

An International Publication of Engineering Science



AJOT

ALGERIAN JOURNAL OF TECHNOLOGY

**JOURNEES SCIENTIFIQUES EN SCIENCES
ET GENIE DES MATERIAUX**

JSSGM'05

Organisées par :

Le Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux (LSGM)



مخبر العلوم و هندسة المواد

ENP le 12-13 Juin 2005

Numéro Spécial

ISSN 1111-357X



ERRATUM

Page	Erreur	Correction
10	Influence effets de la précipitation des carbures de chrome et de la phase sigma sur le comportement mécanique de l'Acier inoxydable duplex 2205.	Effets de la précipitation des carbures de chrome et de la phase sigma sur le comportement mécanique de l'Acier inoxydable duplex 2205
10	Effet de préchauffe sur le soudage des aciers sur le soudage des aciers trempés et revenus de préchauffage sur le soudage des aciers trempés et revenus (A517-A553 (9% Ni)) ; Phénomène de sur adoucissement.	Effet de préchauffage sur le soudage des aciers trempés et revenus (A517-A553 (9% Ni)) ; Phénomène de sur adoucissement.
21	Figure 1	Axe des abscisses (temps)
23	Figure 7	$\Delta \rightarrow 0.5 s$
25	Figure 12	$\rightarrow 10000 s$
35	[3,4,10,35,53]	[3,4,6,7,10]
155	VI. caractérisation de l'état de RESILIENCE	VI. CARACTERISATION DE L'ETAT DE RESILIENCE
161	EFFET DE PRECHAUFFAGE SUR LE SOUDAGE DES ACIERS TREMPES ET ETREVENUS (A517-A553 (9% NI)) ; PHENOMENE DE SUR ADOUCISSEMENT.	EFFET DE PRECHAUFFAGE SUR LE SOUDAGE DES ACIERS TREMPES ET REVENUS (A517-A553 (9% NI)) ; PHENOMENE DE SUR ADOUCISSEMENT.
179	Fig. 4 (figure 4)	Fig. 1 (figure 1)
188	Figure 17	Figure 16

An International Publication of Engineering Science



AJOT

ALGERIAN JOURNAL OF TECHNOLOGY

JOURNEES SCIENTIFIQUES EN SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

ENP le 12-13 Juin 2005

Organisées par :

Le Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux (*LSGM*)



مخبر العلوم و هندسة المواد



Organisé par :

Laboratoires de Recherche et Institutions :
LSGM, STMS/LTDS, ENP Alger et l' ECLyon

Sponsors:

ANDRU, DERLAB, CSC, ADEP, FC& NC, NI, ENP

Président d'honneur :

Pr. G. NEZZAL, Directrice de l'ENP, Alger, Algérie

Président du Comité d'Organisation :

Pr. N. MESRATI, ENP Alger, Algérie

Co-Président du Comité d'Organisation :

Dr. M. L. DJEGHLAL, ENP Alger, Algérie

Président du Comité Scientifique :

Pr. E. SALHI, ENP Alger, Algérie

Membres du Comité Scientifique :

Pr. A. BALI, ENP Alger, Algérie
Pr. M. BOUABDALLAH, ENP Alger, Algérie
Pr. A. BOUBAKEUR, ENP Alger, Algérie
Pr. D. HERTZ, ECLyon, France
Pr. N. MESRATI, ENP Alger, Algérie
Pr. E. SALHI, ENP Alger, Algérie
Pr. D. TREHEUX, ECLyon, France
Pr. A. ZERGUERRAS, ENP Alger, Algérie
Dr. M. DAOUZLI, ECLyon, France
Dr. L. BENYOUSSEF, ENP Alger, Algérie
Dr. M. L. DJEGHLAL, ENP Alger, Algérie
Dr. F. HELLAL, ENP Alger, Algérie
Dr. S. LARBI, ENP Alger, Algérie
Dr. M. LARIBI, ENP Alger, Algérie

Membres du Comité d'Organisation :

Dr. C. LARBES, ENP Alger, Algérie
Dr. M. LARIBI, ENP Alger, Algérie
Dr. M. KEDDAM, USTHB Alger, Algérie
Mr. K. ABADLI, ENP Alger, Algérie
Mr. H. YOUSFI, ENP Alger, Algérie
Mr. B. MERIOULI, ENP Alger, Algérie
Mr. M. LEMDJED, ENP Alaer, Alaérie

Secrétariat :

Mr R. OURAHMOUNE, Mr L. HATTALI, M^{elle} K. LAZAZI, M^{elle} E. BEREKSI, Mr E. YAKOUB.

AVANT - PROPOS

Les Journées en Sciences et Génie des Matériaux (*JSSGM'05*) abritées à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger les 12 et 13 juin 2005 et organisées par le Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux (*LSGM*) du Département de Métallurgie et ce, en collaboration avec les Départements CLES et STMS du Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (*LTDS UMR 5513*) de l'Ecole Centrale de Lyon se veulent avant tout un espace d'échange entre les spécialistes dans le domaine des Matériaux qui apportent leur savoir faire et leur expérience.

L'objectif principal de cette manifestation c'est la présentation des activités du Laboratoire *LSGM*, les échanges directes entre spécialistes des deux pays et l'ouverture sur de nouveaux horizons de Collaboration Nationale et Internationale indispensables pour le développement de la recherche de notre Laboratoire.

Aussi, une attention particulière sera donnée à l'interaction entre les Chercheurs présents et le Secteur Industriel à travers les cadres des différents organismes invités à l'occasion, qui, pourront ainsi mieux se connaître, échanger leurs idées et donner un nouveau souffle à leurs activités.

La diversité des interventions et le nombre significatif de jeunes chercheurs qui trouvent dans ces journées un forum pour communiquer, s'exprimer et apprendre, seront sans aucun doute les pionniers futurs de la recherche en Algérie.

Le Comité d'Organisation et après évaluation par le Comité Scientifique a retenu 15 communications orales et 16 posters autour des thèmes principaux :

- * **Relation structures – Propriétés des Matériaux**
- * **Génie des Matériaux**
- * **Physique des Matériaux**
- * **Corrosion et protection des métaux**
- * **Caractérisation et applications**
- * **Gestion et Organisation des Entreprises**

Nous remercions tous les sponsors qui ont répondu favorablement à notre appel et dont la contribution a permis la réussite de ces journées.

Nos vifs remerciements s'adressent également aux Professeurs Daniel TREHEUX, Dominique HERTS du Département STMS du Laboratoire LTDS et Merwane DAOUZLI du Département CLES de l'Ecole Centrale de Lyon pour leur participation et dont la présence a donné plus d'importance aux *JSSGM'05*.

Nous remercions en définitive les collègues du Laboratoire *LSGM*, le personnel et la Direction de l'ENP pour leur soutien sans réserve dans l'organisation de cette Manifestation Scientifique.

Professeur Nadir MESRATI





المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



مخبر العلوم و هندسة المواد

PROGRAMME SCIENTIFIQUE DES JSSGM'05

1^{ère} Journée (12 juin 2005)

8h-9h

➔ Accueil des participants/Réception

9h-9h20

➔ Inauguration des Journées Scientifiques en Sciences et Génie des Matériaux

Madame la Directrice de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Professeur NEZZAL Ghania (ENP)

9h20-9h35

➔ Présentation du Département de Métallurgie

Chef du Département de Métallurgie.

