formation de la phase σ : pour une teneur en chrome inférieure à 20 % la fragilisation n'aura lieu qu'après plusieurs centaines d'heures, et il faut dépasser 25 % de chrome pour que la fragilisation ait lieu en quelques dizaines d'heures. En pratique, hors pièces moulées ou forgées très massives, la formation de phase σ n'a pas lieu lors des traitements thermiques industriels habituels. Elle limite par contre la plage de température d'utilisation des nuances ferritiques, limitation qui se surajoute d'ailleurs à celle imposée par la fragilisation à 475 °C.

Pour éliminer la phase σ d'une structure qui en contiendrait, il faut la dissoudre à 1 000 °C par un maintien d'une demi-heure par exemple, puis refroidir rapidement.

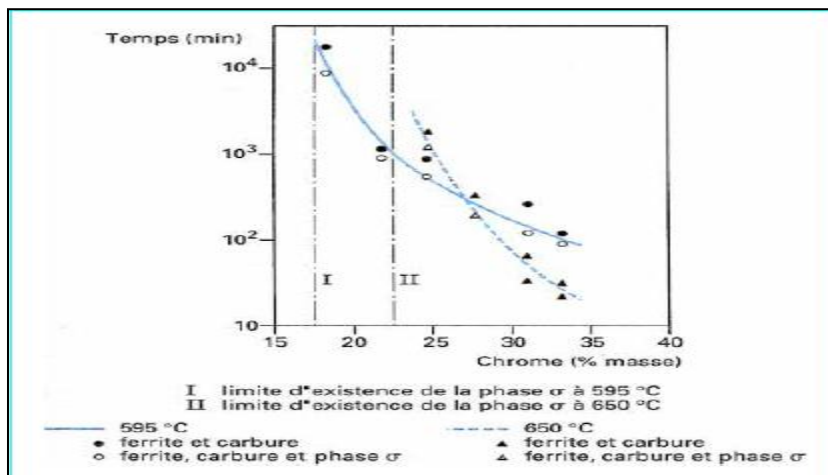


Figure 1.6. – Influence de la teneur en chrome sur la durée de formation de la phase σ dans les aciers ferritiques [22].

1.2.2.1.1.3 Précipitation des carbures, nitrures ou carbonitrures de chrome

Cette fragilisation affecte particulièrement les aciers non stabilisés dont la teneur en carbone plus azote libres dépasse 0,030 % environ ($C + N > 0,030 \%$). Carbone et azote sont dits libres s'ils ne sont pas fixés par un élément carburigène comme le titane, le niobium ou le zirconium.

Cette fragilisation apparaît après des maintiens au-dessus de 900 ou 950 °C et son mécanisme d'apparition est le suivant : le maintien à 900-950 °C ou au-delà met en solution le carbone et l'azote, la solubilité de C et N diminuant avec la

température, le refroidissement ultérieur met hors d'équilibre ces interstitiels dissous et ils peuvent alors précipiter sous forme de fins carbures ou carbonitrides intergranulaires ou situés dans les dislocations. Cette précipitation peut se produire même lors de refroidissements particulièrement rapides (à l'eau par exemple). Notons que le scénario décrit ci-dessus apparaît systématiquement en zone affectée par la chaleur lors d'une opération de soudage.

Cette précipitation a un effet fragilisant (chute de la résilience et de l'allongement), et d'autre part provoque une sensibilité à la corrosion intergranulaire par déchromisation locale de part et d'autre des joints de grain.

La ductilité et la résistance à la corrosion du métal peuvent être restaurées par traitement à 750-900 °C, la diffusion, active à ces températures, ayant pour effet la coalescence des carbonitrides de chrome (d'où une restauration de la mobilité des dislocations) et la rechromisation du métal autour des carbonitrides à partir du chrome de la matrice.

Comme le suggèrent les deux premières phrases de ce paragraphe, il y a deux parades analytiques à la fragilisation par précipitation de carbonitrides :

- limiter les teneurs en carbone et azote : par exemple, $C + N < 0,020 \%$, la figure (2.3.) montre que dans ce cas on limite la fragilisation (comparer l'état (b) fragilisé à l'état (a) non fragilisé) ;
- fixer carbone et azote par des éléments (titane, niobium, zirconium) formateurs de carbonitrides intragranulaires et plus stables en température que ceux de chrome ; la nuance est alors appelée stabilisée.

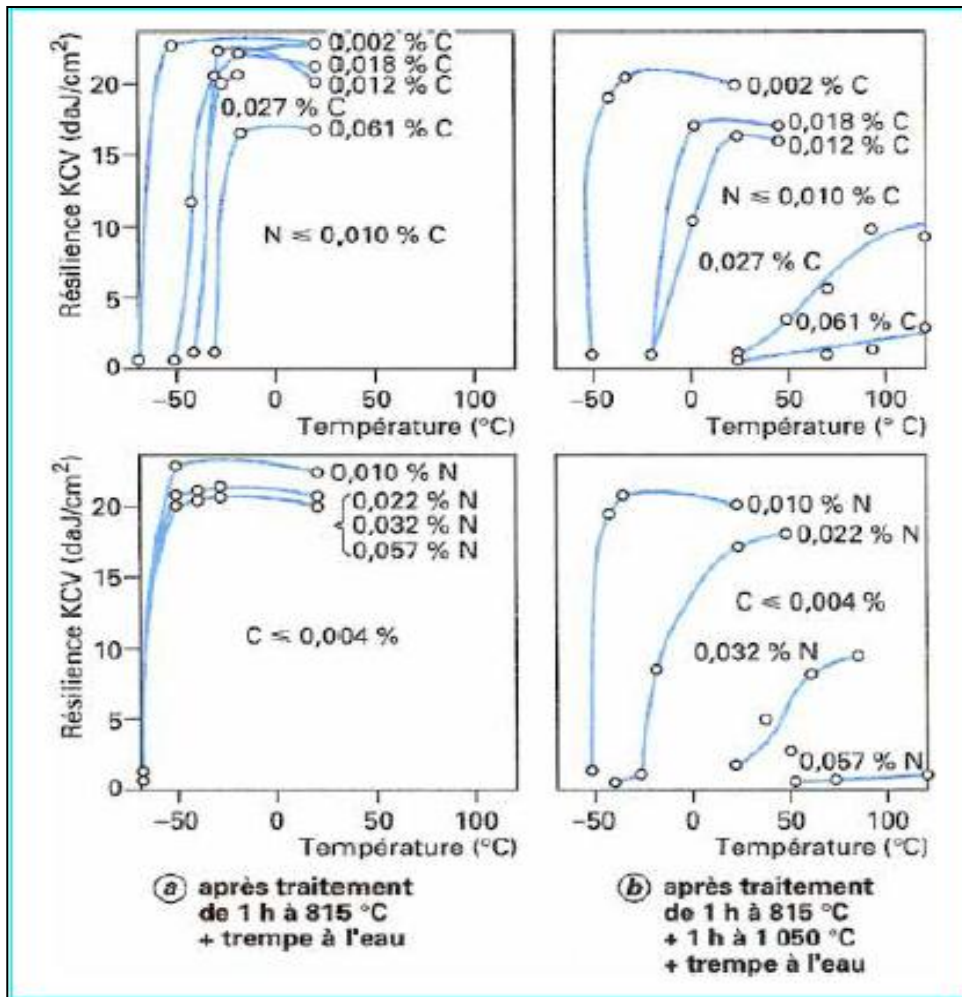


Figure 1.7. – Courbes de transition de la résilience d'un acier ferritique à 17 % Cr pour différentes teneurs en carbone et en azote [23].

Le tableau (2.2.) illustre ces deux possibilités dans le cas d'un acier contenant 18 % de chrome et 2 % de molybdène, la fragilisation après soudage étant évitée pour toutes les nuances sauf celle de la deuxième ligne (non stabilisée, fort C + N).

Tableau 2.2. : Fragilisation par précipitation de carbures ou de carbonitrides [20].

C+N (en%)	Ti ou Nb (en%)	Allongement après traitement à 815°C (en%)	Allongement après soudage (en%)
0.005	0	33	31
0.030	0	31	8
0.070	0.5	34	30
0.060	0.6	28	21

1.2.2.1.1.4 Fragilisation par présence de martensite

Dans le cas où l'acier possède un domaine $\alpha + \gamma$ (par exemple acier semi-ferritique à 17 % de chrome et C + N = 0,080 %), il peut y avoir de la martensite à l'état final si le traitement thermique effectué a pénétré dans le domaine $\alpha + \gamma$ (entre 850 à 1 100 °C pour la plupart des aciers semi-ferritiques) et si le refroidissement a été rapide. La martensite ainsi formée est fragilisante puisqu'elle est riche en carbone et azote.

La gamme de température 850-1 100 °C est donc à éviter pour le traitement de ces nuances.

1.2.2.1.2 Choix de la température pour le recuit des aciers inoxydables ferritiques

Les traitements thermiques appliqués aux aciers inoxydables ferritiques peuvent génériquement être qualifiés de recuits soit qu'il s'agisse de recristalliser le métal, soit qu'il s'agisse de restaurer certaines de ses propriétés de ductilité ou de corrosion.

L'ensemble des fragilisations présentées ci-dessus détermine le domaine de température à utiliser pour les recuits. Il faut là encore distinguer le cas des aciers non stabilisés de celui des aciers stabilisés.

Dans le premier cas, le recuit aura lieu entre 750 °C et Ac1 puisque les températures plus élevées sont interdites par la crainte de redissoudre les carbonitrures ou de former de l'austénite se transformant ensuite en martensite.

Dans le second cas, le recuit pourra avoir lieu entre 850 et 1 000 °C car les températures élevées accélèrent les phénomènes de restauration ou de recristallisation. La stabilité en température des carbures formés par l'élément stabilisant est supérieure à celle des carbures de chrome ; cette stabilité est d'autant plus prononcée si l'on passe du titane au niobium et enfin au zirconium. Il faut éviter de redissoudre les carbures de titane (à partir de 1 000 °C) ou les carbures de niobium (à partir de 1 150 °C) car ils reprécipitent rapidement et sous forme fine au refroidissement en provoquant un certain durcissement.

Dans tous les cas, le refroidissement devra être rapide pour passer rapidement à travers les zones fragilisantes, en particulier autour de 475 °C. Les durées de maintien en température seront fonction de l'épaisseur, inférieure à 3 mm s'agissant de nuances ferritiques. On peut conseiller d'utiliser de une à deux minutes par millimètre d'épaisseur, temps généralement nécessaire pour atteindre la température maximale [24].

1.2.2.2 Aciers inoxydables austénitiques

1.2.2.2.1 Traitement d'hypertrempe

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

1.2.2.2.1.1 Considérations métallurgiques

Nous commençons par présenter les considérations métallurgiques (ou pratiques) régissant le choix de la température de traitement, puis nous en déduisons la préconisation pour les diverses nuances.

➤ Mise en solution des carbonitrides de chrome Le carbone présent dans les aciers austénitiques peut précipiter à basse température sous forme de carbures ou de carbonitrides de chrome intergranulaires de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ provoquant une sensibilité à la corrosion intergranulaire par appauvrissement en chrome aux joints de grain. Ces carbonitrides sont solubles dans l'austénite à haute température, et contrairement au cas des aciers ferritiques, cette mise en solution peut être conservée à l'ambiante par refroidissement rapide. On trouvera dans la référence [25] des valeurs de la vitesse critique de refroidissement à respecter pour éviter la sensibilisation pour une nuance du type 18-10 non stabilisée, en fonction de la teneur en carbone (de 0,020 à 0,100 %).

Comme pour les aciers ferritiques, deux parades analytiques peuvent être employées pour échapper à la nocivité du carbone : limiter sa teneur au-dessus de 0,030 %, ou stabiliser l'acier à l'aide d'un élément carburigène (titane, niobium, zirconium), le carbone étant alors piégé dans des carbonitrides de cet élément stabilisant.

➤ Obtention d'une phase austénitique homogène À l'ambiante, la phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques peut être, suivant la composition de la nuance (équilibrage des éléments alphas et gammagènes), métastable ou thermodynamiquement stable. La phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques est, quelle que soit la composition, stable à haute température (de 1000 à 1100 °C par exemple). Refroidir le métal suffisamment rapidement de cette température à l'ambiante permet de conserver l'austénite à l'ambiante, même si celle-ci n'est pas stable thermodynamiquement (l'austénite est alors dans un état métastable et peut, en particulier, se transformer en martensite sous l'effet d'une déformation plastique, voire d'un simple maintien à basse température).

D'autre part, certains aciers austénitiques sont sujets à la formation de phases intermétalliques de type σ , χ , ou de Laves, dans des domaines de températures

compris entre 600 et 1 050 °C suivant les nuances et les phases formées. Ces phases sont généralement préjudiciables à la tenue à la corrosion et causent une fragilité de l'acier. Elles peuvent être remises en solution à haute température, lors du traitement d'hypertrempe. Les phases intermétalliques les plus stables en température (jusqu'à 1 050 °C environ) sont celles liées à la présence de molybdène dans le métal.

Pour finir, signalons que la phase ferritique δ peut apparaître pour certaines nuances au-dessus de 1 100 °C et que cette phase peut être conservée lors du refroidissement, aggravant les risques de fragilisation ultérieurs (précipitation de phase σ). Ceci introduit donc une limitation par le haut à la température d'hypertrempe.

➤ Grossissement de grain et déformation des pièces

Deux autres limitations par le haut à la température d'hypertrempe sont apportées par le risque de grossissement excessif du grain austénitique dont on verra plus loin les inconvénients et par le risque de déformations inacceptables par fluage sous leur poids propre des pièces traitées.

1.2.2.2.1.2 Traitement anti-ferrite des nuances inoxydables austénitiques

Il s'agit d'un traitement d'homogénéisation effectué sur demi-produits ou pièces moulées de grande dimension à une température supérieure à celle du traitement d'hypertrempe et la précédant.

Nous avons déjà mentionné les risques de fragilisation (en particulier par formation de phase σ entre 500 et 800 °C) liés à la présence de ferrite dans le métal. Dans le cas d'une opération de mise en forme intermédiaire, la présence de ferrite apporte d'autres risques car une structure biphasée austénite-ferrite dont la teneur en ferrite est comprise entre 10 et 45 % présente une mauvaise forgeabilité. Pour les opérations difficiles, comme le filage à chaud de tubes, il faudra limiter la teneur en ferrite à 5 %.

Nous avons aussi mentionné que la ferrite d'équilibre δ peut apparaître sur certaines nuances à partir de 1 100 °C. Une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni illustre la situation à 1 100 °C et à la solidification (figure 2.4a et b). La teneur en

ferrite atteint d'autre part sa teneur d'équilibre très rapidement (quelques minutes) lors de maintiens à haute température.

L'apparition de ferrite est favorisée par les ségrégations formées lors de la solidification : la composition locale peut avoir une tendance ferritique supérieure à celle de la matrice et cela peut amener une solidification en austénite plus ferrite (la figure 11b montre que le domaine $\alpha + \gamma$ est, sous le liquidus, proche des compositions usuelles de nuances austénitiques). De la ferrite peut subsister lors de l'hypertrempe, dans ces zones ségréguées, qui ne sont pas forcément éliminées au cours des cycles de corroyage et chauffage ultérieurs, et dont la composition conduit à la présence de ferrite en dessous de 1 100 °C.

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

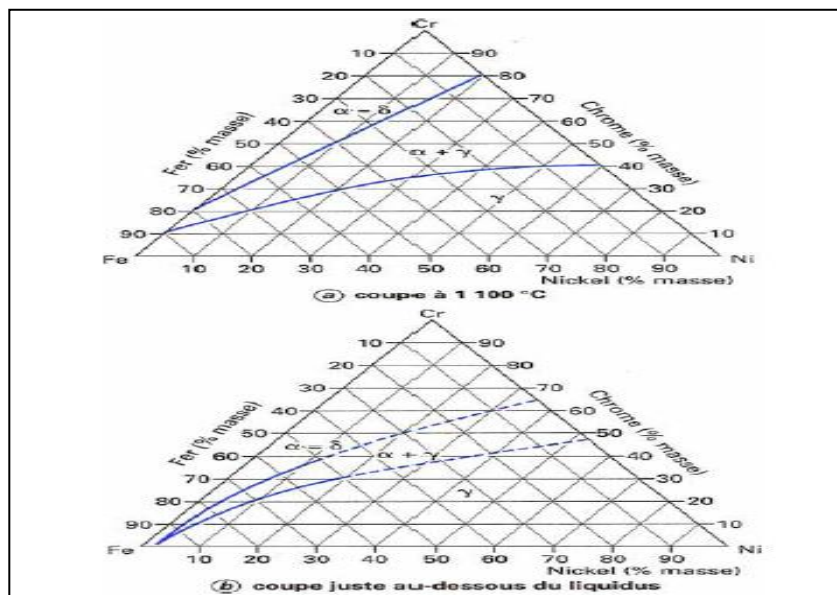


Figure 1.8. : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni [26, 27]

1.2.2.2 Traitement thermomécanique des aciers inoxydables austénitiques

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

1.2.2.3. Aciers inoxydables austéno-ferritiques

Comme pour les nuances austénitiques, le traitement de qualité typique est un traitement d'hypertrempe. Il vise l'obtention d'un mélange d'austénite et de ferrite sans phase intermétallique et sans précipitation, source de corrosion intergranulaire.

Nous aborderons successivement les précautions liées à la présence de ferrite, les risques de précipitation intergranulaire, et la variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.

1.2.2.3.1 Précautions liées à la présence de ferrite

1.2.2.3.1.1 Fragilisation

La ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques est sensible aux fragilisations à 475 °C ou de type phase intermétallique (σ , χ , Laves, etc.) mentionnées aux paragraphes (1.2.1.1.1, 1.2.1.1.2 et 1.2.1.1.3.). Les plages de température d'utilisation interdites aux nuances ferritiques sont donc également déconseillées en ce qui concerne les nuances austéno-ferritiques, même si la présence d'austénite peut limiter la chute de résilience, surtout si l'austénite est majoritaire.