Docteur DJEGHLAL Med. Lamine (LSGM-ENP)

9h35-10h

➔ Présentation des Activités du Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux

Directeur du Laboratoire (LSGM)

Professeur MESRATI Nadir (LSGM-ENP)

10h-10h20

➔ Session poster (*Pause café*)

Session 1 : Relations structures et propriétés des matériaux

Président de séance : Professeur A. ZERGUERRAS, Professeur E. SALHI (LSGM-ENP)

10h20-11h20

➔ Conférence plénière

Les alliages à mémoire de forme à base de Cu-Al-Ni, comportement au vieillissement

13

Professeur BOUABDELLAH Mabrouk (LSGM-ENP)

Communications Orales/Oral communications

11h20-11h40

Effet de la composition chimique et de la microstructure initiale sur la cinétique de dissolution de la cémentite d'un acier eutectoïde globulaire

21

F. HELLAL, D. KADDOUR, A. HAZOTTE

11h40-12h

Influence des conditions de soudage et de traitement à haute température sur la distribution de la ferrite delta dans les joints soudés en aciers inoxydables austénitiques (304L)

27

K. REHOUMA, T. BERGUIGA, M. BOUABDALLAH

12h-12h20

Corrélation microstructure-propriétés mécaniques dans les alliages métalliques
C. DERDER

12h20-12h40

Comportement de l'austénite mère aux traitements de vieillissement dans les alliages AMF à base de Cu-Al-Ni 35
H. CHENITI, N. ACHOUR, G. BAGUENANE, M. AKKOU, S. CHENTOUF,
M. BOUABDALLAH, et G. C. GACHON

12h45-14h

⇒ Repas

Session 2 : Génie des Matériaux

Présidents de séance : Professeur A. BALI, Docteur E. BENYOUSSEF

14h-15h

⇒ Conférence plénière

Corrélation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux non-conducteurs 41
Professeur TREHEUX Daniel (ECLyon)

Communications Orales/Oral communications

15h-15h20

On a determination of residual stresses and wear resistance of thermally sprayed molybdenum on a steel substrate. 51
M. LARIBI, A. B. VANNES, D. TREHEUX

15h20-15h40

Effet du potentiel nitrurant sur la cinétique de croissance des couches nitrurées : application d'un modèle de diffusion au cas du fer pur 57
M. KEDDAM, M. E. DJEGHLAL

15h40-16h

Elaboration, Frottement et usure de l'alliage d'aluminium Al 20%Ag 63
H. YOUSFI, N. MESRATI, D. TREHEUX

⇒ Session poster (*Pause café*)

16h20-16h40

Optimisation des paramètres de lixiviation par percolation du minerai d'uranium d'ABANKOR (AHAGGAR, ALGERIE) 69
F. BENAOUICHA, M. E. DJEGHLAL

16h40-17h

Traitements thermiques de l'acier 45Si7 par diode Laser 75
M. L. HATTALI, C. LANGLADE, N. MESRATI, A. B. VANNES, D. TREHEUX.

17h-17h20

Caractérisation de multimatériaux réalisés par projection thermique 83
S. FERROUKHI, A. KAIDI, K. NECIB, A. SADKI, N. MESRATI.

2^{ème} Journée (13 juin 2005)

Session 3 : Physicochimie des matériaux

Présidents de séance : Professeur D.TREHEUX, Dr. S. LARBI

8h30-9h30

➤ **Conférence plénière**

De l'observation à la compréhension : Approche des mécanismes d'usure 91
dans les réacteurs à eau sous pression
Professeur HERTZ Dominique (ECLyon)

Communications Orales/Oral communications

9h30-9h50

Etude comparative entre le comportement électrochimique du zinc Algérien et le 101
zinc prélevé d'une anode sacrificielle.
M. BOUNOUGHAZ, E. SALHI

9h50-10h10

Comportement de certains aciers inoxydables ferritiques aux hautes températures. 109
Y. MADI, E. SALHI, A. GALERIE

10h10-10h30

Comportement électrochimique, en milieu physiologique simulé, d'un dépôt PVD de 117
titane sur l'acier inoxydable austénitique Al Si 316L, laminé à froid.
F. ATMANI, F. HELLAL, F. DALARD

10h30-10h50

➤ **Session poster (Pause café)**

Session 4 : Systèmes de gestion et de production

Présidents de séance : Dr. A. OUABDSSALAM, Dr. N. ABOUN

10h50-11h30

➤ **Conférence plénière**

Sensibilisation et la formation des élèves-ingénieurs à l'entrepreneuriat 121
Professeur DAOUZLI Merwane (ECLyon)

Communications Orales/Oral communications

11h30-12h

Initiation à l'innovation à l' E.N.P
O. STIHI, M. BOUZIANE, A. BOUBAKEUR

12h

➤ **Clôture des Journées**

Remise de prix aux jeunes chercheurs.

Communications Par Affiche/ Poster Communications

Première journée : Dimanche 12 Juin 2005/ Sunday, June 12th, 2005

SESSION 1 : Relations structures et propriétés des matériaux

P.I.SI.	Influence des traitements thermiques sur la structure et la dureté de l'acier austénitique de type 304L, soudé par procédé TIG. K. Lazazi, N. Oubabas, Z. Sellidj, K. Abadli, K. Rahouma, M. Bouabdallah.	127
P.II.SI.	Intrinsic stacking faults observed by hrtem in Ni(γ)-Ni ₃ Ta(δ) eutectic alloy. K. Taïbi, Y.Si-kaddour, R. Bonnet.	137
P.III.SI.	Caractérisation ultrasonore d'un acier de construction de type E24 traité thermiquement S. Ouallam, Z. Cherrouf.	143
P.IV.SI.	Influence Effets de la précipitation des carbures de chrome et de la phase sigma sur le comportement mécanique de l'Acier inoxydable duplex 2205 K. Bettahar, R. Badji, B. Belkessa, H. Maza, M. Hadji, M. Bouabdallah, Y.Bellarousi.	149
P.V.SI.	Caractérisation des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires de type Cu-Al-Ni élaborés par Fusion. A. May, H. Ghenimi, A. Britah, K. Necib.	157
P.VI.SI.	Effet de préchauffe sur le soudage des aciers sur le soudage des aciers trempés et revenus de préchauffage sur le soudage des aciers trempés et revenus (A517- A553 (9% Ni)) ; Phénomène de sur-adoucissement. A. Hacini, M.e.Djeghlal, H.Benhaniche.	161
P.VII.SI.	Etude expérimentale de l'influence de l'écroissage sur la précipitation dans l'alliage AL-20Ag (en masse). S. Touati, H. Yousfi, A. Raho, M. Kadi-Hanifi.	173

SESSION 2 : Génie des Matériaux

P.I.SII.	Conception et réalisation d'un broyeur, influence de la taille initiale des copeaux sur la poudre obtenue. R. Ourahmoune, A. Kasser.	177
P.II.SII.	Comportement en frottement-usure des revêtements a base du Molybdène. A. Razali, N.Mesrati, D.Treheux.	183

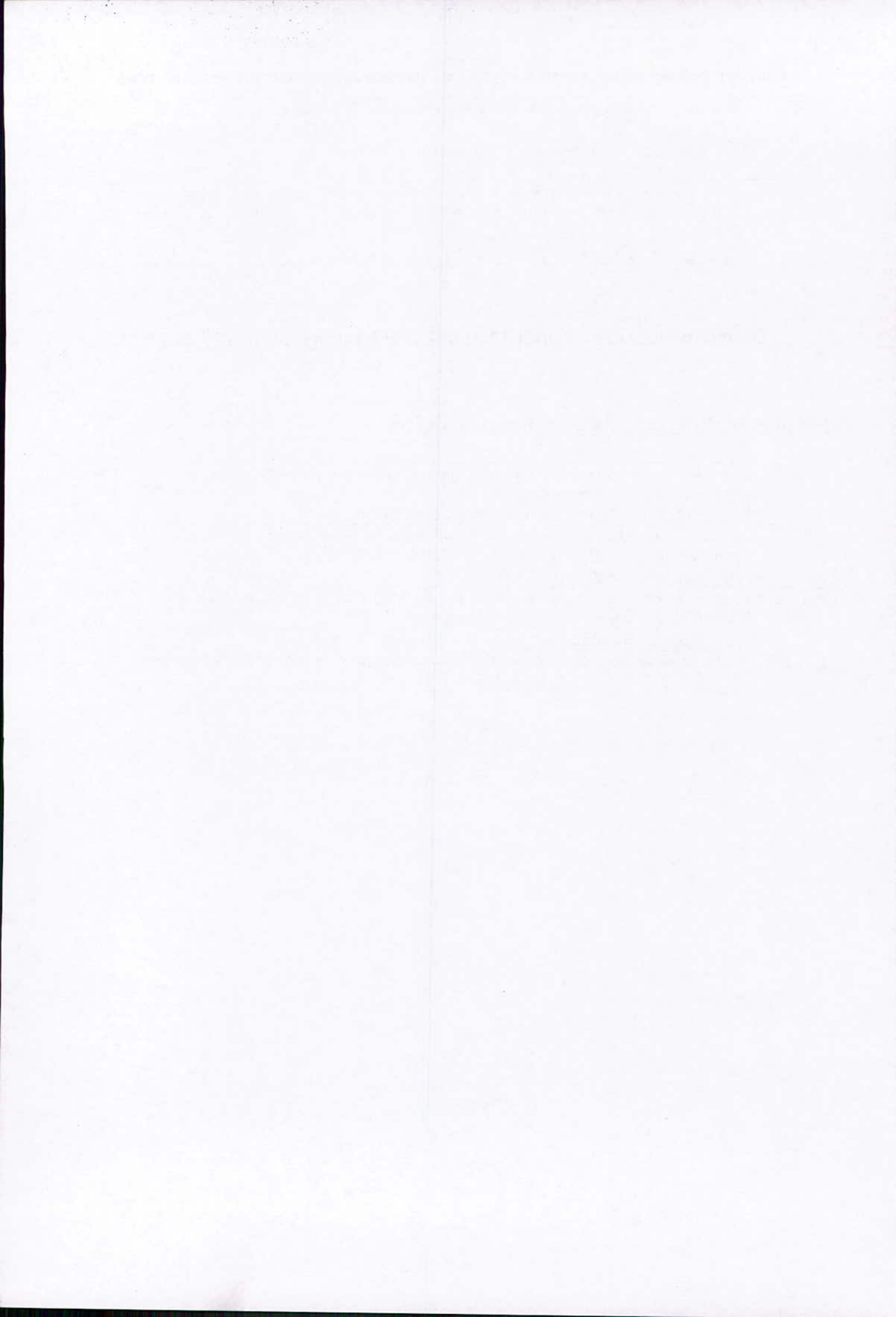
Journées Scientifiques en Sciences et Génie des Matériaux, ENP le 12-13 Juin 2005

P.III.SII.	Elaboration et caractérisation des dépôts chimiques de nickel sur l'acier ordinaire A33. K. Chouchane, M. A. Belouchrani, A. Britah, A. Merati.	189
P.IV. SII.	Etude de la fissuration des aciers à haute stabilité d'usure dans les conditions de la fissuration des aciers à haute stabilité d'usure dans les conditions de charge dynamiques. D. Dahmoun, H. Dilmi.	195

Deuxième journée : Lundi 13 Juin 2005/ Monday, June 13th, 2005

SESSION 3 : Physicochimie des matériaux

P.I.SIII.	Amélioration de la tenue à la plasticité – corrosion des alliages d'aluminium par optimisation des traitements. B. Chouache, A. Belattar, M.A. Belouchrani, A. Britah.	199
P.II.SIII.	Formation de l'alumine métastable durant l'oxydation de l'alliage Fe-Cr-Al et son élimination par un dépôt de dioxyde de Titane. R. Chegroune, E. Salhi, A. Galerie.	205
P.III.SIII.	Influence de H ₂ S sur la corrosion des aciers ordinaires et inoxydables et son impact dans l'industrie des hydrocarbures. K. Madani, A. Hannani.	211
P.IV.SIII.	Caractérisation des techniques de protection cathodique dans Les ouvrages enterrés. K. Niboucha, H. Houali, S. Brick-Chaouch, M. Zergoug.	217



ELABORATION PAR FRITTAGE DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME A BASE DE Cu-Al-Ni

Pr M. BOUABDALLAH

Laboratoire de Science et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie,
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE ALGER.
10, Avenue Hassen Badi BP N° 83 el Harrach Alger Algerie

RESUME

Dans la présente étude nous montrons qu'un matériau à mémoire de forme préparé par métallurgie des poudres, présente une structure granulaire nettement inférieure à celle d'un même matériau élaboré par fusion classique, tout en ayant sensiblement les mêmes propriétés thermoélastiques. D'autre part, la tendance au grossissement des grains dans le matériau fritté est également moins prononcée. Le produit fritté comporte des porosités dont l'origine est due à la formation au cours du chauffage, d'une phase liquide (phase eutectique Al - Cu). Une addition de poudre de nickel dans le mélange initial, associée à une vitesse de chauffage plus rapide, atténue sensiblement le taux de porosités et améliore la densification et l'homogénéisation de ces matériaux. Les alliages élaborés par la technique du frittage subissent, lors d'un réchauffage de la structure de trempe, diverses transformations conduisant à la décomposition de l'austénite mère en donnant les phases d'équilibre. le processus de formation des phases d'équilibre dépend à la fois de la température maximale atteinte et de la durée de maintien à cette température.

I. INTRODUCTION

Les alliages à base de cuivre et d'aluminium et notamment les alliages à mémoire de forme sont réputés difficile à réaliser par métallurgie des poudres [1,2]. Cette technique est recherchée surtout pour affiner la taille des grains. Si les problèmes physico - chimiques (effet Kirkendall, présence de phase liquide ...) se manifestant lors du frittage sont contrôlés, cette technique pourrait économiquement, remplacer les techniques classiques basées sur la fusion.

Parmi les avantages d'un procédé d'élaboration par frittage on peut citer la facilité d'ajuster la composition de l'alliage, et l'obtention de meilleures caractéristiques mécaniques.

L'objet de cette étude est de proposer des conditions optimales afin de d'obtenir un produit fritté ayant des caractéristiques de mémoire de forme similaires à ceux

observées dans le cas d'un alliage massif. Les différentes compositions élaborées permettent d'explorer un domaine assez large en aluminium et en nickel.

Les alliages AMF à base de Cu - Al - Ni, comparés aux autres types d'alliages AMF, présentent un domaine de température de transformation assez large et dont la température maximale peut atteindre 200 °C. Les meilleures caractéristiques thermoélastiques sont obtenues lorsque la teneur en Al et en Ni est ajustée de sorte que la composition finale soit aussi proche que possible du point eutectoïde [1,2,3,4]. Une telle composition conduirait à la formation d'une structure monophasée β à haute température, ce qui restreint quelque peu le choix de la composition. Ceci en raison du fait que d'après le diagramme d'équilibre, une telle composition éviterait la formation de phase γ_2 (composition hypereutectoïde) et de phase NiAl (composition hypoeutectoïde) [5]. Généralement, le choix de la teneur en Al est conditionné par la température du point M_s recherchée, par contre, le Ni sert à ajuster la composition de sorte qu'elle soit proche de celle de l'eutectoïde

II. METHODE EXPERIMENTALE

Les poudres sont pesées avec une précision de 0,2 mg puis mélangées pendant 2h dans un appareil Turbula. Avant d'être frittés, les mélanges sont d'abord compactés dans une matrice flottante donnant des échantillons parallélépipédiques de $5 \times 5 \times 20 \text{ mm}^3$.

Le compact ainsi obtenu doit être, non seulement assez rigide pour être manipulé, mais aussi suffisamment dense pour que le contact entre les divers grains de poudre soit bien établi. A cet effet, une série de tests préliminaires ont été effectués pour déterminer la pression de compaction optimale. Dans le cas présent, une pression $P_c = 700 \text{ MPa}$ qui conduit à une densité du compacté $d_c \approx 6.4$ a été retenue.

Le frittage a été réalisé dans le four d'un dilatomètre à capteur Adamel type DC, afin de suivre les évolutions dimensionnelles de l'éprouvette pendant le traitement thermique. De plus, il est possible de contrôler l'atmosphère de l'enceinte du four soit en réalisant le traitement sous vide primaire, ou sous gaz protecteur de balayage.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1 influence de l'addition de nickel sur le comportement au frittage

En observant les courbes dilatométriques enregistrées au cours du chauffage (Fig. 1) à la vitesse de 5 °C/mn sous une atmosphère réductrice d'hydrogène, d'agglomérés mis en forme à partir d'un mélange binaire Cu - 13 % Al, ou d'un mélange ternaire Cu - 13 % Al - 4 %Ni (fig. 2), on constate que leurs comportements sont assez similaires.

Au frittage, le mélange binaire, comparé à au cuivre pur, présente plusieurs inconvénients majeurs:

- On observe d'abord un fort gonflement (d'environ 2.5 %) qui intervient entre 400 et 620°C, avec un ralentissement transitoire à 540 °C (point E).
- Un second gonflement de faible amplitude est observé approximativement à 670 °C (point F).
- La densification est très limitée, même à température élevée ($\theta > 960^\circ\text{C}$).
- L'homogénéisation est très insuffisante puisque, après retour à la température ambiante, on observe encore des îlots de cuivre non dissous.