D'autre part, il faut éviter la formation de phase intermétallique, en particulier σ , lors du chauffage, et surtout, du refroidissement liés à l'hypertrempe : on emploiera donc de préférence une trempe à l'eau pour les pièces massives ou les fortes épaisseurs.

Un point qui mérite d'être signalé est que la teneur de la ferrite d'un acier austéno-ferritique en éléments alphagènes (chrome, molybdène, silicium), qui aggravent la cinétique de fragilisation de la ferrite, est supérieure à la teneur nominale de l'acier en ces éléments, car les éléments alphagènes tendent à ségréger dans la ferrite. Ainsi, le rapport entre la teneur de la ferrite et la teneur de l'austénite en l'élément considéré, appelé coefficient de partition, peut aller de 1,1 à 1,2 pour le chrome et le silicium, et de 1,3 à 1,8 pour le molybdène [28].

La ferrite des nuances austéno-ferritiques est donc généralement très riche en éléments alphagènes et la plage d'existence des phases intermétalliques ira jusqu'à 950 °C en l'absence de molybdène et 1 050 °C en sa présence. La température d'hypertrempe devra être supérieure à 1 000 °C pour les nuances sans molybdène et 1 050 °C pour les nuances avec molybdène.

1.2.2.3.1.2 Précipitations intergranulaires

La composition des nuances austéno-ferritiques commerciales a évolué vers un carbone bas (< 0,030 %) et un azote élevé, qui a l'avantage de durcir l'austénite d'une part, et d'autre part de limiter la teneur en ferrite δ à haute température.

Le risque principal est alors la précipitation, lors du refroidissement, de nitrures du type Cr_2N , qui pourront provoquer une sensibilisation à la corrosion intergranulaire. Ces nitrures peuvent précipiter pour des vitesses de refroidissement supérieures à celles liées au risque de fragilisation par formation de phase(s) intermétallique(s).

La sensibilisation sera toutefois systématiquement évitée par trempe à l'eau.

1.3 Notion générale de la déformation plastique.

1.3.1 Introduction :

Lorsqu'un métal est soumis à un effort externe, il se produit, à partir d'une valeur critique de la contrainte appliquée, une déformation permanente ou plastique. Si la contrainte externe est inférieure à la valeur critique, la déformation est réversible et le métal reprend sa forme et ses dimensions initiales lorsque la contrainte est relâchée. La contrainte d'écoulement plastique, que l'on appelle aussi la limite d'élasticité correspond donc à la contrainte limite du domaine de comportement élastique. La grandeur de la limite d'élasticité dépend de la composition de l'alliage et de sa microstructure. Cette dernière est à son tour gouvernée par la composition chimique et par les traitements thermiques ou thermomécaniques imposés tout au long de la filière de fabrication du métal et pendant la mise en forme de la pièce prête à l'emploi.

Ainsi, par un choix judicieux de la composition et des traitements thermiques ou thermomécaniques que l'on effectue, il est possible de durcir (ou d'adoucir) les alliages métalliques pour satisfaire non seulement aux exigences de l'emploi mais aussi à celles de la mise en forme des pièces métalliques par déformation plastique. En effet, une augmentation de la limite d'élasticité (durcissement) est accompagnée d'une diminution de la ductilité du métal et, le plus souvent, d'une diminution de sa ténacité (énergie de rupture) et d'un accroissement de sa fragilité (susceptibilité à la rupture par choc). La maîtrise du durcissement nécessite alors la compréhension des mécanismes mis en jeu à l'échelle cristalline lors du déclenchement de la déformation plastique des alliages.

1.3.2. Limite d'élasticité et déplacement de dislocations

Sous l'action d'une contrainte externe, une déformation permanente peut se produire par différents mécanismes selon la température, le mode de sollicitation et la structure cristalline du métal [29]. Les principaux mécanismes de déformation plastique ont pour origine soit le glissement de blocs cristallins sur des plans atomiques favorables, soit le transport de matière par diffusion, soit encore une combinaison des deux. Le rôle de la diffusion n'est significatif que lorsque la température est supérieure à environ un tiers de la température de fusion [30] et ne

sera pas traité dans ce chapitre qui se limite au cas où la température d'emploi des aciers est proche de l'ambiante.

Dans ces conditions, on sait que le glissement des blocs cristallins (figure 3.1) s'effectue sur les plans cristallins denses où le nombre d'atomes par unité de surface est le plus élevé. D'autre part la direction du glissement sur ces plans correspond à une direction dense où la distance interatomique est la plus courte. La combinaison d'un plan de glissement et d'une direction de glissement dans ce plan constitue ce que l'on appelle un système de glissement. Dans le cas des aciers, il existe deux variétés allotropiques : l'austénite (fer γ) de structure cubique à faces centrées (cfc) et la ferrite (fer α) de structure cubique centrée (cc). La figure 1c illustre les plans denses et les directions denses dans ces structures cristallines. Le tableau (3.1.) indique les systèmes de glissement les plus souvent observés dans l'austénite et dans la ferrite.

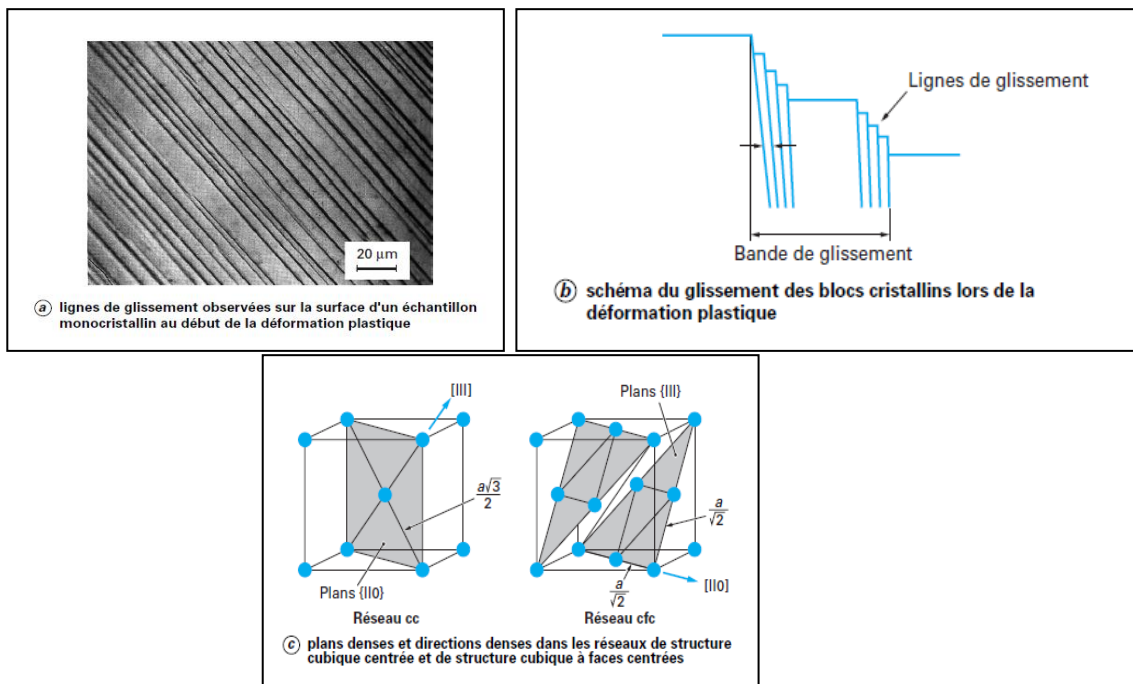


Figure 1.9. Géométrie du glissement de dislocation dans les aciers [31]

À l'échelle du réseau cristallin, le déplacement élémentaire d'un bloc cristallin correspond à une distance interatomique sur le plan de glissement. Cependant, ce cisaillement ne correspond pas à la translation rigide des blocs de part et d'autre du plan de glissement mais au déplacement de proche en proche d'un bloc sur l'autre (Figure 3.2a). Sur le plan de glissement, il existe alors une zone de transition entre la partie cisailée du cristal et la partie non cisailée. Dans cette zone, la distorsion du réseau cristallin correspond à une configuration atomique distinctive (figure 3.2b) et la déformation plastique coïncide avec la propagation de cette configuration sur le plan de glissement. Or, la configuration atomique dans la zone de transition est celle des défauts cristallins linéaires, appelés dislocations, qui sont présents dans tous les corps cristallins. L'écoulement plastique macroscopique résulte alors du déplacement irréversible d'un très grand nombre de dislocations sur des distances comparables aux dimensions des unités microstructurales.

Ainsi convient-il d'analyser la limite d'élasticité et l'écoulement plastique en relation avec la configuration de dislocations dans le métal et avec la résistance à leur déplacement sous contrainte dans la structure cristalline. Dans le cas des cristaux métalliques de haute pureté contenant peu de dislocations, la valeur de la contrainte nécessaire pour déplacer une dislocation est comprise entre $10^{-5} G$ et $10^{-4} G$ où G est le module élastique de cisaillement, soit une contrainte appliquée de l'ordre de quelques MPa.

En revanche, dans un alliage métallique polycristallin, toutes les discontinuités du réseau cristallin réel (autres dislocations dans les cristaux, joints de grain, atomes étrangers en solution solide, particules de deuxième phase...) augmentent la résistance au déplacement des dislocations et, dans les aciers, la limite d'élasticité macroscopique peut atteindre des valeurs allant de 100 à quelque 1 000 MPa.

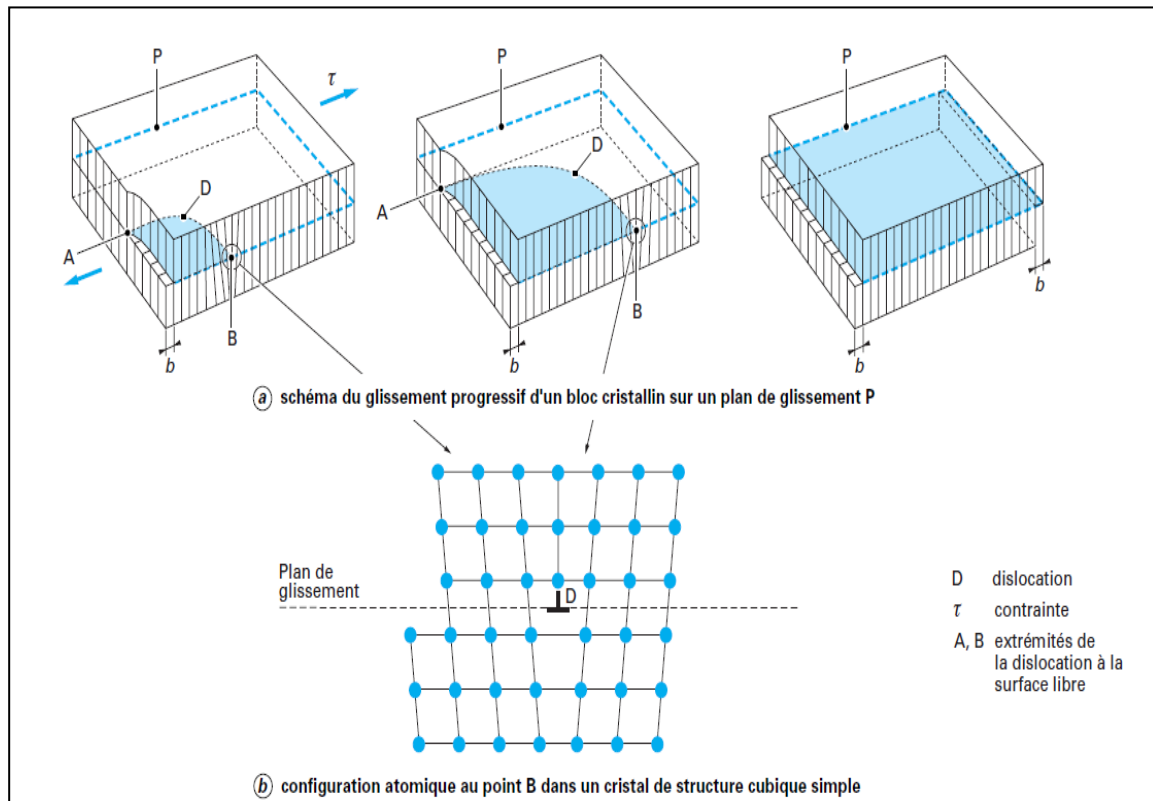


Figure 1.10. Déplacement élémentaire d'un bloc cristallin sur un plan de glissement [31]

Tableau 3.1. : Principaux système de glissement [31]

Structure cristalline	Plans de glissement	Direction de glissement
Austénite (cfc)	{111}	<111>
Ferrite (cc)	{111}. {111}. {111}	<111>
(1) Dans la ferrite, les densités atomiques des plans {112} et des plans {123} sont proches de celle des plans {110} et chacun de ces plans contient une direction dense		

1.3.3. Propriétés des dislocations et déformation plastique

1.3.3.1 Configuration atomique d'une dislocation

Dans le contexte de la déformation plastique, il suffit de rappeler que la configuration atomique dans le volume du métal qui entoure la ligne de dislocation est caractérisée par une grandeur vectorielle b appelé vecteur de Burgers qui est défini en relation avec la direction d'un vecteur tangent à la ligne. Le vecteur b est égal à la somme des déplacements atomiques associés à la création de dislocations et mesurés sur une courbe fermée tracée autour de la ligne de dislocation. Cette grandeur est la même quelle que soit la courbe. Lorsqu'une dislocation traverse le cristal, la grandeur du cisaillement unitaire des blocs cristallins de part et d'autre du plan de glissement de la dislocation est égale au module de b et la direction du cisaillement est parallèle à.

Pendant le glissement, la ligne de dislocation prend le plus souvent la forme d'une courbe qui se déplace dans une direction perpendiculaire à la tangente locale de la ligne (figure 3.3a). Le vecteur de Burgers d'une dislocation étant invariant sur toute la longueur de la ligne, le déplacement relatif des blocs cristallins de part et d'autre du plan de glissement est toujours le même quelle que soit la forme de la ligne.

Cependant, la configuration atomique locale varie le long de la ligne en fonction de l'orientation de par rapport à \mathbf{b} . Deux cas particuliers se présentent (figure 3.3b) : est perpendiculaire à \mathbf{b} (dislocations à caractère coin), est parallèle à \mathbf{b} (dislocation à caractère vis). Dans les autres cas, on dit que la dislocation est à caractère mixte avec un composant coin \mathbf{bc} et une composante vis \mathbf{bv} telles que :

$$\mathbf{b} = \mathbf{bc} + \mathbf{bv} \dots \dots \dots 1$$

Le plus souvent, le vecteur de Burgers est un vecteur de translation du réseau (vecteur liant deux nœuds du réseau cristallin), ce qui assure que la structure périodique du réseau cristallin est reconstituée derrière la dislocation lors du déplacement de celle-ci. Dans ce cas, on dit que la dislocation est une dislocation parfaite. Les dislocations parfaites dans le réseau cubique centré et dans le réseau cubique à faces centrées ont respectivement des vecteurs de Burgers du type $1/2\langle 111 \rangle_{cc}$ et $1/2\langle 110 \rangle_{cfc}$. Dans le réseau cubique centré, les dislocations parfaites glissent sur les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{113\}$ tandis que les plans de glissement des dislocations dans le réseau cubique à faces centrées sont les plans $\{111\}$.

Toutefois, dans les cristaux de structure cubique à faces centrées, les dislocations parfaites peuvent se dissocier, conformément au schéma de la figure 4, en deux dislocations dites imparfaites ou partielles dont les vecteurs de Burgers \mathbf{bp} sont du type $1/6\langle 112 \rangle$. Entre les deux dislocations imparfaites, les atomes dans le plan au-dessus du plan de glissement sont décalés sur des sites métastables, ce qui correspond à la formation d'un défaut cristallin à deux dimensions que l'on appelle défaut d'empilement. Si l'énergie de surface de ce défaut est faible, la déformation plastique peut se faire par le glissement de dislocations partielles indépendamment les unes des autres sur les plans $\{111\}$.

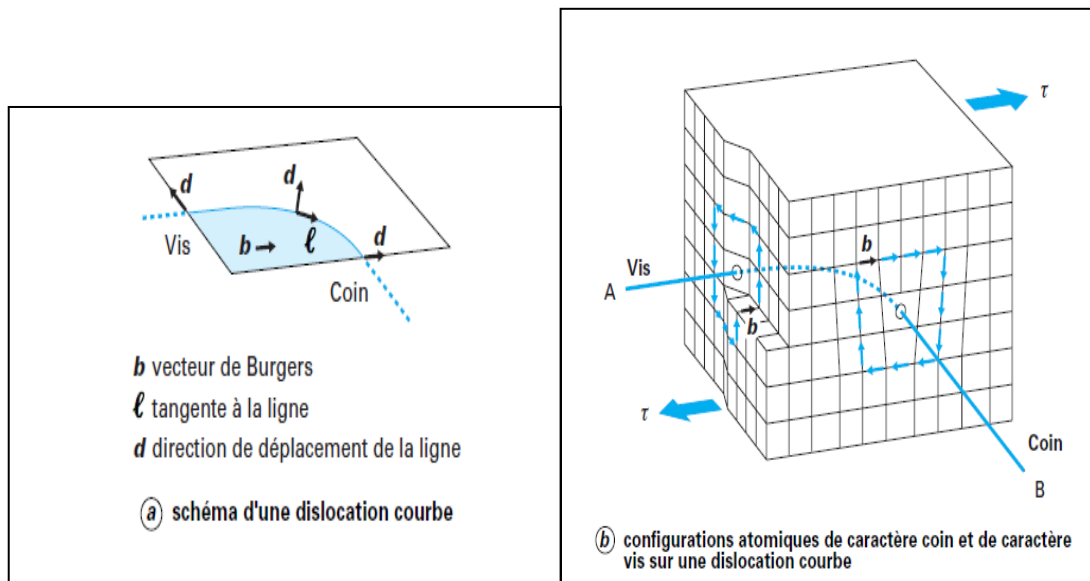


Figure 1.11. – Grandeurs cristallines associées à une dislocation courbe [31]

1.3.3.2 Énergie élastique associée à une dislocation et tension de ligne

La distorsion du réseau cristallin dans le volume qui entoure la ligne de dislocation crée un champ de contraintes élastiques locales qui augmente l'énergie interne du cristal. Le calcul montre que l'énergie interne E_d associée à une dislocation rectiligne dans un milieu isotrope est voisine de : $Gb^2L/2$

Avec G : *module* de cisaillement élastique,

L : longueur de la ligne de dislocation.

La grande majorité des dislocations que l'on observe dans les cristaux métalliques sont celles dont l'énergie associée est la plus faible possible ; autrement dit, celles dont le vecteur de Burgers est égal à la distance interatomique la plus courte. Étant donné la relation entre b et la direction de glissement élémentaire des blocs cristallins, on comprend que le glissement macroscopique s'effectue dans les directions denses du réseau cristallin. Dans la ferrite, de structure cubique centrée, les vecteurs de Burgers les plus courts sont du type $1/2\langle 111 \rangle$, d'une longueur d'environ 0,25 nm. La valeur de G étant de l'ordre de 80 GPa, l'énergie élastique emmagasinée est alors d'environ $2,5 \text{ nJ} \cdot \text{m}^{-1}$, soit environ 4 eV par site atomique sur la ligne.

1.3.3.3 Plans de glissement des dislocations :

Le déplacement d'une dislocation par le mécanisme de glissement ne peut se faire que sur un plan qui contient à la fois la ligne de la dislocation et son vecteur de Burgers. On démontre qu'une contrainte de cisaillement τ sur le plan de glissement exerce une force sur la dislocation qui est normale à la ligne et de grandeur Tb par unité de longueur de la ligne. Mais, lorsqu'une dislocation se déplace dans un cristal, elle subit, entre autres, une force de résistance appelée force de Peierls-Nabarro ou force de frottement du réseau. Cette résistance au déplacement a pour origine le travail à effectuer chaque fois que la dislocation progresse d'une distance interatomique (figure 3.5). En effet, lorsqu'une dislocation se déplace, son énergie propre varie périodiquement en raison de la variation des distorsions atomiques au cœur de la dislocation en fonction de sa position dans le réseau. Le travail correspondant est fourni par la force appliquée à l'extérieur du cristal et se traduit par une contrainte de résistance Tr en sens opposé à la contrainte de cisaillement sur le plan de glissement. D'une façon générale, la contrainte de résistance et la force de résistance Fr par unité de longueur de la dislocation sont liées par la relation $Fr = Trb$. Nous verrons plus loin (équation (4)) que la contrainte de résistance due au frottement du réseau, quoique très faible, est sensible à la grandeur de b et à la distance interréticulaire d entre plans de glissement. La résistance est minimale pour les dislocations qui glissent sur les plans dont la distance interréticulaire est la plus grande, ce qui explique que seules les dislocations dont le plan de glissement est un plan dense du réseau cristallin contribuent à la déformation plastique des métaux par glissement.

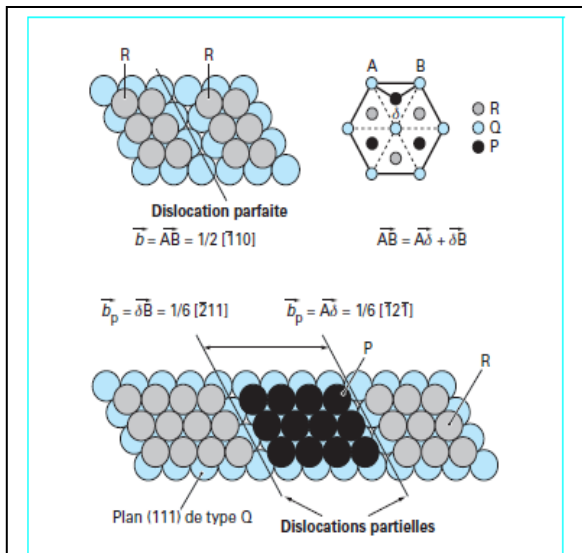


Figure 1.12. : Exemple de la dissociation d'une dislocation parfaite dans le réseau cubique à faces centrées [31]

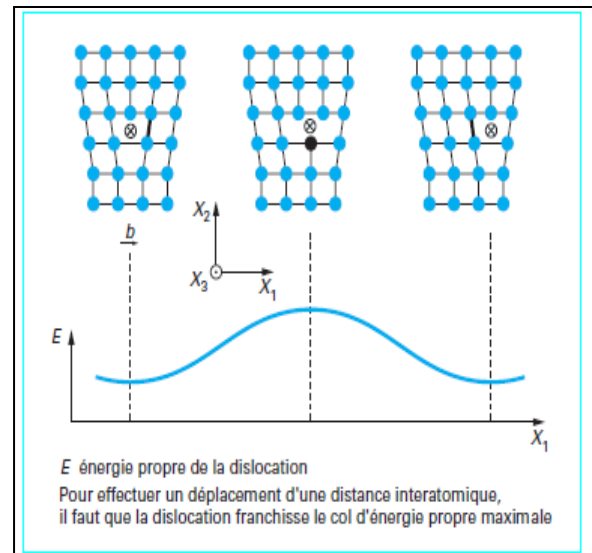


Figure 1.13. : variation périodique de l'énergie propre d'une dislocation en fonction de sa position dans le réseau cristallin [31]

1.3.4. Limite d'élasticité des métaux purs et non déformés

1.3.4.1 Configuration des dislocations dans un cristal non déformé

La continuité de la structure cristalline impose que toute dislocation doive se fermer sur elle-même (boucle de dislocation) ou se terminer sur une autre dislocation, sur une surface libre ou sur une interface interne de la microstructure. Dans un cristal métallique non déformé, les dislocations s'arrangent en une configuration tridimensionnelle, plus ou moins complexe, appelée réseau de Frank (figure 3.6). Les segments de dislocations sont ancrés plus ou moins

fortement aux jonctions entre dislocations que l'on appelle les nœuds du réseau de Frank. En l'absence de contraintes externes, les segments de dislocation entre les nœuds sont rectilignes afin de minimiser l'énergie élastique propre de l'ensemble des dislocations. La densité de dislocations ρ , exprimée en longueur totale des lignes par unité de volume, est de l'ordre de 10^4 à $10^6 \text{ cm} \cdot \text{cm}^{-3}$. La distance moyenne entre les nœuds $LF \approx 1/\rho$ est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. Notons que ce type de configuration n'est possible que si les dimensions du cristal sont nettement supérieures à une dizaine de micromètres.

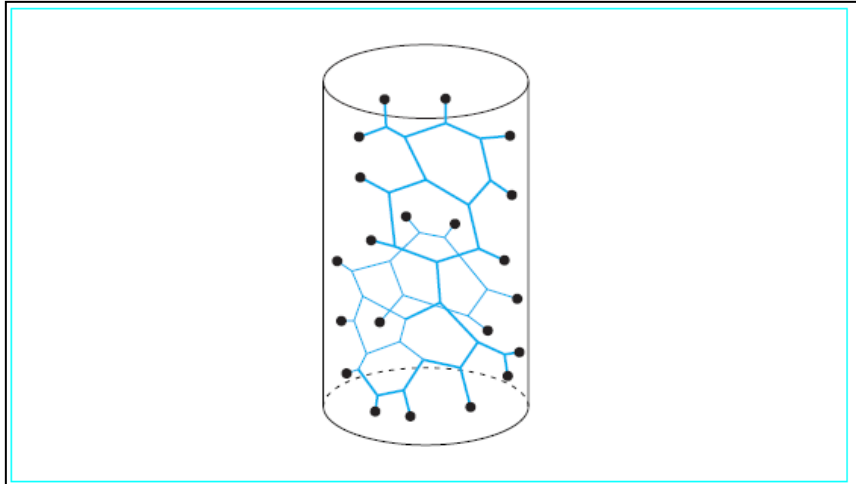


Figure 1.14 : Configuration schématique d'un réseau tridimensionnel de dislocations dans un cristal non déformé (réseau de Frank) [31]

3.4.2 Contrainte critique de cisaillement

Sous l'effet d'une sollicitation mécanique externe T_a , le glissement des blocs cristallins est réalisé par le glissement irréversible de différents segments du réseau de Frank situés dans les plans denses (figure 3.7). Le déplacement d'un tel segment, ancré aux nœuds du réseau, conduit à la formation d'une boucle lorsque la dislocation se referme sur elle-même (Figure 3.7e) et, en même temps, à la reconstitution du segment initial. Le déplacement élémentaire des blocs cristallins est achevé quand la boucle balaie toute la surface du plan de glissement mais la reconstitution du segment initial permet au processus de se répéter sous l'action de la contrainte externe. Ainsi, il se crée en même temps, à partir de différents segments ancrés dans le cristal, une multiplication de boucles de dislocations qui amorcent la déformation plastique macroscopique du cristal.

Pour qu'une déformation plastique se produise, il faut que la contrainte de cisaillement sur le plan de glissement induise une force sur les dislocations mobiles qui soit supérieure aux forces de résistance au déplacement de ces dislocations. La contrainte de résistance au cisaillement est la somme de la contrainte d'activation de la source de Frank-Read et de la contrainte de résistance au déplacement aux boucles de dislocations sur le plan de glissement.

Sous l'effet d'une contrainte externe, un segment de dislocation se courbe, en équilibre avec la force de rappel associée à la tension de ligne qui dépend du rayon

de courbure R du segment (figure 3.8). Le calcul montre que, en première approximation, la contrainte de cisaillement T pour courber le segment est donnée par l'équation suivante :

$$\tau = \frac{\Gamma}{bR} \approx \frac{Gb}{2R} \dots\dots\dots 2$$

La valeur maximale de cette contrainte (τ_c) est atteinte lorsque le segment de dislocation prend la forme d'un demi-cercle de rayon de courbure $LF/2$ où LF est la distance entre les nœuds du réseau. Au-delà de cette configuration, la dilatation de la dislocation conduit à une augmentation du rayon de courbure de la ligne (figure 3.8). La configuration devient instable et la boucle de dislocation peut balayer l'ensemble du plan du glissement. La valeur moyenne de la contrainte appliquée

T_{FR} qui est requise est donc donnée par la relation (3) :

$$\tau_{FR} = \frac{Gb}{L_F} \approx Gb\sqrt{\rho} \dots\dots\dots 3$$

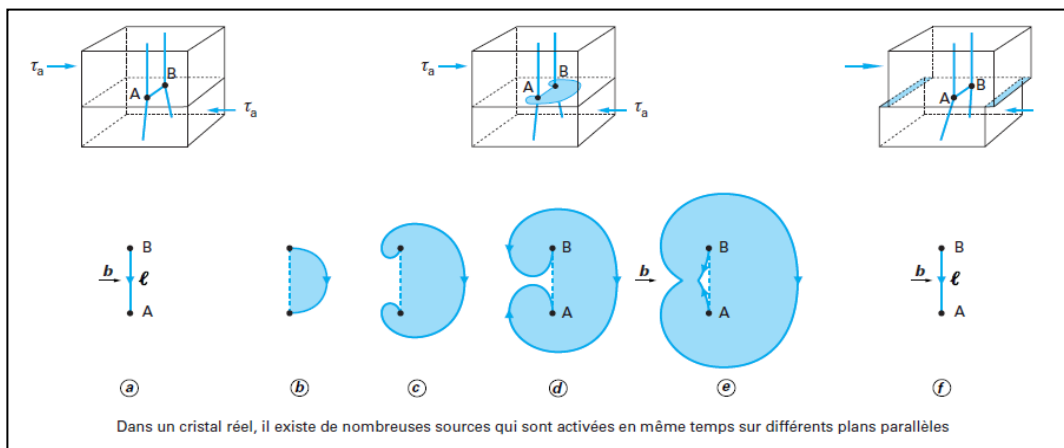


Figure 1.15 – Déclenchement de la déformation plastique par l'activation d'une source de Frank-Read [31]

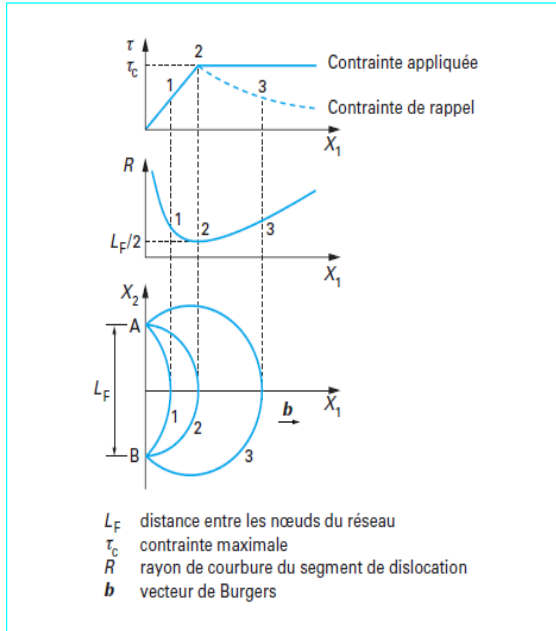


Figure 1.16. : Variation de la contrainte de résistance due à la tension de ligne au cours de la dilatation du segment actif dans le réseau de Frank [31]

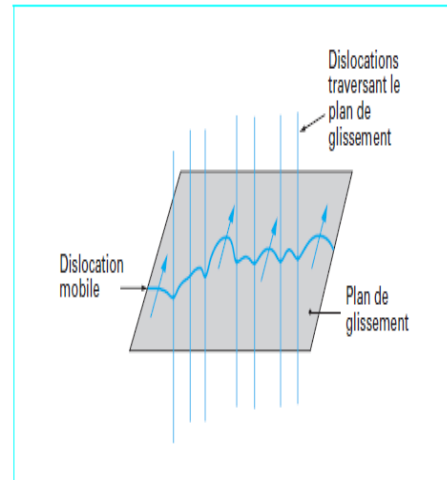


Figure 1.17. : Blocage d'un mobile par les dislocations qui traversent son plan de glissement [31]

La dislocation mobile créée de cette façon est freinée par la force de résistance due au frottement du réseau (force de Peierls- Nabarro) et par des forces engendrées lorsque la dislocation mobile rencontre d'autres dislocations du réseau de Frank qui percent son plan de glissement. Une estimation théorique de la contrainte de résistance correspondant à la force de Peierls- Nabarro aboutit à une relation de la forme suivante :

$$\tau_{PN} = \frac{2G}{(1-\nu)} \exp \left[- \frac{2\pi d}{(1-\nu)b} \right] \dots\dots\dots 4$$

Avec ν coefficient de Poisson.

Lorsque la dislocation mobile rencontre une autre dislocation qui traverse son plan de glissement, le champ de distorsion élastique de la dislocation mobile se superpose à la distorsion de la dislocation obstacle. Cela conduit à une

augmentation ou à une diminution de l'énergie élastique locale selon que les distorsions s'additionnent ou se compensent. Par conséquent, les dislocations qui percent le plan de glissement exercent des forces de répulsion ou d'attraction à courte portée (quelques dixièmes de micromètre) sur la dislocation mobile. La dislocation mobile s'ancre temporairement et se courbe entre les points d'ancrage (figure 3.9), jusqu'à ce que la contrainte soit suffisante pour que la dislocation désancrer. Un calcul détaillé, SAADA [32] montre que la valeur moyenne de cette contribution à la contrainte de résistance est donnée par la relation suivante :

$$\tau_D = \alpha \frac{Gb}{L} \approx \alpha Gb \sqrt{\rho} \dots\dots\dots 5$$

Avec α constante numérique de l'ordre de 0,3.

Du point de vue physique, la contrainte τ_D représente aussi une autre estimation de la contrainte nécessaire pour arracher un segment de dislocation de ses points d'ancrage dans le réseau de Frank. On pourra donc confondre τ_{FR} et τ_{D0} en une seule contrainte de résistance τ_{D0} correspondant au freinage dû aux dislocations résiduelles dans un métal pur non déformé et donnée par l'équation (3) ou l'équation (5) avec $\rho = \rho_0$.

La résistance au déplacement d'une dislocation mobile dans un métal pur est alors la somme de deux termes :

$$\tau_0 = \tau_{FR} + \tau_{D0} \dots\dots\dots 6$$

Avec τ_0 de l'ordre de $10^{-4} G$, soit quelques mégapascals lorsque la densité de dislocations est inférieure à $10^6 \text{ cm} \cdot \text{cm}^{-3}$.

3.4.3 Anisotropie de la limite d'élasticité d'un monocristal en traction uniaxiale

Lorsqu'un métal monocristallin est sollicité par un effort mécanique quelconque, la déformation plastique est déclenchée quand la contrainte de cisaillement sur un des systèmes de glissement dépasse la contrainte critique. En traction uniaxiale, par exemple, la contrainte de cisaillement appliquée sur un système de glissement est donnée par la relation (7) :

$$\tau = \sigma \cos\phi \cos\lambda \quad \dots\dots\dots 7$$

Avec σ : contrainte rationnelle de traction,

ϕ : angle que fait la normale du plan de glissement avec l'axe de glissement

λ : angle entre la direction de glissement et l'axe de traction (figure 3.10).