Le premier stade du frittage (θ comprise entre 200 et 400 °C) correspond à l'édification des ponts de raccordement entre les particules de poudre. Le processus s'opère grâce aux différentes énergies "motrices" à savoir:

- l'énergie de surface,
- l'énergie des défauts structuraux,
- l'énergie des contraintes.

Le gonflement qui se manifeste entre 400 et 620 °C correspond à la formation d'une phase liquide, en l'occurrence l'eutectique binaire Al - Cu. Parmi les phénomènes qui peuvent intervenir au cours du frittage en phase liquide et en contrôler le développement, nous pouvons citer :

- le phénomène de *mouillage*,
- le remplissage des pores par la phase liquide,
- la diffusion dans la phase liquide.

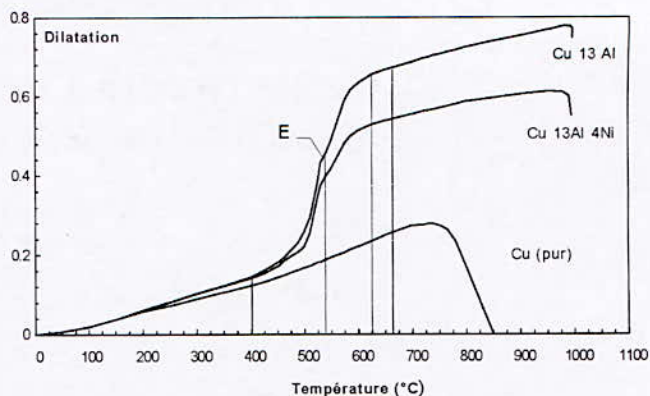


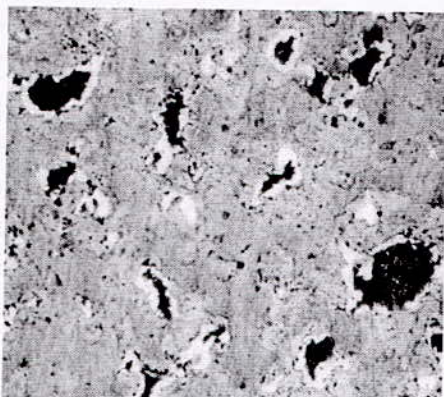
Fig.2. Courbes dilatométriques de frittage sous atmosphère d'hydrogène de la poudre de cuivre pur, d'un mélange binaire Cu - 13Al, et d'un mélange ternaire Cu-13Al-4Ni.

Sachant qu'après dissolution d'une partie de la phase solide (en particulier au voisinage des surfaces convexes), le phénomène de frittage est en général nettement accéléré.

Ceci en raison du fait que la diffusion en phase liquide est plus facile qu'en phase solide. Cependant, le phénomène de réarrangement des particules de poudres dépend étroitement des valeurs des tensions interfaciales γ_{LS} , γ_{SG} , et γ_{LG} . Rappelons que la notion de mouillage est directement liée au bilan des forces interfaciales (un bon mouillage correspond à une tension interfaciale solide-gaz plus importante que les autres). Dans le cas présent, le mouillage joue donc le rôle prépondérant, puisque au lieu d'un phénomène de *tassement* et de réarrangement des particules de poudre solide prévue par la théorie de KINGERY [3], on observe au contraire, un gonflement important. En effet, le mouillage insuffisant associé à la pression hydrostatique des gaz contenus dans les pores, conduit à un éloignement des particules de poudre.

On constate également que la phase eutectique, après refroidissement, forme une coquille autour des grains de poudre de cuivre (Fig. 3). Le volume des pores se trouve ainsi augmenté.

Ce phénomène réduit les surfaces de contact au niveau du front de diffusion conduisant à une interdiffusion plus lente.



x 200

Fig. 3. structure obtenue au terme d'un frittage limité (\square max = 520 °C) d'un mélange de poudre Cu - 13Al. Les îlots de cuivre sont entourés de phase α puis apparaît une auréole de phase eutectique, et enfin, les grains d'Al non encore dissous.

Bien que le mélange ternaire présente les mêmes phénomènes que ceux observés dans le cas du mélange binaire, on remarque cependant, que ces les inconvénients sus cités sont sensiblement atténués. En effet, l'addition de poudre de nickel dans le mélange pulvérulent de cuivre et d'aluminium modifie les processus mis en jeu lors du frittage et agit essentiellement sur les phénomènes de gonflement, de la diffusion et de la densification:

- En atténuant l'effet Kirkendall durant le chauffage au dessous de 500 °C, et en modifiant les propriétés du liquide eutectique lors de sa formation vers 550 °C, l'amplitude du gonflement est sensiblement réduite (environ 1/3).
- En accentuant le processus de diffusion de l'aluminium, particulièrement durant le premier gonflement lors de la formation du liquide eutectique, le temps nécessaire pour obtenir un produit homogène est nettement plus court que dans le cas du mélange binaire Cu-Al.
- La densification commence plus tôt que dans le cas du mélange binaire, mais reste toujours incomplète, car la porosité n'a pu être totalement éliminée, même après traitement à une température relativement élevée (1000 °C).

III.2 influence d'une vitesse rapide de chauffage

En opérant à une vitesse de chauffage plus rapide (dans le domaine de température compris entre 25 et 600 °C), le début du gonflement est repoussé jusqu'à une température plus élevée (520°C) et il se poursuit très rapidement (Fig. 4).

Immédiatement après, un retrait presque aussi rapide est enregistré mais dont l'amplitude est toujours inférieure à celle du gonflement antérieur (0,5 % contre 1,1 %).

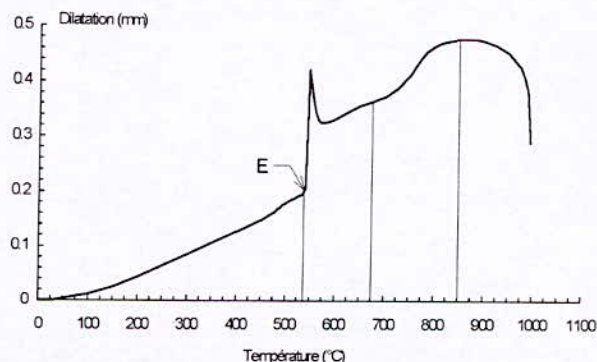


Fig. 4. Courbe dilatométrique enregistrée lors du chauffage d'un mélange ternaire Cu-Al-Ni avec une vitesse de chauffage de 10 °C/mn jusqu'à 650°C, et ensuite graduellement moindre.

Une vitesse rapide de chauffage réduit le temps de diffusion et par conséquent la quantité d'eutectique formé au moment de la fusion est aussi réduite, de sorte qu'une fraction importante d'aluminium atteint la température de 660°C; température à laquelle débute un nouveau gonflement (secondaire) dû probablement au passage à l'état liquide de l'aluminium non dissout.

La diminution de la fraction de phase eutectique, entraîne une augmentation de phase solide d'Al, d'où l'ampleur du gonflement secondaire. Cependant, le retrait qui se manifeste à 850 °C environ est nettement plus important que dans le cas d'un chauffage plus lent. La cinétique de ce retrait est traduite dans la fig. 5. On remarque que le retrait commence durant le chauffage et se poursuit durant la phase isotherme. La cinétique de ce retrait est d'abord rapide, puis diminue progressivement au cours du temps, sans toutefois s'annulée.

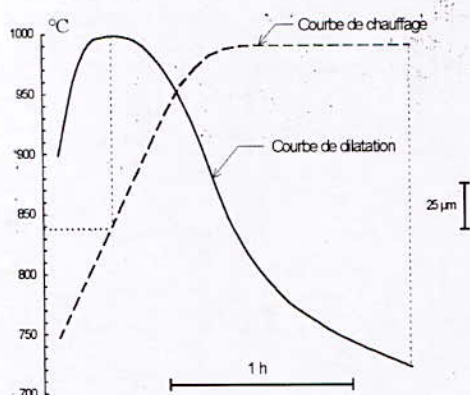


Fig. 5. Superposition des courbes de variation de la température et de variation de la dilatation en fonction du temps durant la phase du retrait.

Le retrait observé n'est qu'une conséquence de l'élimination des pores résiduels. Le volume d'un pore diminue en fonction du nombre de lacunes qui s'en échappent au cours du temps. Les mécanismes les plus probables d'élimination des lacunes sont la diffusion en volume et la diffusion intergranulaire. Quel que soit le mécanisme de transfert des lacunes, ces dernières sont finalement absorbées par les joints de grains qui jouent le rôle de puits « sinks »; les lacunes migrent vers les joints de grains par lesquels elles sont absorbées [3-7]. D'autres hypothèses moins probables peuvent être considérées, en particulier l'absorption des lacunes sur les crans « jogs » des dislocations.

De ces considérations, on déduit qu'une vitesse de chauffage encore plus rapide pourrait éventuellement supprimer la formation d'eutectique responsable du premier gonflement. Par contre, on doit enregistrer un autre gonflement plus ou moins important (en relation avec la quantité de liquide formée) lorsque la température de fusion de l'Al est atteinte.

Lorsque la densification est insuffisante au terme du traitement du frittage, on peut procéder à une densification complémentaire par forgeage. Le filage à chaud donnerait de meilleurs résultats qu'un forgeage (déformation unidirectionnelle). On pourrait éventuellement améliorer la densification en procédant par chauffage extrusion.

La taille des grains dans le matériau préparé par frittage est nettement inférieure à celle du matériau massif; d'autre part, la tendance au grossissement des grains y est aussi moins prononcée.

Nous avons également remarqué que la structure de trempe présente un comportement thermoélastique semblable à celui obtenu à partir d'un matériau massif.

Plusieurs nuances d'alliages AMF (Cu-Al-Ni) ont été ainsi réalisées. Dans le présent travail nous présentons les alliages de compositions eutectoïdes ou les teneurs en Al et en Ni varient simultanément (tableau 1).

Tableau 1. Les différentes compositions d'alliages AMF eutectoïdes élaborés par métallurgie des poudres.

	Composition des alliages (% masse)				
	A1	A2	A3	A4	A5
Cu	86,69	85,66	84,63	83,66	82,40
Al	12,13	12,42	12,70	13,00	13,30
Ni	1,18	1,92	2,67	3,40	4,30

Les échantillons élaborés sont traités pour homogénéisation à 950°C pendant 1h suivie d'une trempe à l'eau. Les échantillons prélevés pour un traitement de réchauffage lent sont revenus à 220°C. Le traitement est effectué dans l'appareil de DSC depuis la température ambiante jusqu'à 640°C (température du domaine monophasé β).

III.3 Séquences de transformation

Les différentes évolutions (notées respectivement A, B, C, D et E) enregistrées au cours du traitement de chauffage lent (2 °C/mn) sont présentées dans la Fig. 6. On observe un premier pic (évolution A) relatif à la transformation de la martensite au chauffage, suivi d'une évolution exothermique très étalée (B) qui se développe dans un intervalle de température compris entre 220 et 350 °C environ. Cette évolution est responsable des phénomènes de vieillissement dans ce type d'alliage. L'évolution suivante (C), correspond à la redissolution partielle de précipités cohérents avec la matrice. Toutefois, en portant l'échantillon à des températures supérieures, on observe une décomposition rapide de la phase β_1 (évolution D) redonnant ainsi les constituants d'équilibre ($\alpha + \gamma_2$). En poursuivant le chauffage, le mélange obtenu se redissout (E) pour donner la phase β stable à haute température [17-18]. D'après Singh et al [14], la phase γ_2 encore stable au dessus de 620 °C, se décompose en phase β du cuivre et NiAl.

De manière générale, les différentes évolutions décrites précédemment sont toutes présentes dans les alliages étudiés. Toutefois, la position du pic relatif à l'évolution A (transformation martensitique inverse) dépend de la composition; dans la courbe de l'alliage A4 le sommet du pic est centré sur la température de 179°C, le même pic est centré sur la température de 243 °C dans le cas de l'alliage A5. Pour les teneurs en Al et en Ni plus basses (alliages A1, A2 et A3), le pic relatif à la transformation inverse de la martensite se confond avec l'évolution C. La position du pic relatif à l'évolution A (transformation martensitique inverse)

varie beaucoup avec la composition; dans la courbe de l'alliage A5 le sommet du pic est centré sur la température de 179°C, le même pic est centré sur la température de 243 °C dans le cas de l'alliage A4.

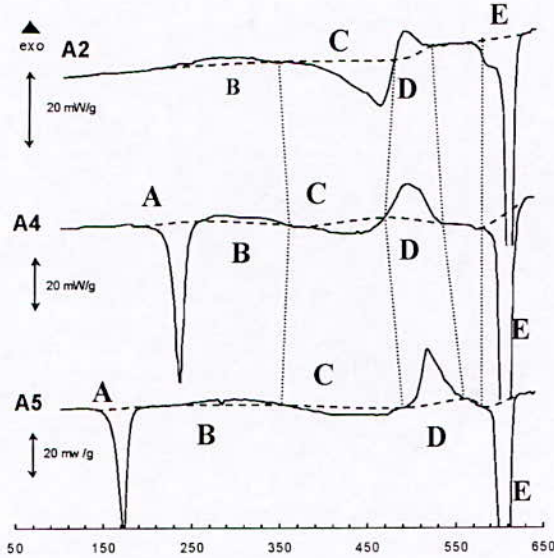


Fig. 6. Diagrammes DSC représentant les différentes séquences de transformation au cours du réchauffage à 5 °C/mn de la structure trempée de différents alliages de compositions eutectoïdes [18].

Pour les teneurs en Al et en Ni plus basses (alliages A1, A2 et A3), le pic relatif à la transformation inverse de la martensite se confond avec l'évolution C. Par contre, les autres évolutions structurales (évolutions B, C, D et E) sont sensiblement similaires pour tous les alliages. Il y a lieu de remarquer que l'évolution B, bien que peu énergétique, apparaît toujours que se soit lorsque l'alliage se trouve dans l'état martensitique (cas des alliages A1 A2 et A3), ou lorsque l'alliage se trouve à l'état austénitique (phase β_1) comme c'est le cas des alliages A4 et A5.

III.4 Séquences de transformation dans les Alliages à teneur en aluminium variable

une série d'alliages à teneur en Al variable dans un intervalle de composition voisin de la composition eutectide sont élaborés afin de caractériser l'effet de l'Al sur la transformation thermoélastique (Tableau 2).

Tableau 2. Différentes compositions d'alliage AMF élaborés par métallurgie frittage: en gras, alliage eutectoïde.

	Composition des Alliages (% mass.)				
	B1	B2	A5	B4	B5
Cu	83,2	82,9	82,4	81,7	81,2
Al	12,5	12,8	13,3	14,0	14,5
Ni	4,3	4,3	4,3	4,3	4,3

Au premier chauffage au - dessus de Af, les points de transformation martensite - phase mère augmentent lorsque la teneur en Al décroît. En effet, on constate (fig. 7) qu'une variation de 1.2% d'aluminium déplace le point As de plus de 150 °C au chauffage et déplace le point Ms d'environ 130 °C au refroidissement.

L'hystérésis mesurée entre la transformation martensitique directe et la transformation inverse évolue aussi. Dans ce cas, la plus faible hystérésis (15 °C) est enregistrée lorsque la teneur en Al est fixée à 13.3 %. Une teneur en Al plus faible ou plus élevée élargit l'hystérésis qui passe à environ 50 °C pour un alliage contenant 12.8 % Al. Notons que pour cette dernière composition, la transformation au chauffage s'effectue par saccades "burst". De ce fait, que se soit au chauffage ou au refroidissement, elle se caractérise par un pic très étalé en température.

Le comportement de la structure trempée lors d'un chauffage lent (5 °C/mn) jusqu'à la température de 640°C est assez similaire à celui des alliages eutectoïde. Cependant, lorsque le point Ms est au dessous de l'ambiante (alliage B5), l'alliage subit un vieillissement en phase mère à la température ambiante. Mais au cours du chauffage, on enregistre toujours un phénomène exothermique entre 210 et 315 °C (évolution B) semblable à celle observée dans les autres alliages. Sur le diagramme de la figure 8 nous présentons la variation de l'ensemble des évolutions mis en évidence par DSC en fonction de la teneur en Al.