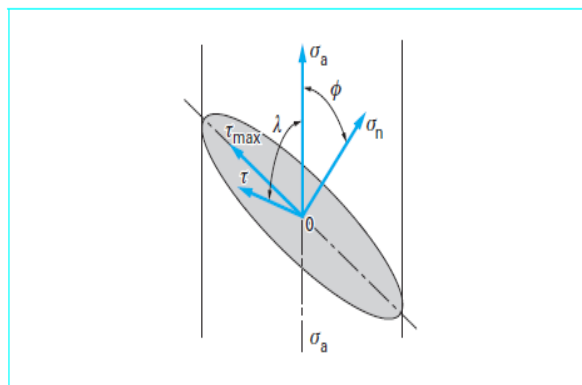


Figure 1.18 : Relation entre la contrainte de traction uniaxiale et la contrainte de cisaillement [31]

Le produit $(\cos\phi \cos\lambda)$, appelé facteur de Schmid m , a une valeur maximale de 0,5 lorsque ϕ et λ sont tous les deux égaux à 45° et tend vers zéro lorsque ϕ ou λ tend vers zéro. Ainsi la contrainte de cisaillement sur les différents systèmes de glissement dans le cristal dépend de l'orientation des axes cristallographiques du cristal par rapport à l'axe de traction et, pour une orientation donnée, le système de glissement qui est activé en premier lieu est celui pour lequel le facteur de Schmid

est le plus grand. En traction uniaxiale, la limite d'élasticité d'un monocristal est anisotrope et sa valeur pour une orientation donnée du monocristal est donnée par la relation suivante :

$$\sigma_e = \frac{\tau_0}{(\cos\phi \cos\lambda)^*} = \frac{1}{m^*} \tau_0 \dots\dots\dots 8$$

Avec m^* plus grande valeur du facteur de Schmid dans le cristal pour l'orientation considérée. La valeur minimale de la limite d'élasticité en traction est alors

$$\sigma_e = 2\tau_0 \text{ lorsque } m = 0,5.$$

3.4.4 Limite d'élasticité des métaux purs polycristallins

Dans le cas d'un métal pur polycristallins sollicité en traction uniaxiale (figure 3.11), on observe une déformation plastique de très faible amplitude dès que $\sigma \geq 2\tau_c$. Cette limite d'élasticité microscopique correspond au déplacement irréversible des dislocations parfaites dans les seuls grains pour lesquels le facteur de Schmid est proche de la valeur maximale de 0,5. L'amplitude de la microdéformation observée à la limite d'élasticité microscopique est très faible car les boucles de dislocations mobiles s'empilent contre les joints du grain dans lequel la source est active (figure 3.12). En effet, les joints de grain sont des barrières infranchissables pour les dislocations en raison de la discontinuité des plans de glissement de part et d'autre des joints. Au-delà de la limite d'élasticité microscopique, la propagation de la déformation plastique s'étend progressivement à l'ensemble des grains sous une contrainte appliquée τ a croissante. Lorsque la taille de grain est supérieure à une centaine de micromètres, la modélisation des mécanismes mis en jeu s'appuie sur l'activation des sources dans le réseau de Frank-Read. Afin d'augmenter le nombre de boucles émises par les sources actives, il faut que la contrainte τ a appliquée sur les plans de glissement actifs soit augmentée car les dislocations empilées aux joints se repoussent mutuellement et exercent une contrainte en retour T_{emp} sur les sources actives. La contrainte de cisaillement appliquée sur le système de glissement actif dans le grain 1 (figure 3.12) est alors :

$$\tau_{a1} = \tau_0 + \tau_{emp} = \tau_0 + \frac{2nGb}{\Lambda_{emp}} \dots\dots\dots 9$$

Avec : n nombre de dislocations dans l'empilement,

Λ_{emp} distance entre la source active et la tête d'empilement.

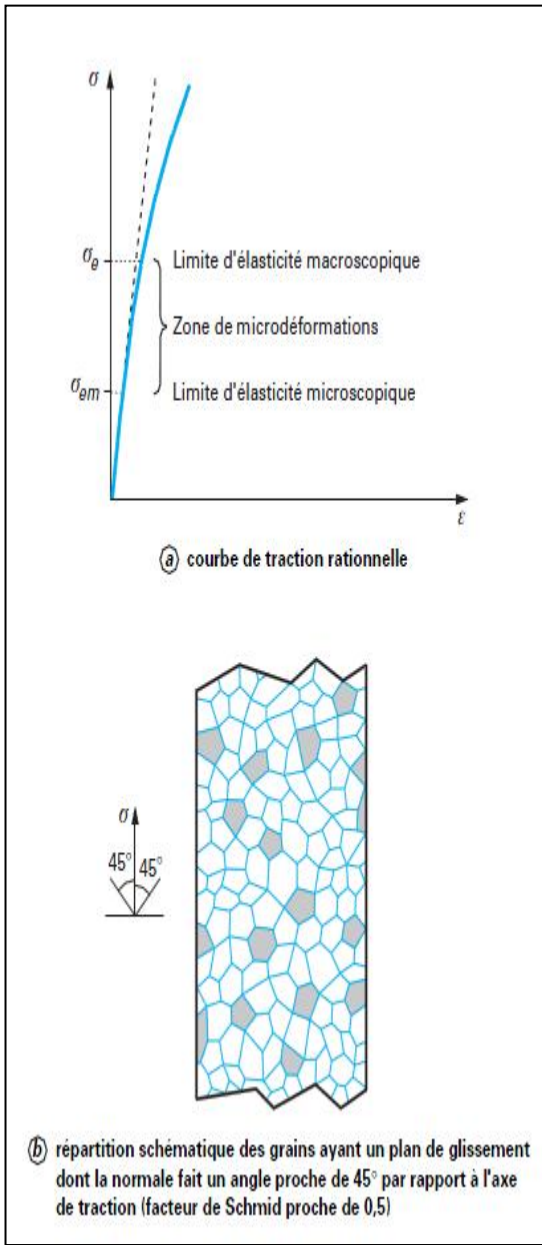


Figure 1.19. : Limite d'élasticité d'un métal polycristallin en traction uniaxiale [31]

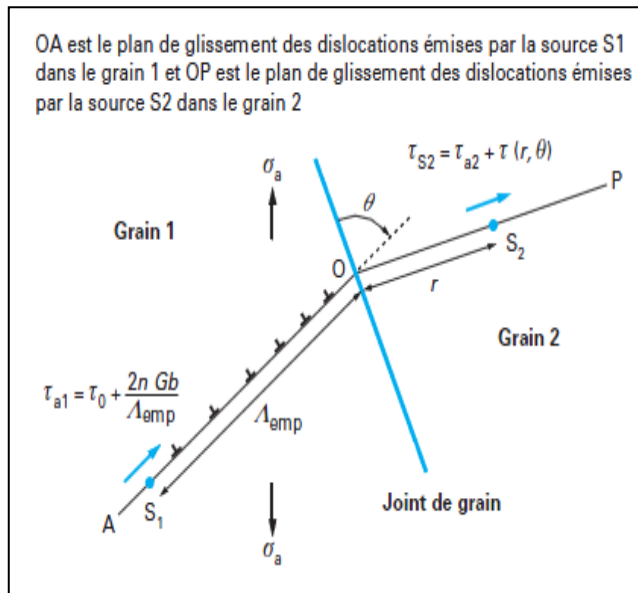


Figure 1.20. : Empilement de dislocations sur un joint de grain dans un métal polycristallin sous une contrainte externe σ_a [31]

CHAPITRE 2

MOYEN ET METHODE EXPERIMENTAUX

La nuance étudiée dans le présente travail est un acier inoxydable ferritique de 17%chrome (type 430 X8Cr 17), qui a été reçu en tant que plats roulés avec une épaisseur de 3 millimètres. La composition chimique est récapitulée au tableau suivant :

fer	C(%)	Si(%)	Mn(%)	P(%)	S(%)	Cr(%)	Mo(%)	Ni(%)	Al(%)
82.83	0.029	0.21	0.32	>0.001	0.001	16.13	0.024	0.15	<.001
Co(%)	Cu(%)	Nb(%)	Ti(%)	W(%)	Sn(%)	As(%)	B(%)	N(%)	V(%)
0.019	0.13	>.001	0.003	0.006	0.001	>0.054	>0.000	>0.050	0.0035

Le mode opératoire a consisté en une suite d'opérations indispensables pour obtenir des tôles et des lamelles susceptible d'être observée au microscope optique, diffractée aux RX, déformée à froid et traité thermiquement.

Les opérations sont effectuées aux établissements suivant :

- ❖ Centre de Soudage et de Contrôle (CSC) de CHERAGA.
- ❖ Laboratoire de génie mécanique de BLIDA
- ❖ Centre de recherche nucléaire de BIRINE
- ❖ Entreprise nationale de produits inoxydables (BCR) de BORDJ M'NAILE

2.1 Le découpage :

L'échantillon se présente initialement sous forme d'un cylindre d'une longueur comprise entre 20-25 cm avec une épaisseur de 3mm. Son découpage a été réalisé en utilisant une scie mécanique avec lubrification au sein de l'Entreprise Nationale des produits inoxydables (BCR). Cette opération est indispensable pour pouvoir manier et étudier les échantillons.

2.2 Traitement thermique et mécanique :

Dans la première partie nous avons traité notre acier avant la déformation plastique à deux températures, le premier traité à 1000°C pendant 15 mn suivi d'un refroidissement à l'eau et à l'air, et le deuxième traité à 900°C pendant 15 mn suivi d'un refroidissement à l'eau et l'air.

La deuxième partie nous avons traité notre acier après la déformation plastique à des températures de 400°C, 500°C, 600°C et 700°C pendant 1 heure de maintien.

Dans la troisième partie nous avons déformé plastiquement avant et après le traitement thermique à l'aide d'un laminoir à différents passes.

2.3 L'enrobage :

Une fois les échantillons traités mécaniquement et thermiquement, on procède à leur enrobage pour faciliter leurs managements. L'opération consiste à introduire l'échantillon dans une enrobeuse en compagnie d'une poudre qui, à haute température, se solidifie et forme le substrat de l'échantillon. L'enrobage a été effectué sur une enrobeuse de marque Struers, modèle LaboPress-1, avec une force de pression de 25KN pour une température comprise entre 150°C-180°C.

2.4 Le polissage :

L'opération qui suit l'enrobage est le polissage. Cette opération consiste à mettre en contact la surface de l'échantillon enrobé avec du papier polisseur à différentes granulométries. L'utilisation de la poudre d'Alumine (granulométrie 0,05 µm) nous permet d'obtenir un effet miroir sur la surface de l'échantillon.

2.5 La micrographie :

Les échantillons polis sont ensuite nettoyés dans un bac à ultrasons pour éliminer les résidus d'Alumine. Pour pouvoir les observer au microscope optique, on leur applique une attaque chimique. Nous avons opté pour le présent travail pour l'attaque Glyceregia composée de :

5 ml d'acide nitrique (HNO₃)

10 ml d'acide chlorhydrique (HCL)

10 ml de Glycérol.

L'attaque dure 45 secondes et est suivie d'un nettoyage dans le bac à ultrasons.

On place ensuite l'échantillon dans le porte-échantillon du microscope optique à appareil photo intégré, de marque Zeiss. On règle à l'aide d'une manette la résolution de l'image qui apparaît sur l'écran du micro-ordinateur, et on prend la photo qui est automatiquement enregistrée sur disque dur.

2.6 La micro-dureté :

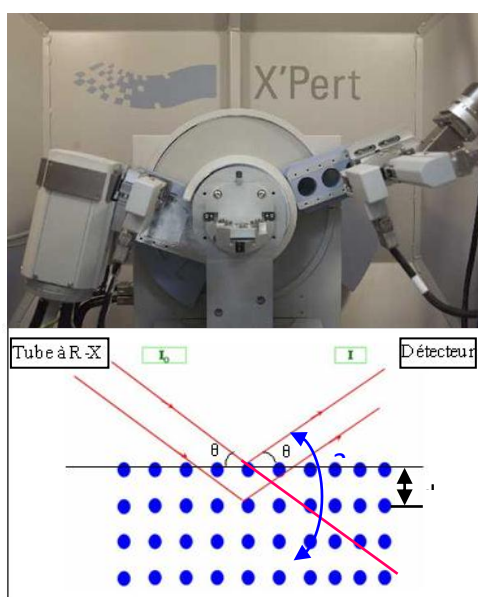
La micro-dureté permet de mettre en exergue les variations locales de duretés dues à des précipitations de phases en l'occurrence des phases et des composés chimiques. On applique à l'échantillon étudié une micro-dureté Vickers de 10 gf et on mesure la moyenne de deux diagonaux de l'empreinte créée. Cette moyenne nous donne la micro-dureté.

2.7 Diffraction des rayons X :

Technique d'analyse :

Les analyses par diffraction à rayons X ont été réalisées avec un diffractomètre « X'PERT PRO MPD » de Philips en mode θ - θ (configuration Bragg-Brentano), équipé d'un goniomètre vertical de rayon 240 mm et muni d'un tube à rayons X à anticathode de cuivre. Le porte échantillon est le MPSS (Multi-Purpose Sample Stage) et le détecteur interfacé est de type à gaz xénon.

Scan Axis	Gonio
Start Position [°2 θ .]	25,0200 ~ 25°
End Position [°2 θ .]	119.9800 ~ 120°
Step Size [°2 θ .]	0, 0400
Scan Step Time [s]	1, 50
Divergence Slit Type [mm]	0.5 (fente de divergence)
Specimen Length [mm]	10, 00 (masque)
Receiving Slit Size [mm]	1, 0000 (fente de reception)
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1, 54060
K-Alpha2 [Å]	1, 54443
K-Beta [Å]	1, 39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0, 50000
Generator Settings	45 kV, 40 mA
Goniometer Radius [mm]	240, 00
Sample stage	MPSS (Multi-Purpose Sample Stage)



Multi-Purpose Sample Stage
(MPSS)

Figure 2.1. Configuration montage Bragg-Brentano θ - θ .

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUTIONS

3.1. Caractérisation métallographique

A- Présentation des micrographies des échantillons déformés à froid à l'état reçus (sans traitement) de grossissement X200. a : échantillon brut, b : 30% de déformation à froid, c : 45% et d : 60%.