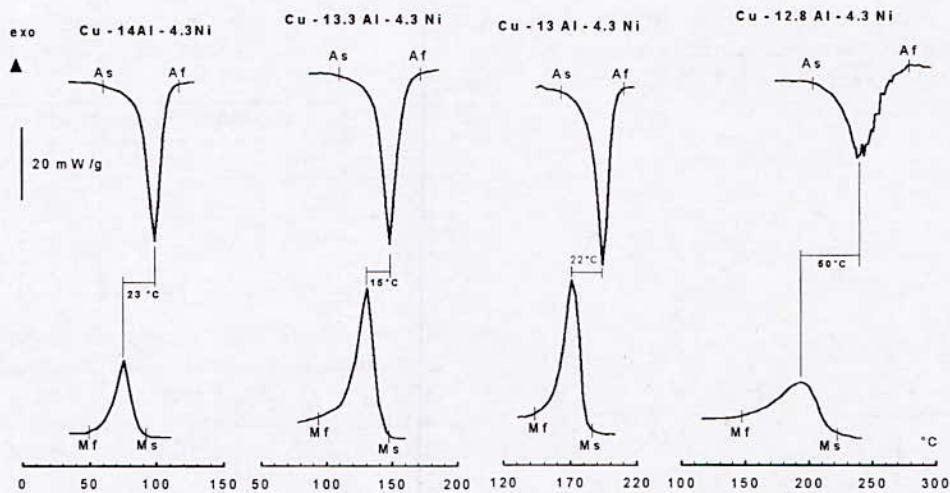


Fig. 7. Diagrammes DSC représentant l'évolution des caractéristiques de la transformation martensitique et ceux de la transformation inverse dans des alliages AMF à différentes teneurs en Al [12].

On montre clairement que lorsque la teneur en Al est inférieure à 13 %, la transformation de la martensite au chauffage chevauche avec l'évolution B et même avec l'évolution C. Ce qui montre bien que les transformations se manifestant aux températures inférieures à 400 °C ne sont pas complètes lorsque le chauffage n'est pas interrompu par un traitement isotherme. Mieux encore, l'évolution B semble débiter à des températures plus basses lorsque la teneur en Al décroît (200 °C pour une teneur en Al de 12.5 % contre 220 °C quand cette teneur est supérieure à 13.3 %) [23].

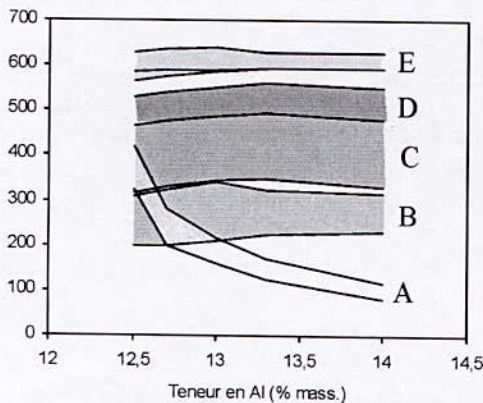


Fig. 8. Diagramme des séquences de transformation en fonction de la teneur en Al, durant un chauffage lent (5°C/mn) d'alliages AMF trempés [16].

IV. CONCLUSIONS

La réalisation d'un produit massif en utilisant le procédé du frittage des mélanges de poudres de cuivre, de nickel et d'aluminium est relativement difficile. Au cours de nos travaux, nous pouvons conclure ce qui suit:

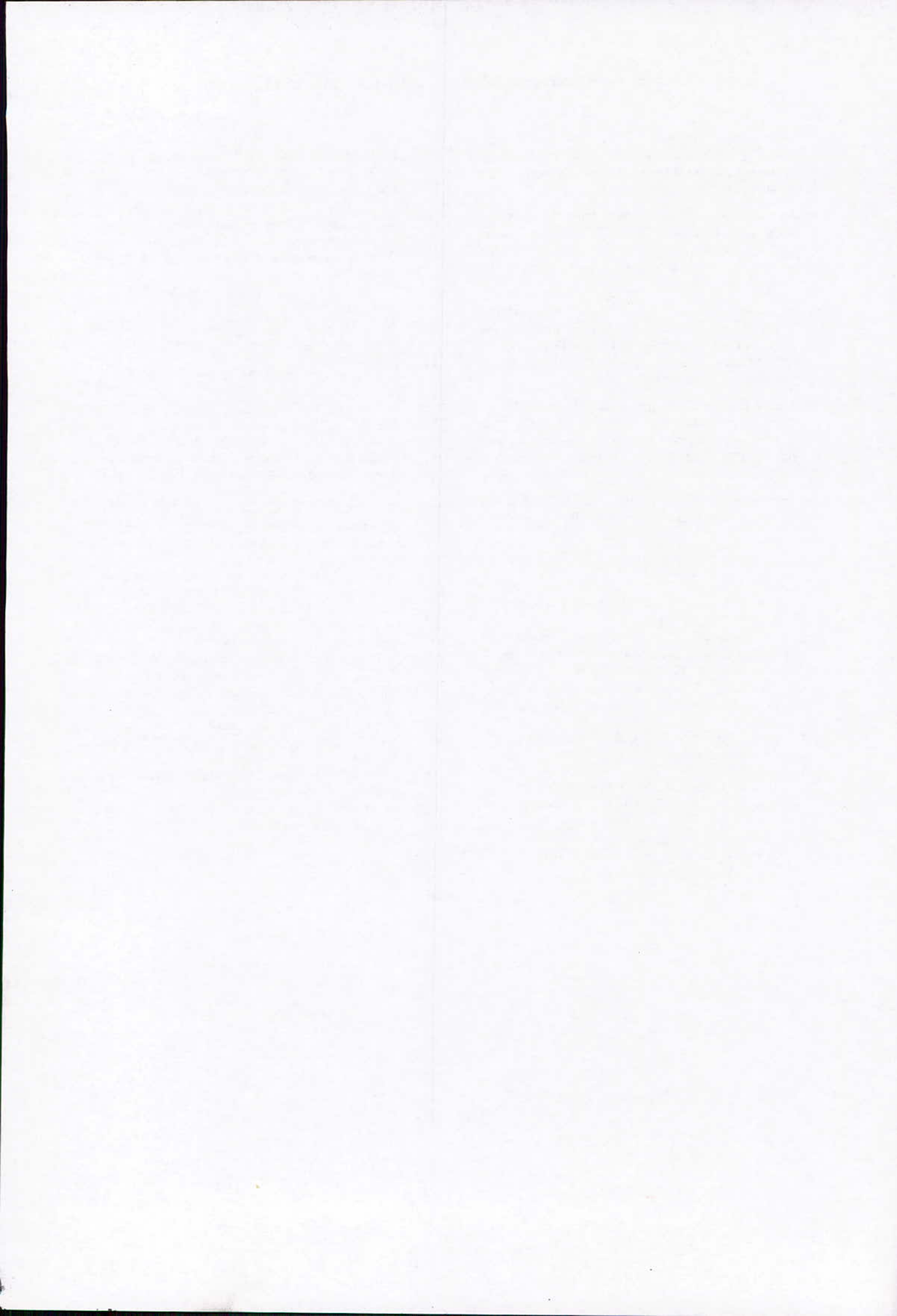
- L'addition de poudre de nickel dans un mélange binaire Cu-Al améliore sensiblement la diffusion des atomes d'aluminium lors du frittage et diminue le phénomène de gonflement.
- Une vitesse de chauffage élevée entraîne une diminution de la fraction volumique du liquide eutectique et conduit à une meilleure densification du produit fritté.
- Du fait de l'affinité de l'aluminium pour l'oxygène, le frittage des poudres Cu-Al-Ni doit être réalisé dans une atmosphère neutre (exempte d'oxygène) ou mieux une atmosphère réductrice (atmosphère d'hydrogène).
- Une densification mécanique supplémentaire est nécessaire pour supprimer la porosité résiduelle.