Figure 3.1.a. Micrographie d'un échantillon brut

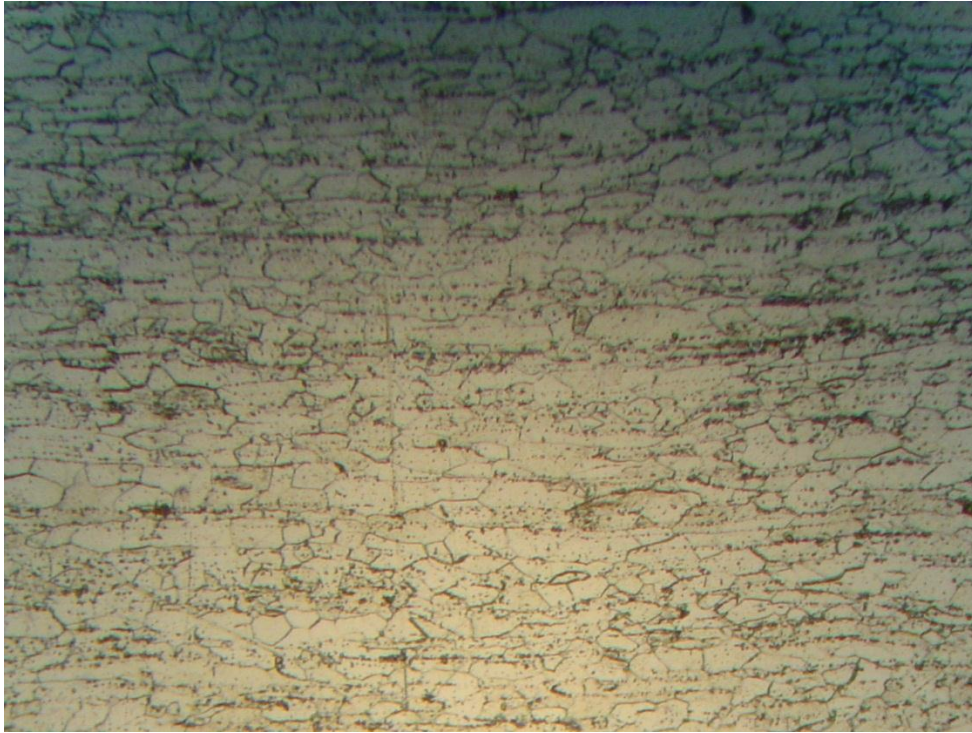


Figure 3.1.b. Micrographie d'un échantillon déformé à 30%

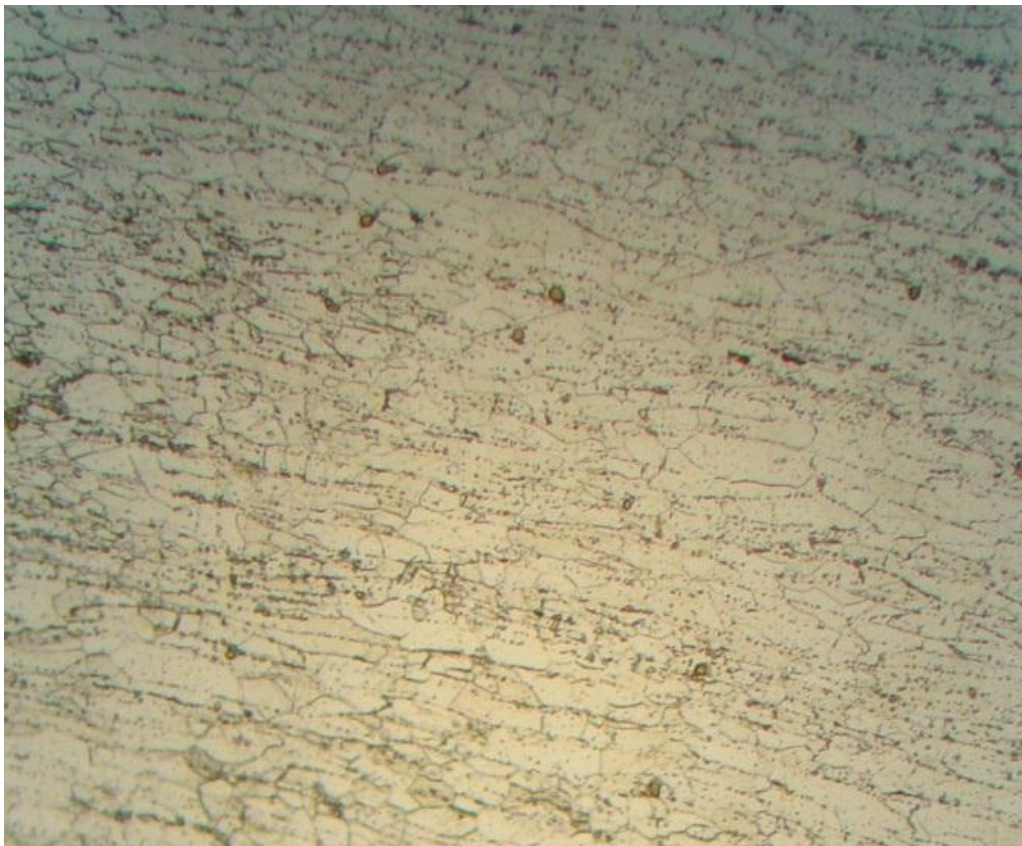


Figure 3.1.c Micrographie d'un échantillon déformé à 45%

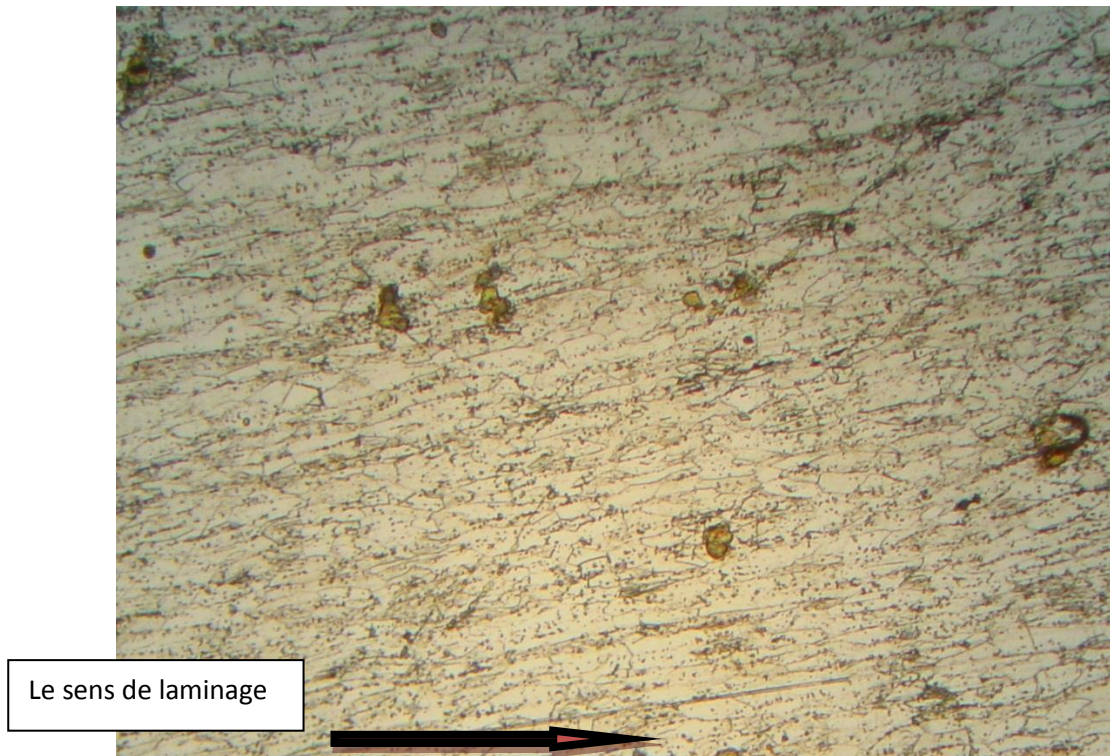


Figure 3.1.d Micrographie d'un échantillon déformé à 60%

Interprétation :

On compare les grains de l'échantillon brut avec les échantillons laminés ou déformé plastiquement à froid, nous remarquons que pour chaque passe de laminage les grains écrasés et allongés suivant le sens de laminage, et ses grains continue à allonger avec l'augmentation de taux de déformation plastique.

B-Présentation des micrographies recristallisé à 600°C après des déformations à froid de grossissement X200, a : 15% de déformation, b : 30%, c : 45%: et d : 75%.



Figure 3.2.a Micrographie d'un échantillon déformé à 15% suivi d'un recuit à 600°C

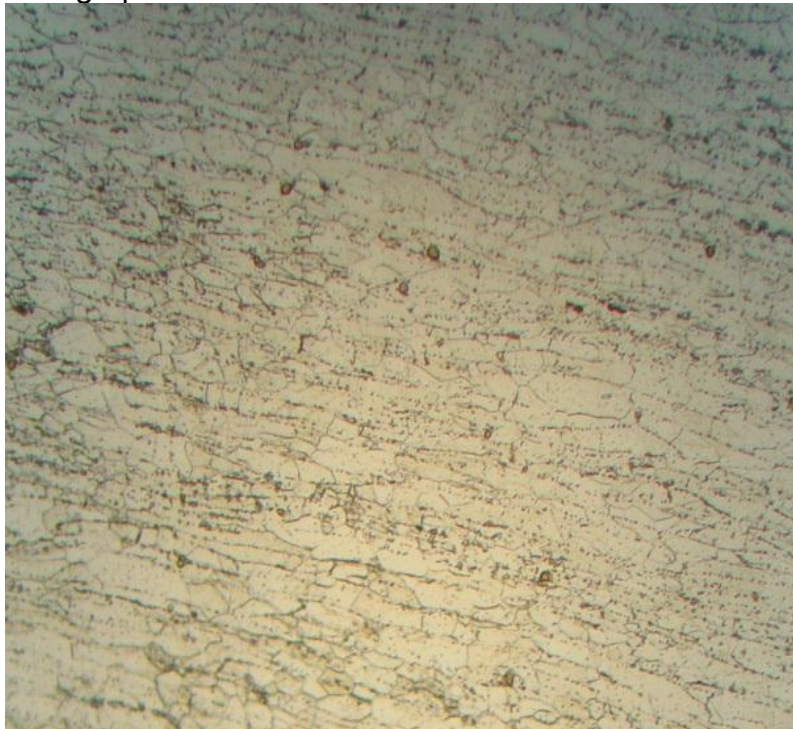


Figure 3.2.b Micrographie d'un échantillon déformé à 30% suivi d'un recuit à 600°C

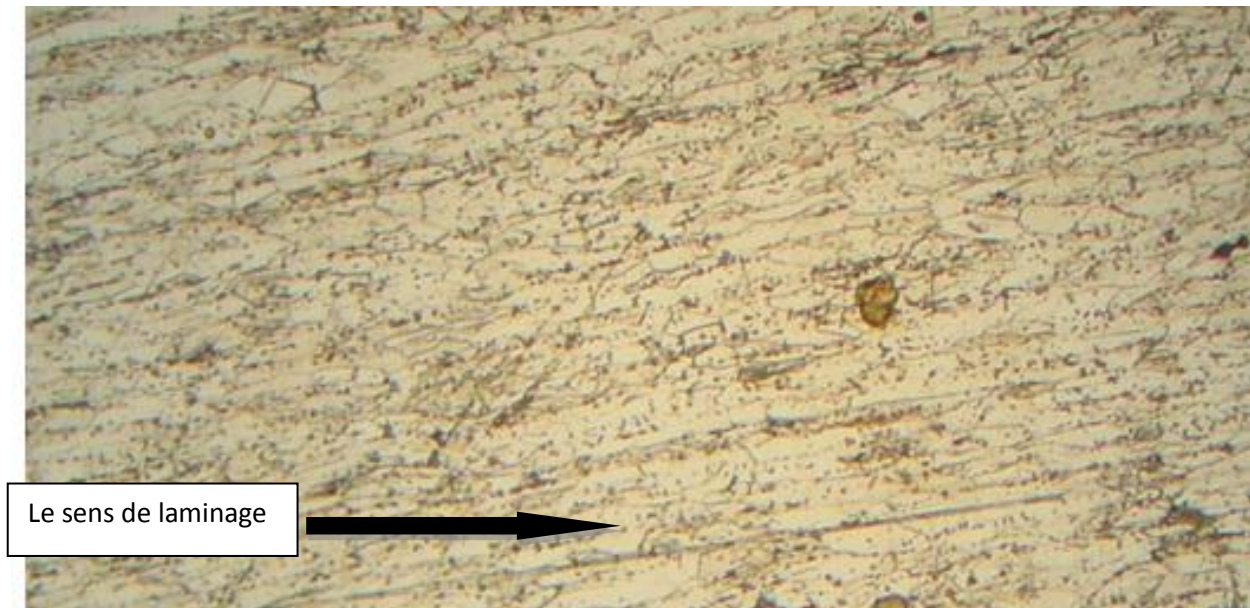


Figure 3.2.c : Micrographie d'un échantillon déformé à 45% suivi d'un recuit à 600°C



Figure 3.2.d : Micrographie d'un échantillon déformé à 75% suivi recuit à 600°C

Interprétation :

Nous remarquons que pour un recuit d'une heure de maintien à 600°C les grains reste allonges avec celle des grains de la nuance déformée à froid, et 600°C insuffisante pour recristallisée les grains déformée.

Tous ces résultats micrographiques est conventionnelle avec celle des résultats micromécaniques.

C-Présentation des micrographies recristallisé à 700°C après des déformations à froid de grossissement X200, a : 15% de déformation, b : 30%, c : 45%: et d : 75%.

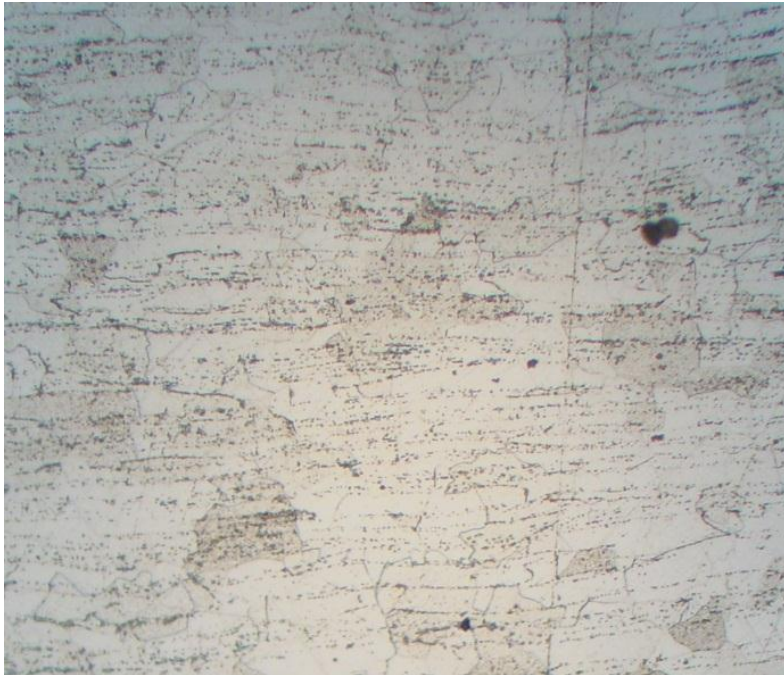


Figure 3.3.a Micrographie d'un échantillon déformé à 15% et puis recuit à 700°C



Grossissement
des grains

Figure 3.3.b Micrographie d'un échantillon déformé à 30% suivi d'un recuit à 700°C

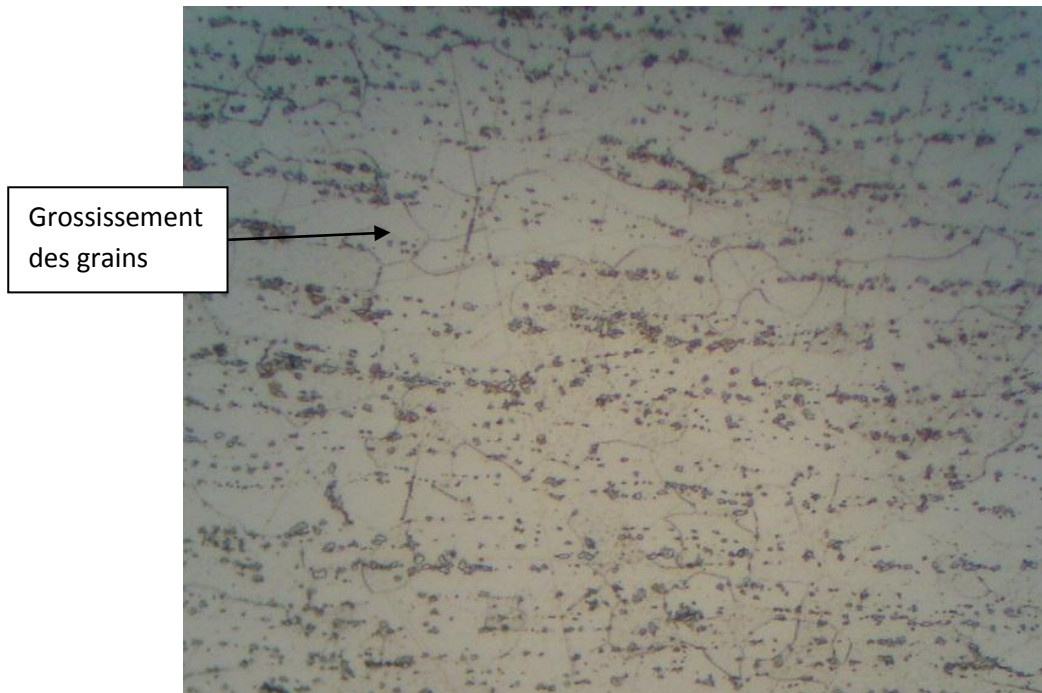


Figure 3.3.c Micrographie d'un échantillon déformé à 45% suivi d'un recuit à 700°C



Figure 3.3.d Micrographie d'un échantillon déformé à 75% suivi d'un recuit à 700°C

Interprétation :

Nous remarquons que pour un recuit d'une heure de maintien à 700°C les grains de tous les passes de laminage (15% à 75%) recristallisées. Alors on peut conclure que 700°C est suffisante pour recristallisée les grains déformée à froid de cette nuance.

Notons que tous ces résultats micrographiques est conventionnelle avec celle des résultats mécaniques

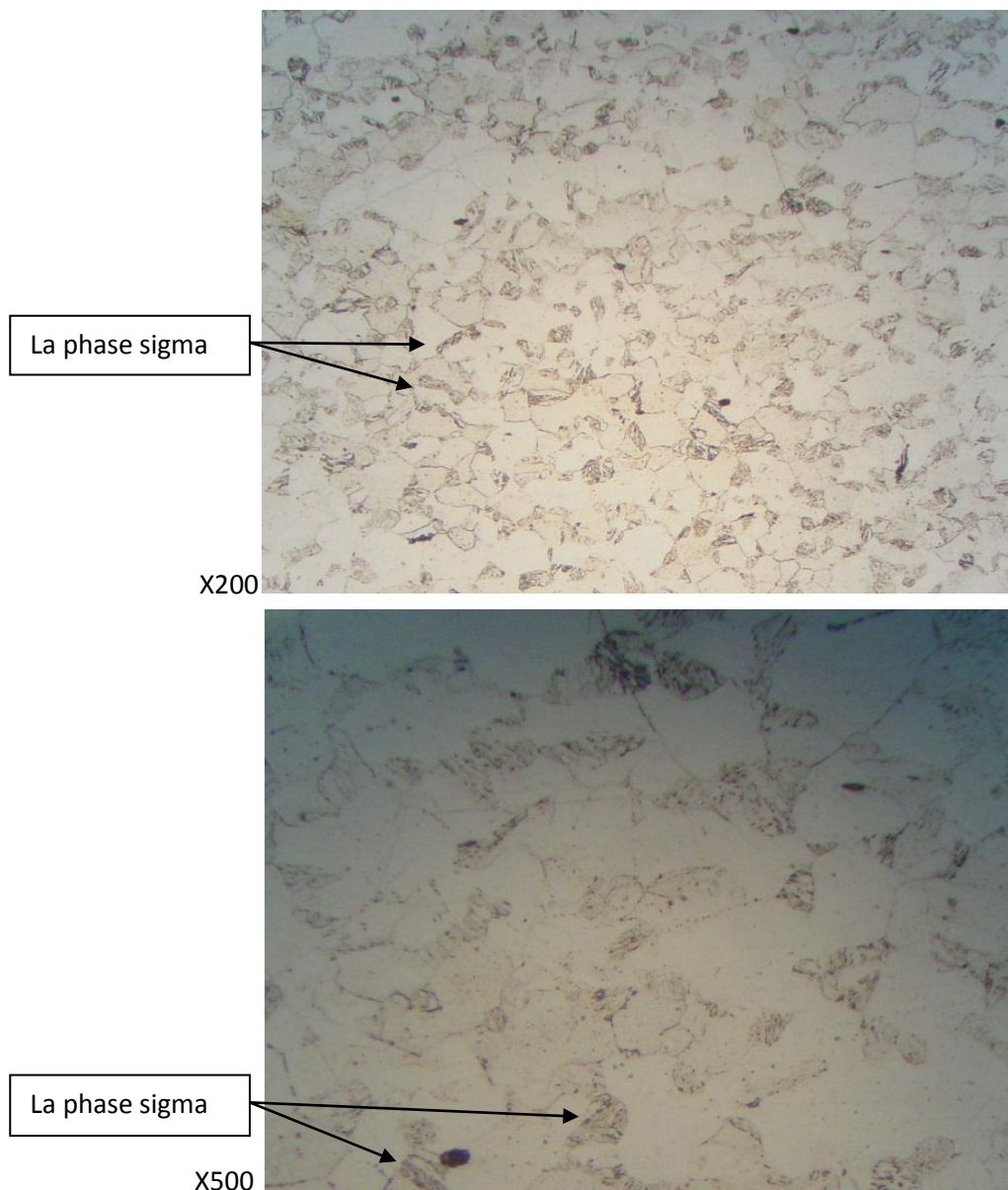


Figure 3.4 Présentation des micrographies d'un échantillon traitées à 1000°C de 15 min de maintien suivi d'un refroidissement lent (à l'air).

Interprétation :

Nous remarquons que pour l'échantillon traité à 1000°C et puis refroidi lentement une apparition d'une phase intermétallique de quantités importante au niveau des joints des grains et cette phase réparti dans toute la matrice, d'après [33] ce sont des particules de couleur gris, s'appelle phase intermétallique sigma (σ).

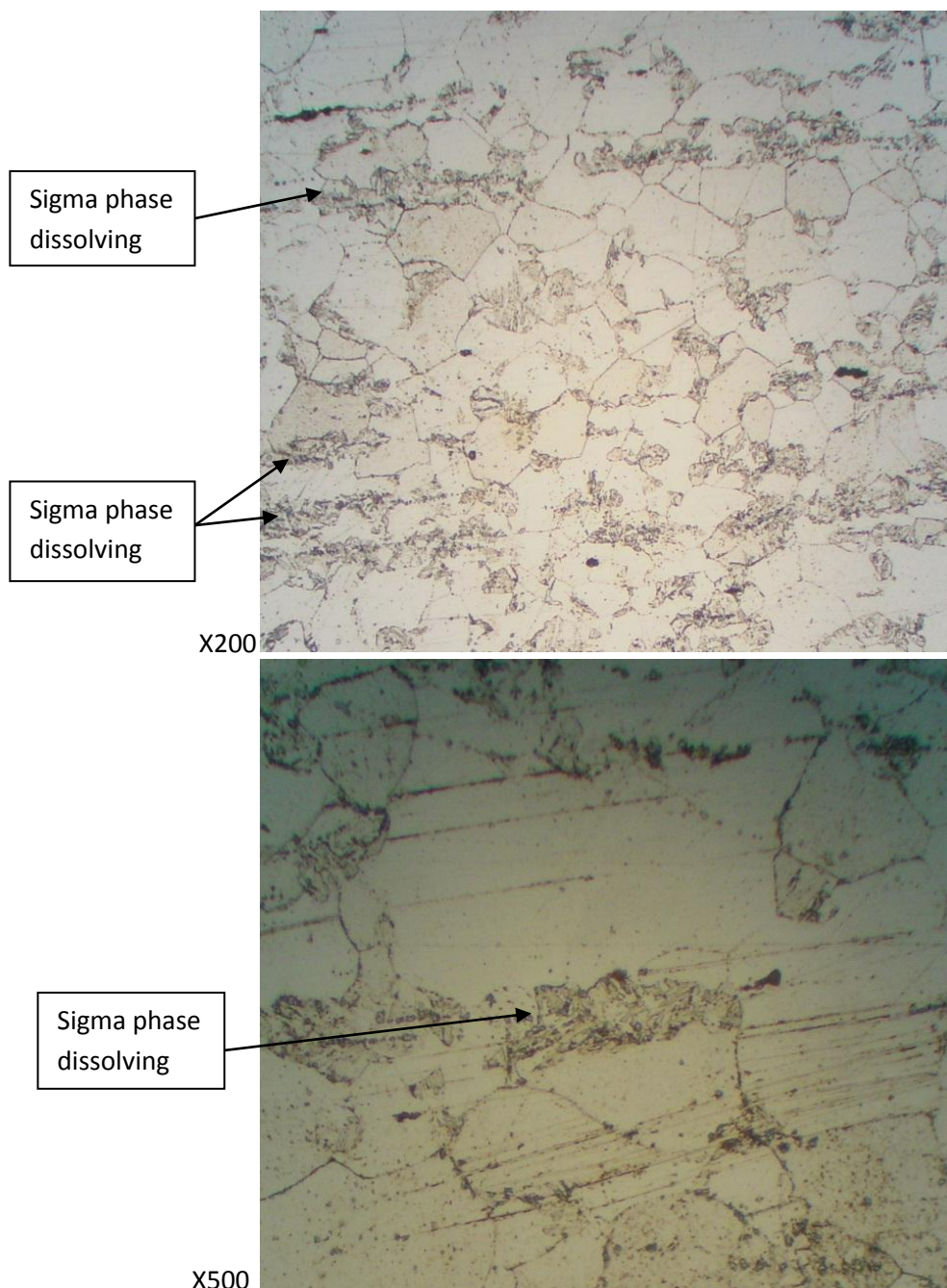


Figure 3.5 Présentation des micrographies d'un échantillon traitées à 1000°C de 15 min de maintien suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau).

Interprétation :

Nous remarquons que pour la micrographie de l'échantillon traité 1000°C suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau) une quantité moins importantes de la phase intermétallique σ , cela explique par l'éloignement de la plage d'apparition de cette phase.

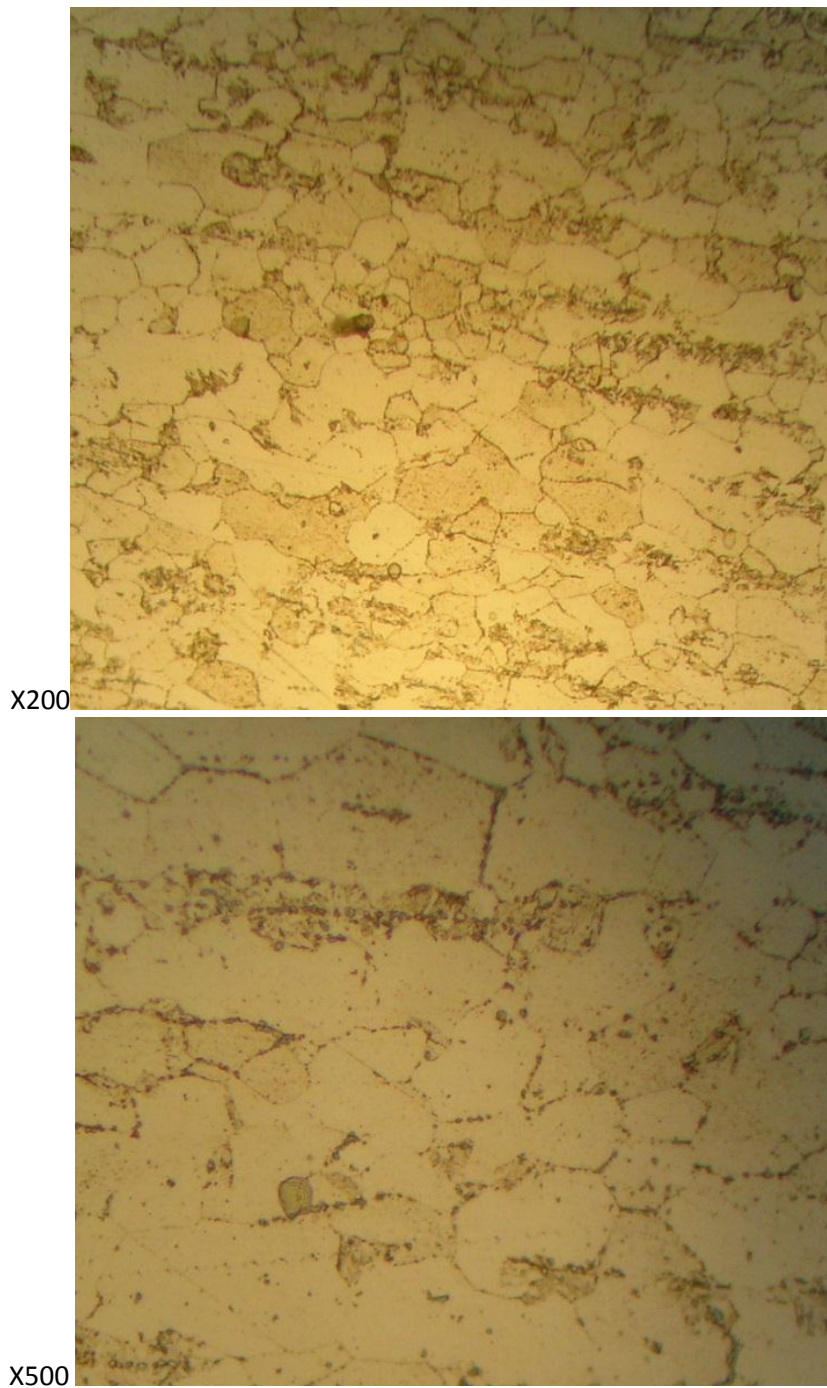


Figure 3.6 Présentation des micrographies d'un échantillon traitées à 900°C de 15 min de maintien suivi d'un refroidissement lent (à l'air).

Interprétation :

Nous remarquons que pour la micrographie de l'échantillon traité à 900°C suivi d'un refroidissement lent (à l'air) une disparition complète de la phase intermétallique sigma.



Figure 3.7 Présentation de micrographie optique d'un échantillon traité à 900°C de 15min de maintien suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau).

Interprétation :

Nous remarquons que pour l'échantillon traité à 900°C suivi d'un refroidissement rapide une forte apparition de la phase intermétallique sigma au niveau des joints des grains et cette phase répartir dans toute la matrice,

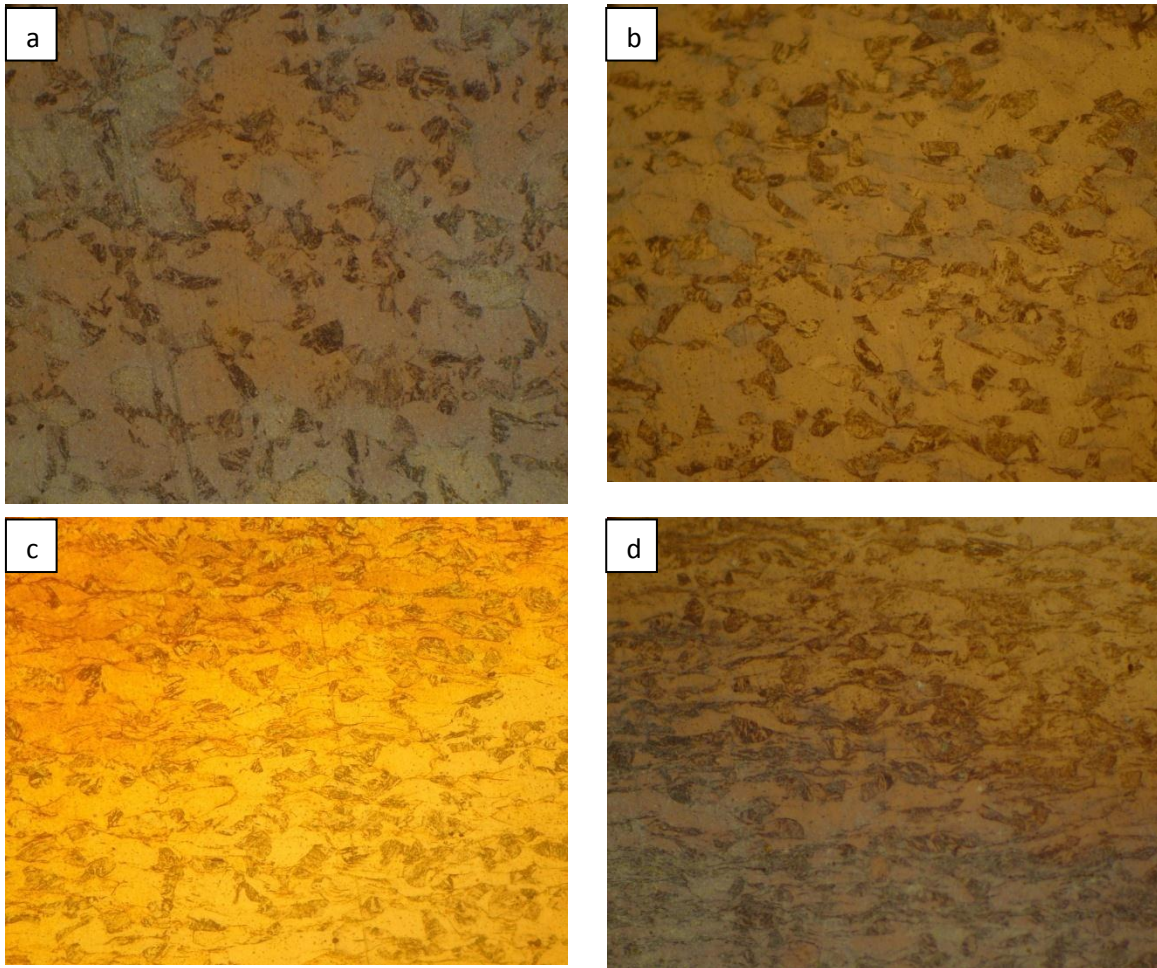


Figure 3.8. Présentation des micrographies déformées à froid de a : 15%, b : 30%, c : 45% et d : 60% après un maintien de 15 min à 900°C suivi d'un refroidissement à l'eau

Interprétation :

Nous remarquons une matrice présente deux forme de grains l'un présente une forte déformation (grains allongés avec le sens de laminage), et l'autres moins déformées, cela explique par la dureté et la ductilité de ces phases.

3.2. Caractérisation micromécanique :

L'échantillon brut à l'état de réception présente une dureté de l'ordre **150Hv**, cette dureté correspond à la dureté de la phase ferritique.

Le traitement de l'échantillon à la température de 1000 pendant 15 mn suivi d'un refroidissement lent a provoqué l'apparition d'une phase intermétallique sigma, cette dernière est identifiée par le nombre de dureté HV mesurée (**300**).

La dureté de l'échantillon traité à 1000°C pendant 15min suivi du refroidissement rapide (à l'eau) présente des irrégularités de **175Hv**min à **206Hv** max, cette irrégularités de la dureté correspond à la phase mère ferrite, et la dissolution de la phase sigma.

Le traitement de l'échantillon a la température de 900°C pendant 15min suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau) a provoqué aussi l'apparition de la phase sigma, cette dernière est identifié par le nombre **300**.

La dureté de l'échantillon traité à 900°C pendant 15 min suivi d'un refroidissement lent (à l'air) présente une homogénéité de **151Hv**, Cela s'explique par la décomposition (disparition) complète de la phase intermétallique sigma aux cours de refroidissement.

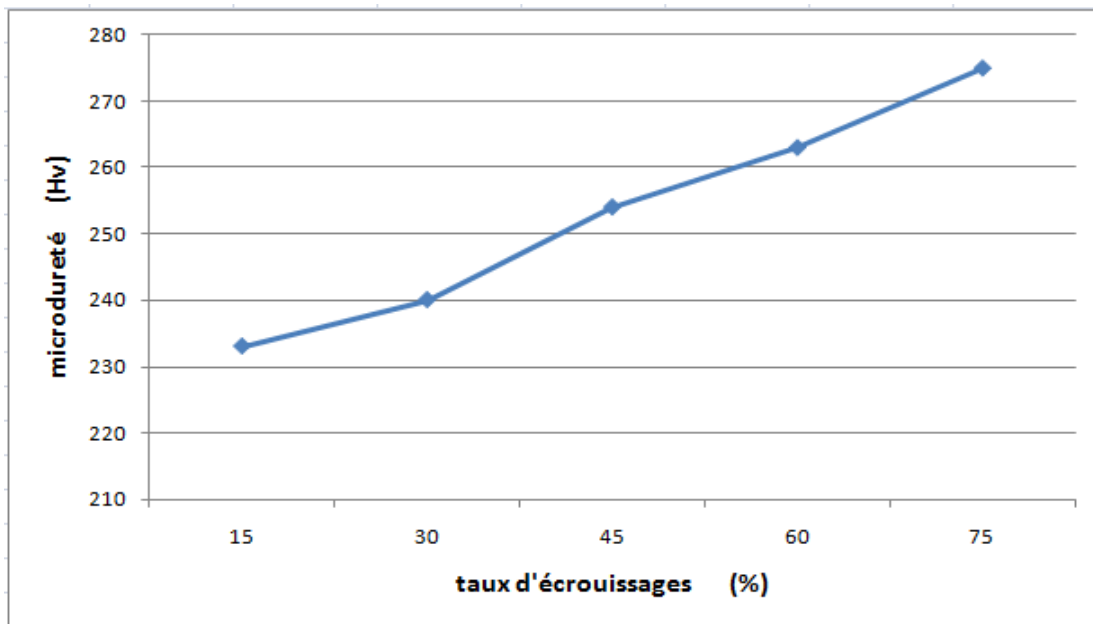


Figure 3.9. Déformation à froid de différents taux d'écroissages.

Interprétation :

Nous remarquons que la dureté augmente pour chaque passe de laminage. Cela due par l'augmentation de la densité de dislocation, Et d'prés [34] par la création des cellules à l'intérieur des grains initiaux, des sous-grains, c'est-à-dire des cellules contenant peu de dislocations et désorientées les unes par rapport aux autres de quelques degrés.

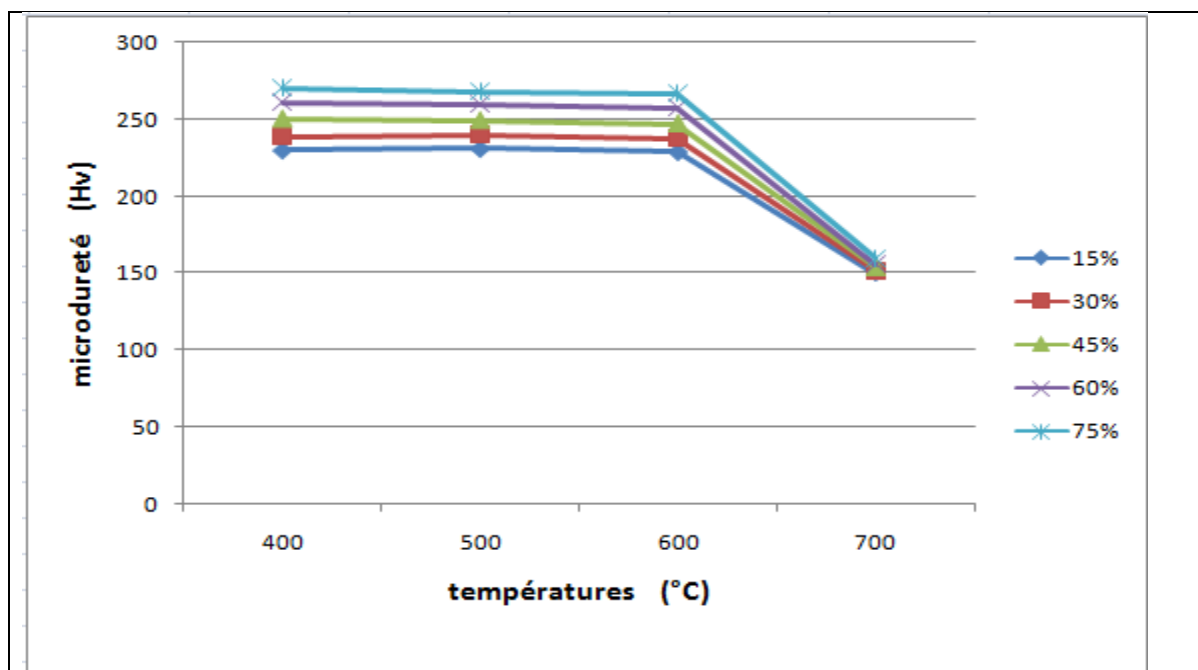


Figure 3.10. Recuit à (400°C.500°C.600°C.700°C) pendant 1h après déformation à froid de différents taux d'écroissages.