Les alliages élaborés par la technique du frittage ont été réalisés dans le but de déterminer l'influence de la composition sur les caractéristiques générales des alliages AMF à base de Cu-Al-Ni. A l'issue des divers résultats obtenus en analysant les séquences de transformation se manifestant au sein d'une matrice préalablement trempée et revenue, les conclusions peuvent se résumer comme suit :

- Les cinq évolutions structurales observées durant le chauffage lent sont présents dans l'ensemble des alliages élaborés.
- La transformation de la martensite au chauffage (évolution A) est très sensible à la teneur en Al dans l'alliage. De plus, elle devient plus étalée et présente un caractère de saccades lorsque la teneur en Al est inférieure à 13 %.
- Bien que peu énergétique, l'évolution B apparaît toujours, que se soit au sein de la phase martensitique ou au sein de la phase mère β_1 . Lorsque la teneur en Al est inférieure à 13 %, l'évolution B débute à des températures légèrement plus basses.
- Dans le cas des alliages hypoeutectoïdes et les alliages aux faibles teneurs en Al (<13%), l'évolution E conduisant à la formation de la phase β se produit en deux étapes successives ; la première étant très faiblement énergétique.
- Les domaine d'apparition des évolutions C,D et E, sont peut sensibles à la composition de l'alliage.

V. REFERENCES

- [1] Duerig, J. Aldrecht and G.H. Gessinger, *Journal Of Metals*, 1982, pp. 14-20
- [2] M. Bouabdallah et G. Cizeron: Influence de l'addition nickel sur le comportement au frittage et les évolutions structurales d'alliages AMF type Cu-Al-Ni, SFMM, Paris, 1992, pp.32-1 - 32-6.
- [3] W. D. Kingery: *J of Appl. Physics*, 1959, pp. 30-33-10.
- [4] A. L. Pranatis et L. Seigle: *Powd. Met. Ed. W. Leszynski*, 1961, pp. 53-71.
- [5] J. E. Burke: *J. Am. Ceram. Soc.* Vol. 40, 1957, p. 80.
- [6] R. L. Coble et J. E. Burke: *Proc. IV Int. Symp. on reactivity of solids*, Ed. J. H. de Boer Elsevier Pub. 1961, p. 38.
- [7] G.Cizeron et P.Lacombe: *Rev. Met.* 11 1956, 53
- [8] J. Ye, M.Tokonami, and K. Otsuka, *Metal. Trans. A*, Vol.21A, 1990,pp.2669-2678.
- [9] K. Mukunthan and L.C. Brown: *Metal. Trans.* 1988, Vol. 19A, P. 2921-2929.
- [10] J.W. Kim, D.W. Roh, E.S. Lee, and Y.G. Kim: *Metal. Trans. A*, 1990, Vol.21A, pp.741-744.
- [11] K. Sugimoto, K. Kamei, H. Matsumoto, S. Komatsu, K. Akamatsu and T. Sugimoto: *Journal de Physique*, Colloque C4, supplément au n° 12, T 43, 1982, pp. C4-761-766.
- [12] M. Bouabdallah et G. Cizeron : *Eur. Phys. J. AP 1.*, 1998, pp. 163-172.
- [13] W.H. Zou, H. Y. Peng, R. Wang, J. Gui and D. Z. Hang: *Acta. Metall. Mater.*, vol. 43, No 8, 1995, pp. 3009-3016.
- [14] J. Singh, H. Chen, and C.M. Wayman: *Metal. Trans. A* vol. 17 A, 1986, pp. 66-72.
- [15] N. Zarubora, A. Gemperle, V. NOVAK : *Mat. Sci. Eng. A222*, 1997, pp. 166-172.
- [16] M. Bouabdallah, G.Cizeron : Quelques aspects sur l'élaboration par frittage des alliages à mémoire de forme à base de Cu-Al-Ni , *Journal de physique. IV.* , vol. 113 , 2004, pp. 57 - 60
- [17] M. Bouabdallah , G. Cizeron : Evolution of the martensitic transformation by ageing in a Cu-Al-Ni shape memory alloy, *Annales de chimie*, vol. 28 , 2003 , no 5 , pp. 31 - 39
- [18] M. Bouabdallah et G. Cizeron : Caractérisation par DSC des séquences de transformation au cours d'un chauffage lent des alliages AMF à base de Cu - Al - Ni : *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 68 (3), 2002, pp. 951-956.
- [19] V. Pelosin and A. Rivière : *Philosophical Magazine*, A, Vol. 79, 1999, N° 7, pp. 1643-1654.
- [20] Duerig, J. Aldrecht and G.H. Gessinger, *Journal Of Metals*, 1982, pp. 14-20
- [21] R. D. Jean, T. Y. WU and S. S LEU: *Scripta Metallurgica et Materialia* Vol. 25, 1991, pp. 883-888
- [22] J. Singh, H. Chen, and C.M. Wayman: *Scripta. Met.*, Vol. 19, 1985, p.887.
- [23] M. Bouabdallah, G. Cizeron : *Ann. Chim. Sci. Mat.*, Vol. 22, 1997, pp. 177-182.



EFFET DE LA COMPOSITION CHIMIQUE ET DE LA MICROSTRUCTURE INITIALE SUR LA CINÉTIQUE DE DISSOLUTION DE LA CEMENTITE D'UN ACIER EUTECTOÏDE GLOBULAIRE

F. HELLAL¹, D. KADDOUR¹, A. HAZOTTE²

¹Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, BP182, Alger, Algérie

²LETAM, Université de Metz, Ile du Saulcy, 57045 Metz Cedex 1, France

RESUME

La cinétique de dissolution de la phase cémentite d'un acier eutectoïde globulaire, à 0,5% de manganèse a été étudiée expérimentalement par dilatométrie et métallographie, puis numériquement. La dissolution se produit très rapidement dans le stade initial d'austénitisation puis devient très lente lorsqu'on se rapproche de la fin de la transformation. Il reste une fraction de cémentite non dissoute même après de longues durées de traitement. Les résultats numériques corroborent l'expérience.

Mots-clés : dissolution, austénitisation, cémentite, acier eutectoïde, dilatométrie, analyse d'images.

I. INTRODUCTION

La transformation des aciers eutectoïdes au carbone au chauffage est d'une grande importance au regard de ses effets dans de nombreux procédés thermiques et thermomécaniques. Il est connu que la vitesse de germination et de croissance de l'austénite dépend fortement de la microstructure initiale [1-4]. Les phases de départ, cémentite et ferrite, se transforment très rapidement ce qui rend difficile l'appréciation des premiers stades de l'austénitisation. Le but de cette étude est de suivre la transformation de phase ferrite - austénite et de déterminer s'il y a des effets de couplage mécanique - chimie, à l'instar de ce qui est observé lors de la désaturation au refroidissement de l'austénite dans le cas de fontes G.S. [5], la diffusion du carbone à partir de la cémentite pouvant influencer sur le mode de germination de l'austénite.

Le but de ce travail est de tenter de cerner les principaux paramètres de la dissolution de la cémentite d'un acier eutectoïde globulaire, à 0,82% de carbone et 0,5% de manganèse, en appliquant un traitement d'austénitisation à 750°C, température légèrement supérieure à A_{c1} (fig. 1). La dilatométrie et l'analyse d'images ont été utilisées pour cela. Le choix d'une géométrie circulaire de cémentite a été fait pour les besoins de la modélisation.

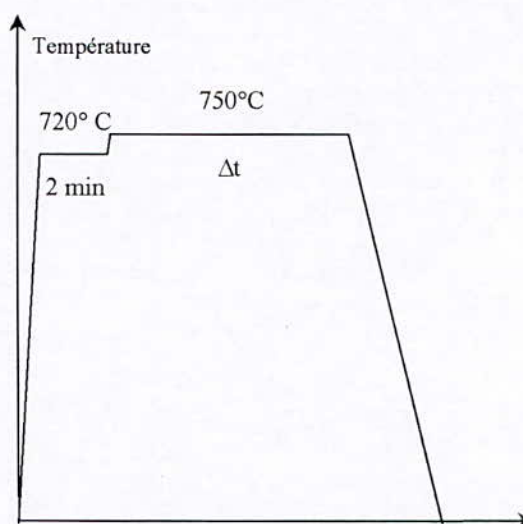


Fig. 1. Cycles thermiques appliqués à l'acier.