Interprétation :

Nous remarquons que pour les échantillons traités à 400, 500, 600°C la dureté reste la même avec celle des échantillons déformées à froid, c'est-à-dire que l'énergie (le temps de maintien et la température) est insuffisant pour déclencher le processus de recristallisation. Et une diminution importante de dureté pour les échantillons traités à 700°C.

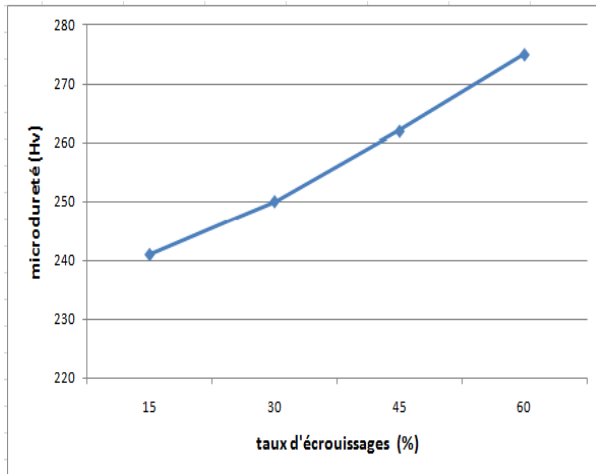


Figure 3.11. Déformation à froid après un maintien de 15 min à 1000°C suivi d'un refroidissement à l'eau.

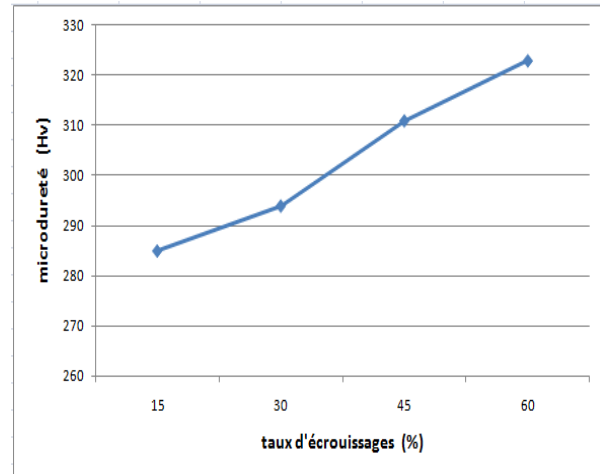


Figure 3.12. Déformation à froid après un maintien de 15 min à 1000°C suivi d'un refroidissement à l'air

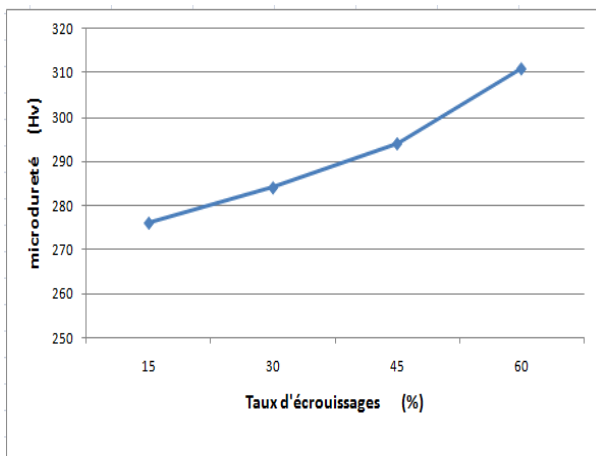


Figure 3.13. Déformation à froid après un maintien de 15 min à 900°C suivi d'un refroidissement à l'eau.

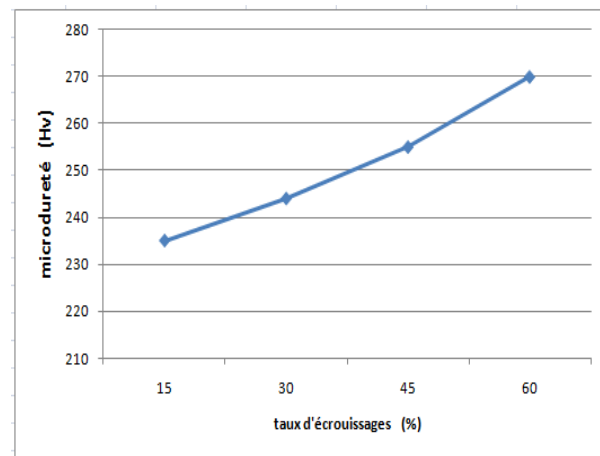


Figure 3.14. Déformation à froid après un maintien de 15 min à 900°C suivi d'un refroidissement à l'air.

Interprétation :

Nous remarquons que l'augmentation de la dureté varie de courbe à l'autre cela due par la densité de dislocations produites par l'effet de déformations plastique (écrouissage), et par l'apparition et disparition (composition et décomposition) d'une phase intermétallique dure selon le mode de traitement thermique.

3.4. Identification par Diffraction des Rayons X :

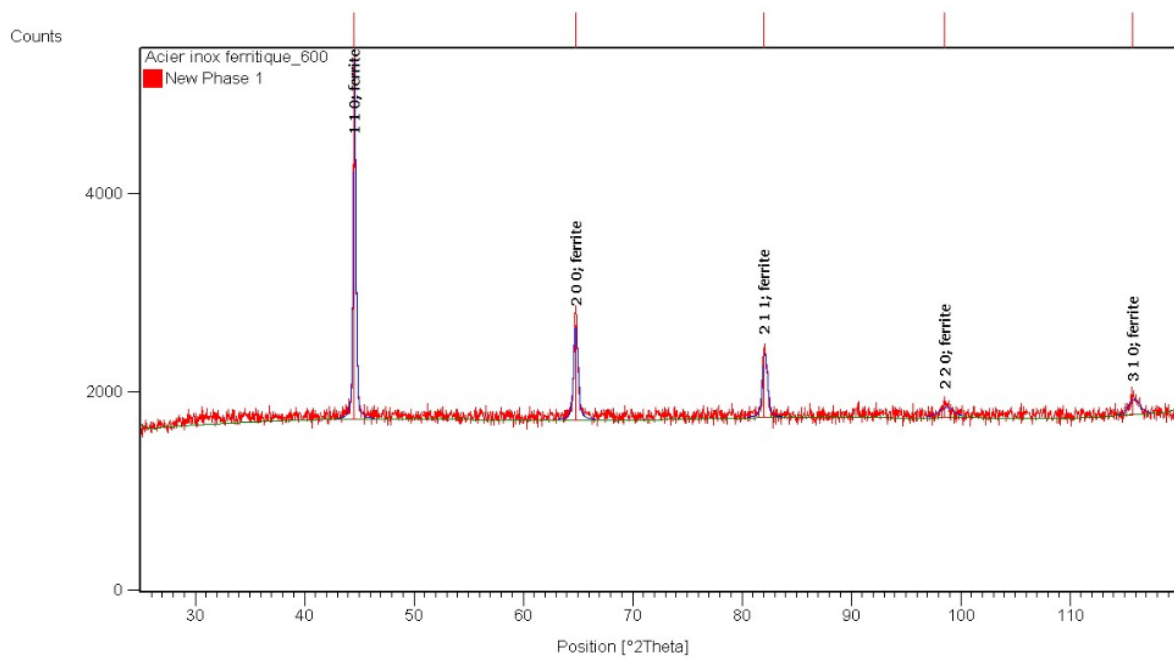


Figure 3.15 diffractogramme d'un acier inox ferritique déformée à froid suivi d'un recuit à 600°C

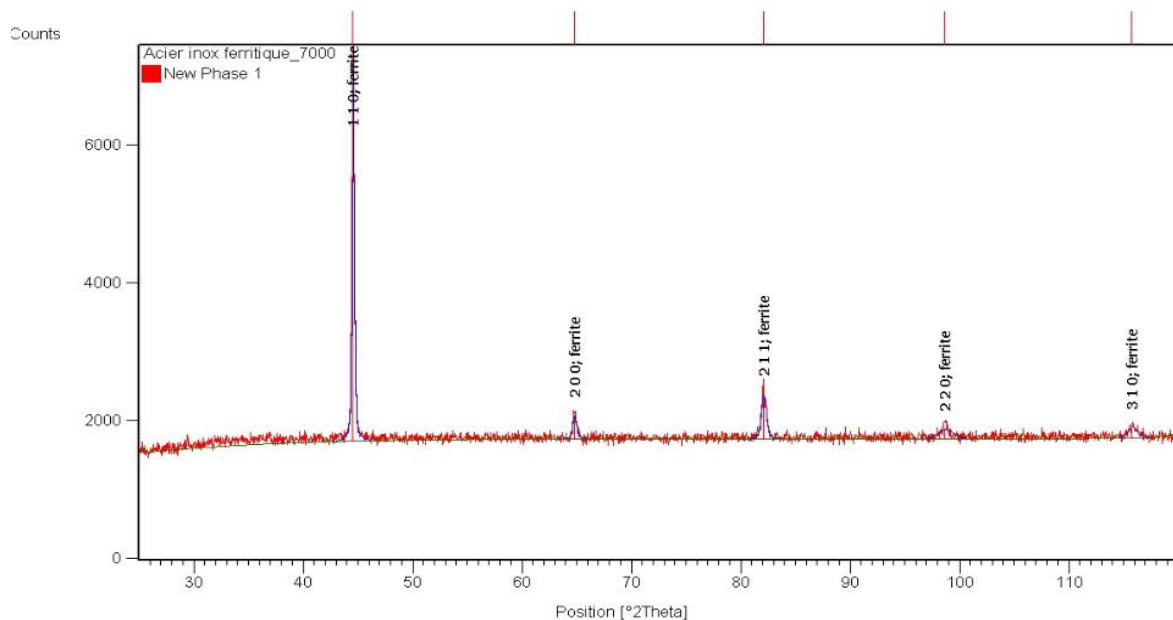


Figure 3.16. diffractogramme d'un acier inox ferritique déformée à froid suivi d'un recuit à 700°C

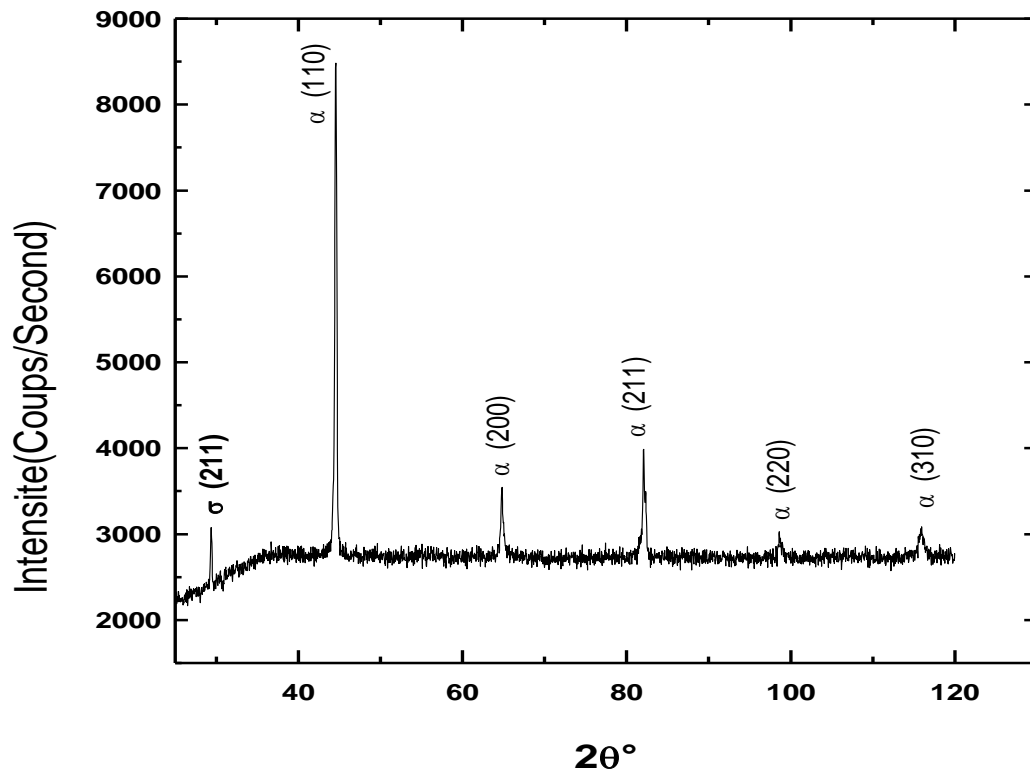


Figure 3.17. Diffractogramme de l'acier Inoxydable Ferritique traité à 900 ° pendant 15 mn suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau).

Interprétation :

Les figures (4.16, 4.17, 4.18). Présente les Diffractogramme obtenues pour notre acier traité à différents degrés de températures. Nous remarquons que les raies de diffraction {110}, {200}, {211}, {220} et {310} sont observées aux positions angulaires analogues à celles du fer pur (matrice) caractéristiques d'une structure CC. Notons aussi l'existence d'un pic à la position 29.36 ° pour l'échantillon traité à 900°C suivi d'un refroidissement rapide, et d'après l'indexation par le logiciel « *Carine* » (identification des phases), nous l'avons associé à la raie (211) de la phase sigma qui a précipité dans notre matériau.

CONCLUSION GENERALE

Nous avons tenté à travers le présent travail d'étudier le comportement mécanique d'un acier inoxydable ferritique de type 420 (X8Cr17) déformé à froid avant et après des traitements thermiques.

Une partie des échantillons déformés à froid avant le traitement thermique (métal reçus), recristallisées successivement à 400, 500, 600, 700°C.

Au terme des expériences menées en termes de traitement mécanique, thermique, attaque chimique et enfin de diffraction RX (XRD), nous pouvons conclure ce qui suit :

- Une augmentation de dureté qui atteint 275Hv et une aptitude de déformabilité de 75% pour la nuance étudiée.
- Une énergie (une heure de maintien à 700°C) élimine tout l'effet de déformation plastique.
- une apparition de la phase sigma pour un traitement de 900°C pendant 15 min suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau).
- une disparition complète de la phase sigma pour un traitement de 900°C pendant 15 min suivi d'un refroidissement lent (à l'air).
- une forte apparition de la phase sigma pour un traitement de 1000°C pendant 15min suivi d'un refroidissement lent (à l'air).
- une fraction de la phase sigma moins importante pour un traitement de 1000°C pendant 15 min suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau) par rapport à celles refroidies lentement.
- Détermination du domaine d'apparition de la phase intermétallique sigma, situé entre 900°C et 1000°C.

DEDICACES

Mes parents

Mes frères et sœurs

Je dédie ce modeste travail à :

Mes amis

Tous ceux qui me sont chers

Abderrezak

INTRODUCTION

Les aciers inoxydables ferritiques sont de plus en plus employés pour les dispositifs d'échappement des véhicules à moteur [1] en raison de leur excellente résistance à la corrosion sous tension, de bonne dureté, de bonne ductilité et à la bonne aptitude de soudabilité, comparées aux aciers inoxydables austénitiques conventionnels [2, 3].

Les composants dans les dispositifs d'échappement sont exposés à des sollicitations mécaniques et thermiques, par exemple aux températures allant de 1000°C selon leur position des moteurs, c'est-à-dire. Les températures dans les dispositifs d'échappement varient de 100°C pour l'extrémité de la ligne d'échappement à 1000°C pour la tubulure d'échappement [3].

Bien que les aciers inoxydables de ferrite aient d'excellentes propriétés, ils subissent la fragilisation aux températures élevées telles que la fragilisation à 475°C [4-5] et la fragilisation par l'apparition de phase σ [6-7]. En particulier, la fragilisation par phase σ se produit si les aciers inoxydables ferritiques sont exposés à la température de 700-800°C. La précipitation de la phase σ , ce qui se compose principalement du Fe et du Cr, causerait la réduction de résilience, de ductilité et de résistance à la corrosion.

En outre, la fragilisation des aciers inoxydables se produit fréquemment avec un contenu élevé de chrome. Par conséquent, afin d'assurer leur sûreté et fiabilité, il est très important de comprendre l'effet de déformation plastique et l'apparition de ces phases intermétalliques.

Nous tenterons dans le présent travail d'étudier une nuance particulière d'aciers inoxydables. Il s'agit de l'acier inoxydable ferritique 430 (X8 Cr17) qui contient 17% de chrome et 0.029 de carbone. Il représente le couplage le plus abouti en terme de performances mécaniques et de tenue à la corrosion.

Pour la première partie Les échantillons de cet acier inox subiront une déformation à froid (métal reçus) de différents passes de laminage. Suivi d'un recuit d'une heure de maintien à 400°C, 500°C, 600°C, 700°.

Pour la deuxième partie Les échantillons subiront un chauffage à une température de 900 °C et 1000°C suivi d'un refroidissement à l'air et l'eau. On suivra ses échantillons une déformation à froid de différents passes de laminage.

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1.	Diagramme d'équilibre Fe-Cr	16
Figure 1.2.	Projection sur le plan température/teneur en chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone	17
Figure 1.3.	Influence du nickel sur la boucle γ des alliages ternaire Fe-Cr-Ni	18
Figure 1.4.	Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 70% de Fe	18
Figure 1.5.	Diagramme d'équilibre Fe – Cr au-dessous de 800 °C : domaine d'existence des phases α α' et σ	26
Figure 1.6.	Influence de la teneur en chrome sur la durée de formation de la phase σ dans les aciers ferritiques	27
Figure 1.7.	Courbes de transition de la résilience d'un acier ferritique à 17 % Cr pour différentes teneurs en carbone et en azote	29
Figure 1.8.	Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni	35
Figure 1.9.	Géométrie du glissement de dislocation dans les aciers	38
Figure 1.10.	Déplacement élémentaire d'un bloc cristallin sur un plan de glissement	40
Figure 1.11.	Grandeurs cristallines associées à une dislocation courbe	43
Figure 1.12.	Exemple de la dissociation d'une dislocation parfaite dans le réseau cubique à faces centrées	45
Figure 1.13.	variation périodique de l'énergie propre d'une dislocation en fonction de sa position dans le réseau cristallin	45
Figure 1.14.	Configuration schématique d'un réseau tridimensionnel de dislocations dans un cristal non déformé (réseau de Frank)	46

Figure 1.15.	Déclenchement de la déformation plastique par l'activation d'une source de Frank-Read	47
Figure 1.16.	Variation de la contrainte de résistance due à la tension de ligne au cours de la dilatation du segment actif dans le réseau de Frank	48
Figure 1.17.	Blocage d'un mobile par les dislocations qui traversent son plan de glissement	48
Figure 1.18.	Relation entre la contrainte de traction uniaxiale et la contrainte de cisaillement	50
Figure 1.19.	Limite d'élasticité d'un métal polycristallin en traction uniaxiale	52
Figure 1.20.	Empilement de dislocations sur un joint de grain dans un métal polycristallin sous une contrainte externe σ_a	52
Figure 2.1.	Configuration montage Bragg-Brentano θ - θ .	56
Figure 3.1.a	micrographie d'un échantillon brut	57
Figure 3.1.b	micrographie d'un échantillon déformé à 30%	58
Figure 3.1.c	micrographie d'un échantillon déformé à 45%	58
Figure 3.1.d	micrographie d'un échantillon déformé à 60%	59
Figure 3.2.a	micrographie d'un échantillon déformé à 15% suivi d'un recuit à 600°C	60
Figure 3.2.b	micrographie d'un échantillon déformé à 30% suivi d'un recuit à 600°C	60
Figure 3.2.c	micrographie d'un échantillon déformé à 45% suivi d'un recuit à 600°C	61
Figure 3.2.d	micrographie d'un échantillon déformé à 75% suivi d'un recuit à 600°C	61

Figure 3.3.a	micrographie d'un échantillon déformé à 15% et puis recuit à 700°C	62
Figure 3.3.b	micrographie d'un échantillon déformé à 30% suivi d'un recuit à 700°C	62
Figure 3.3.c	micrographie d'un échantillon déformé à 45% suivi d'un recuit à 700°C	63
Figure 3.3.d	micrographie d'un échantillon déformé à 75% et suivi d'un recuit à 700°C	63
Figure 3.4	Présentation des micrographies d'un échantillon traitées à 1000°C de 15 min de maintien suivi d'un refroidissement lent (à l'air).	64
Figure 3.5	Présentation des micrographies d'un échantillon traitées à 1000°C de 15 min de maintien suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau).	65
Figure 3.6	Présentation des micrographies d'un échantillon traitées à 900°C de 15 min de maintien suivi d'un refroidissement lent (à l'air).	66
Figure 3.7	Présentation de micrographie optique d'un échantillon traité à 900°C de 15min de maintien suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau)	67
Figure 3.8	Présentation des micrographies déformées à froid de a : 15%, b : 30%, c : 45% et d : 60% après un maintien de 15 min à 900°C suivi d'un refroidissement à l'eau.	68
Figure 3.9.	Déformation à froid de différents taux d'écroûssages.	70
Figure 3.10	Recuit à (400°C.500°C.600°C.700°C) pendant 1h après déformation à froid de différents taux d'écroûssages.	70
Figure 3.11	Déformation à froid après un maintien de 15 min à 1000°C suivi d'un refroidissement à l'eau.	71
Figure 3.12	Déformation à froid après un maintien de 15 min à 1000°C suivi d'un refroidissement à l'air.	71
Figure 3.13	Déformation à froid après un maintien de 15 min à 900°C suivi d'un refroidissement à l'eau.	71

Figure 3.14	Déformation à froid après un maintien de 15 min à 900°C suivi d'un refroidissement à l'air	71
Figure 3.15	diffractogramme d'un acier inox ferritique déformée à froid suivi d'un recuit à 600°C	72
Figure 3.16	diffractogramme d'un acier inox ferritique déformée à froid suivi d'un recuit à 700°C	72
Figure 3.17	Diffractogramme de l'acier Inoxydable Ferritique traité à 900 ° pendant 15 mn suivi d'un refroidissement rapide (à l'eau).	73
Tableau 2.1	Fragilisation sur un acier semi-ferritique (0,08 % C, 0,4 % Si et 16,9 % Cr).	25
Tableau 2.2	Fragilisation par précipitation de carbures ou de carbonitrides	30
Tableau 3.1	Principaux système de glissement	41

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1- Wang X, Ishii H, Sato K. Fatigue and microstructure of welded joints of metal sheets for automotive exhaust system. JSAE Review 2003;24(3):295-301.
- 2- Fujita N, Ohmura K, Yamamoto A. Changes of microstructures and high temperature properties during high temperature service of Niobium added ferritic stainless steels. Mat. Sci. Eng.: A 2003;351(1-2):272-281.
- 3- The Iron and Steel Institute of Japan, Ferrum 2006; 11(10):2-6. [In Japanese]
- 4- Haoquan W, Spear W.S, Polonis D.H. Influence of annealing and aging treatments on the embrittlement of Type 446 ferritic stainless steel. J. Mater.Eng. 1987; 9(1):51-61.
- 5- Akita M, Uematsu Y, Tokaji K, Fujisawa Y. Aging and fatigue behaviour at elevated temperatures in ferritic stainless steels with different Cr contents. J. Soc. of Mater. Sci., Jpn 2009;55:956-961. [in Japanese]
- 6- Kington A.V, Noble F.W. σ phase embrittlement of a type 310 stainless. Mat. Sci. Eng.: A 1991;138:259-266.
- 7- Silva C.C, Farias J.P, Miranda H.C, Guimarães R.F, Menezes J.W.A, Neto M.A.M. Microstructural characterization of the HAZ in AISI 444 ferritic stainless steel welds. Mater. Charact.. 2008;59:528-533.
- 8- Barralis J. et Mader G., Précis de Métallurgie, élaboration, structures- propriétés et normalisation.
- 9- Lacombe P. et Baroux B., Conséquence sur les traitements thermiques dans les aciers inoxydables, 1990.
- 10- Colombié M., "Aciers inoxydables", Techniques de l'Ingénieur, M320, 1991
- 11- Gunn R. N. Duplex stainless steels, 2000.

- 12-** Cunat P.J., Aciers inoxydables: Propriétés. Résistance à la corrosion, Techniques de l'ingénieur, M4541, Juin 2000.
- 13-** Cunat P.J., Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, Mars 2000.
- 14-** Lefèvre P., Poupard M., Primot L., Vendeville Y. et Vieu A., Choix et mise en oeuvre des aciers inoxydables dans les industries agro-alimentaires et connexes, principes généraux (Vol 1), Publications CETIM, 1996.
- 15-** Lacombe P., Baroux B. et Béranger G. Les aciers inoxydables, Editions Physique, 1990.
- 16-** Gypmel P. et Arlt N., Les aciers inoxydables, Editeur Tec et Doc, Paris, 1990.
- 17-** Roos A. et B. Millet. Précis de métallurgie appliquée. Technique et documentation-Lavoisier. 1982.physique.1990.
- 18-** Rabey A., Les aciers spéciaux, SEMAS Paris-ed, 1978.
- 19-** Konosu S. – Effect of reversion heat treatment on the mechanical properties of a 13 %Cr steel subjected to 475 °C embrittlement. Scripta Metallurgica et Materiala, vol. 26, p. 1 631-1 636 (1992).
- 20-** Herve(S) Traitements thermiques des aciers inoxydables, technique de l'ingénieur M1155-1 à M1155-21.
- 21-** Williams R.O. – Further studies of the ironchromium system. Trans. Metallurgical Society AIME 212, p. 497-502 (1958).
- 22-** Schortsleeve E.J. et Nickolson M.E. – Transformation in ferritic, chromium steels between 595 °C and 815 °C. Transactions of the American Society for Metals, 43, p. 142- 156 (1951).
- 23-** Semchysen M., Bond A.P. et Dundas H.J. – Effects of composition on ductility and toughness of ferritic stainless steel. Proceedings of Symposium on improved and toughness, Kyoto University, p. 239-253,

- 24-** Sassoulas H. – Guide de choix des traitements thermiques des aciers inoxydables. M 1 160, traité Matériaux métalliques (1997).
- 25-** Baroux B., Orlandi M.C. et Maitrepierre PH. – Sensitization of continuously
- 26-** PUGH (J.W.) et NISBET (J.D.). – Transactions of the American institute of Min. and Metallurgy. Pet. England 188, p. 273 (1950).
- 27-** BAIN (E.C.) et ABORN (R.H.). – Metals Handbook. A.S.M., p. 1 261 (1948).
- 28-** CHARLES (J.). – Duplex Stainless steels. 91, vol. 1, p. 3-48, Beaune France, 28-30 octobre 1991.
- 29-** Saada (G.). – L'état métallique. Déformation plastique. M 45. Rubrique Étude des métaux (1995).
- 30-** SAINT-ANTONIN (F.). – Essais de fluage M 140. Rubrique Étude des métaux (1995).
- 31-** THOMAS. B et SCHMITT. G, Durcissement des aciers. Mécanismes. Technique de l'ingénieur M 4340, page 2 à 20.
- 32-** Thomas (B.) dans Lacombe (P.), Baroux (B.) et Beranger (G.). – Les aciers inoxydables. Les Éditions de Physique, chap. 1.3, 1016 p. (1990).
- 33-** Guimarães A.A., Mei*P.R. Precipitation of carbides and sigma phase in AISI type 446 stainless steel under working conditions. Journal of Materials Processing Technology 155–156 (2004) 1681–1689
- 34-** Perdrix. C. « Comportement mécanique et évolution structurale de l'aluminium au cours de la déformation à chaud », Thèse de l'École des Mines de Paris, (1983).

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à rendre grâce à « **ALLAH** » tout puissant, de m'avoir donné la force nécessaire pour mener à bien ce travail.

Je tiens à témoigner toute ma gratitude et tout mon respect à mon promoteur monsieur HADJI-MOHAMED, **Professeur** à l'université de Blida, pour avoir accepté de m'encadrer tout au long de cette année, avec sa précieuse aide, ses encouragements et ses conseils.

Mes vifs remerciements et mes respects vont au monsieur le **Professeur** T. SAHRAOUI qui me fait l'honneur de présider le jury.

Je remercie également S. BERGHUEL **Professeur** à l'université de Blida pour avoir accepté d'examiner et juger ce travail.

Je remercie également M. TEMAR., **Maitre de Conférences** à l'université de Blida pour avoir accepté d'examiner et juger ce travail.

Mes remerciements vont aussi aux personnels du centre de recherche CSC CHERAGA « mohamed billal amine hakime brahime »

Mes remerciements vont aussi aux personnels du centre de recherche Nucléaire de BIRINE en particulier à monsieur REZOUG khelifa qui m'a aidé de faire des essais.

Mes remerciements vont aussi aux personnels de l'entreprise nationale de produits inox BCR de BOURDJ M'NAILE en particulier à monsieur Rahman.

Un merci particulier à ma famille en qui j'ai trouvé un soutien constant et pour leurs encouragements et merci à mon frère Rachid qui n'a cessé à me soutenir. Je remercie également toute personne ayant contribué de loin ou de près à la réalisation de ce modeste travail.

RESUME

L'objectif de ce travail est de proposer une démarche, afin d'analyser et de mieux comprendre, l'influence de la déformation plastique sur la microstructure, et les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable ferritique de type 430 « X8Cr17 ». L'étude expérimentale vise à caractériser le matériau après la déformation plastique avant et après traitement thermique.

Des traitements mécaniques et thermiques effectués pour des différentes plages de température et différents taux de déformations. Une fois les éprouvettes sont traitées, des échantillons préparés pour subir l'analyse métallographique, l'analyse par DRX et une mesure de micro dureté.

Les résultats montrent une évolution de la microstructure (les grains allongés avec le sens de laminage), une apparition d'une phase intermétallique s'appelle sigma à la plage de température de 900°C à 1000°C, Le comportement mécanique présent un durcissement, augmente avec l'augmentation du taux de la déformation plastique. Et un adoucissement important quand les échantillons déformé à froid recristallisé à 700°C.

Mots clés : acier inoxydable ferritique, phase intermétallique, sigma, déformation plastique, microstructure.

TABLE DES MATIERES

RESUME	
ABSTRACT	
ملخص	
REMERCIEMENTS	
DEDICACES	
TABLE DES MATIERES	
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX	
INTRODUCTION	12
CHAPITRE 1 : PARTIE BIBLIOGRAPHIE	14
1.1. généralités sur les aciers inoxydables	14
1.1.1. Introduction et historique	14
1.1.2. Influences des éléments d'alliage	15
1.1.2.1. Action du chrome, système Fe-Cr	15
1.1.2.2. Action du carbone, système Fe-Cr-C	17
1.1.2.3. Action du nickel, système Fe-Cr-Ni	17
1.1.3. Principaux constituants des aciers inoxydables	19
1.1.3.1. Matrice	19
1.1.3.2. Phases interstitielles	19
1.1.3.3. Phases intermétallique	20
1.1.4 Les familles d'aciers inoxydables	20
1.1.4.1 Les aciers martensitiques	20
1.1.4.2 Les aciers inoxydables ferritiques	21
1.1.4.3 Les aciers austénitiques	21
1.1.4.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)	22
1.2. traitement thermiques des aciers inoxydables	23
1.2.1. Introduction	23
1.2.2. Traitements thermiques appliqués aux différentes familles d'aciers inoxydables	24

1.2.2.1. Aciers inoxydables ferritiques	24
1.2.2.1.1 Risques de fragilisation des aciers inoxydables ferritiques	24
1.2.2.1.1.1 Fragilisation à 475 °C	25
1.2.2.1.1.2 Précipitation de phase σ	26
1.2.2.1.1.3 Précipitation des carbures, nitrures ou carbonitrures de chrome	27
1.2.2.1.1.4 Fragilisation par présence de martensite	30
1.2.2.1.2 Choix de la température pour le recuit des aciers inoxydables ferritiques	30
1.2.2.2. Aciers inoxydables austénitiques	31
1.2.2.2.1 Traitement d'hypertrempe	31
1.2.2.2.1.1 Considérations métallurgiques	32
1.2.2.2.1.2 Traitement anti-ferrite des nuances inoxydables austénitiques	34
1.2.2.2.2 Traitement thermomécanique des aciers inoxydables austénitiques	35
1.2.2.3. Aciers inoxydables austéno-ferritiques	35
1.2.2.3.1 Précautions liées à la présence de ferrite	35
1.2.2.3.1.1 Fragilisation	35
1.2.2.3.1.2 Précipitations intergranulaires	36
1.3 Notion générale de déformation plastique	37
1.3.1. Introduction	37
1.3.2. Limite d'élasticité et déplacement de dislocations	37
1.3.3. Propriétés des dislocations et déformation plastique	41
1.3.3.1 Configuration atomique d'une dislocation	41
1.3.3.2 Énergie élastique associée à une dislocation et tension de ligne	43
1.3.3.3 Plans de glissement des dislocations	44
1.3.4. Limite d'élasticité des métaux purs et non déformés	45
1.3.4.1 Configuration des dislocations dans un cristal non déformé	45
1.3.4.2 Contrainte critique de cisaillement	46
1.3.4.3 Anisotropie de la limite d'élasticité d'un monocristal en traction uniaxiale	50
1.3.4.4 Limite d'élasticité des métaux purs polycristallins	51
CHAPITRE 2 : MOYEN ET METHODES EXPERIMENTAUX	53

2.1. Le découpage	53
2.2. Traitement thermique et mécanique	54
2.3. L'enrobage :	54
2.4. Le polissage :	54
2.5. La micrographie :	55
2.6. La micro-dureté :	55
2.7. Diffraction des Rayons X :	55
CHAPITRE 3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS	57
3.1. Caractérisation métallographique	57
3.2. Caractérisation micromécanique :	69
3.3. Indentification par Diffraction des Rayons X	72
CONCLUSION GENERALE	74
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	75

ملخص

الهدف من هذا العمل هو اقتراح منهاج لتحليل وفهم أفض لتأثير التشوه البلاستيكي على الخصائص الميكانيكية للحديد الصلب المقاوم للصدأ من نوع "X8Cr17" 430. الدراسة التجريبية تهدف إلى تحديد خصائص المادة بعد التشوه البلاستيكي، قبل وبعد المعالجة الحرارية. المعالجات الميكانيكية والحرارية جرت في نطاقات مختلفة من درجات الحرارة ومعدلات مختلفة من نسبة التشوه البلاستيكي. عند الانتهاء من المعالجة الحرارية و الميكانيكية أخذت عينات معدة لتخضع الى تحليل ميتالوغرافي ، تحليل بطريقة إنكسار أشعت س (DRX) و قياس الصلابة المجهرية (microhardness). النتائج تظهر تطور البنية المجهرية (تشوه في الحلقات مع الاتجاه المتداول)، ظهور ترسبات من مرحلة جديدة تسمى سيغما (σ) في درجات الحرارة المحصورة من 900 درجة مئوية إلى 1000 درجة مئوية. الصلابة الميكانيكية لهذا الحديد تزداد مع الزيادة في نسبة التشوه البلاستيكي وتتنخفض بنسبة كبيرة جدا عندما يخضع هذا الحديد الى درجات حرارة تصل الى 700 درجة مئوية.

الكلمات المفتاحية: الفولاذ المقاوم للصدأ من الحديد، مرحلة السبانك، سيغما، التشويه البلاستيكي، البنية المجهرية.