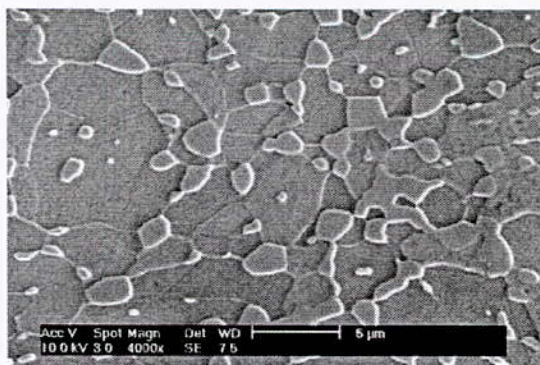


Fig. 2. Microstructure (MEB) de l'acier eutectoïde globularisé.

II. MATERIAU ET METHODES

La microstructure de départ de notre acier est représentée dans la figure 2. Elle a été obtenue après homogénéisation à 780°C pendant 1h30, trempe à l'eau et maintien à 720°C pendant 30h. Les nodules de cémentite ont alors une taille moyenne comprise entre 1 et 3 µm.

Le traitement d'austénitisation appliqué pour l'étude consiste en des maintiens pendant des durées allant de 10 à 10800s, correspondant à des taux de 10, 30, 50, 90 et 100% de l'amplitude du signal dilatométrique. Après refroidissement, les microstructures sont observées par microscopie électronique puis les images sont traitées et analysées grâce au logiciel Aphelion, de manière semi-automatique. La modélisation a été effectuée sur un système monocellulaire, la cellule étant constituée d'une particule de cémentite entourée d'une couronne de ferrite (fig. 3).

Comme l'austénite naît à l'interface entre la ferrite et la cémentite, une auréole d'austénite est insérée dès le début du maintien isotherme. La variation des teneurs en carbone et en manganèse de l'austénite pendant le maintien isotherme a été au préalable déterminée grâce au logiciel ThermoCalc et la base de données SGTE. Ensuite, grâce au code Dictra, l'évolution des proportions des différentes phases ainsi que les profils des éléments chimiques sont déterminés.

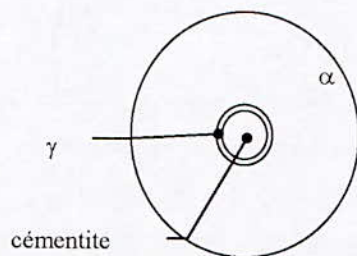


Fig. 3. Cellule d'étude.

III. RESULTATS EXPERIMENTAUX.

La microstructure correspondant à un traitement de 3 heures est représentée sur la figure 4. On peut y noter la présence résiduelle, quoique non attendue, de nodules de cémentite, alors que la structure perlitique obtenue est associée à la décomposition de l'austénite.

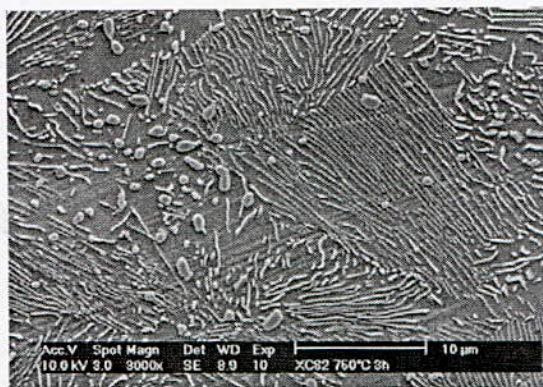


Fig. 4. Microstructure (MEB) de l'acier après austénitisation à 750°C, 3 heures.

Une courbe dilatométrique typique de l'austénitisation de l'acier eutectoïde est représentée sur la figure 5.

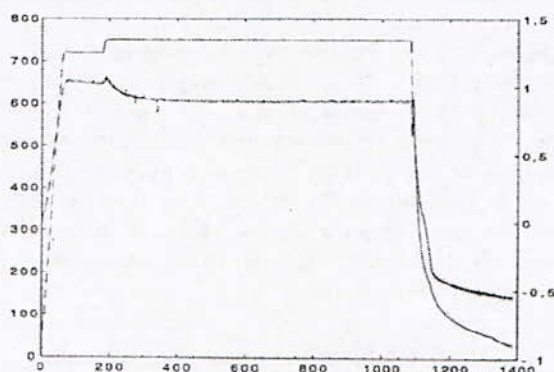


Fig. 5. Signal dilatométrique (courbe basse) et cycle thermique (courbe haute) de 3 heures.

On peut noter la décroissance du signal dès le début du maintien isotherme à 750°C. La contraction s'atténue au fur et à mesure du maintien en température avant qu'il ne devienne quasiment constant. Ces étapes différentes dénotent de la possibilité de déroulement de plusieurs mécanismes: diffusion de carbone de la cémentite vers la ferrite, germination et croissance de l'austénite, dissolution du manganèse, homogénéisation de l'austénite. Comme le coefficient de diffusion de carbone dans la cémentite est très bas (10^{-16} à 10^{-15} cm²/s à 450°C), son effet peut être négligé. La dissolution de cémentite s'effectue rapidement au début de la transformation puis ralentit. Le signal dilatométrique qui lui est associé est considéré comme négligeable. Ce comportement sera plutôt relié à la cinétique de transport du carbone dans l'austénite. L'austénite la première apparue dissout beaucoup d'atomes de carbone, mais en s'enrichissant, les nodules de cémentite ont plus de mal à se dissoudre dedans. Par ailleurs, une analyse aux rayons X n'a révélé aucune austénite résiduelle après une austénitisation à 750°C de 15 minutes et une trempe à l'hélium. Par

conséquent, le signal dilatométrique ne dépend que de la transformation ferrite – austénite [6].

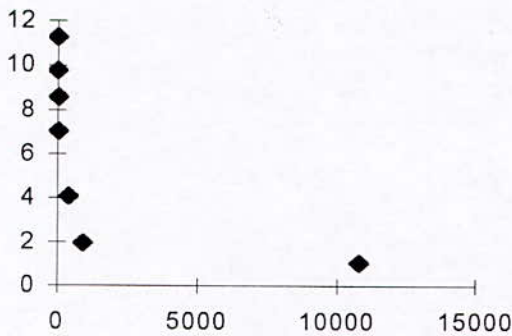


Fig. 6. Evolution de la fraction de cémentite, mesurée par analyse d'images.

L'analyse quantitative de la fraction volumique de cémentite, mesurée par analyse d'images, est indiquée en figure 6. La dissolution est rapide au début du maintien, au point qu'il reste moins de 20% de la cémentite initiale, après 15 minutes de traitement. Le phénomène se ralentit nettement par la suite. Au bout de 3 heures de traitement, il reste environ 1% de cémentite.

IV. RESULTATS NUMERIQUES.

Nous présentons ici les calculs de cinétiques d'austénitisation et de dissolution de la cémentite en conditions isothermes réalisés avec le logiciel DICTRA. Dans un premier temps, le calcul sera réalisé pour un alliage Fe – 0,8 % pds C. Dans un second temps, nous analyserons l'effet du manganèse sur cette transformation. Les calculs sont effectués pour une cellule de taille 1,5 μm . Cette taille a été obtenue par analyse d'images. Il s'agit d'une taille moyenne en supposant que toutes les régions de cémentite ont la même taille. L'austénite germant à l'interface ferrite – cémentite, un germe très petit est introduit entre les deux régions. Les fractions volumiques de chaque phase nous permettent de calculer le rayon de chaque région.

Austénitisation de l'alliage Fe-0.8% pds C.

L'état initial d'équilibre est calculé à 720°C. Il est constitué de 11% de cémentite à 6,68% pds de carbone et de 89% de ferrite contenant 0,017% pds de carbone. L'austénite, quant à elle, aura un profil initial en carbone tenant compte de l'équilibre local en C à 750°C, c'est à dire une teneur en carbone de 0,820% pds à l'interface avec la cémentite et de 0,604% pds à l'interface de la ferrite.

La figure 7 montre les profils de teneur en carbone dans la cellule de calcul, pour les premiers instants du traitement. Nous observons clairement le déplacement

de la figure 7 montre les profils de teneur en carbone dans la cellule de calcul, pour les premiers instants du traitement. Nous observons clairement le déplacement des deux interfaces au cours du temps ainsi que l'évolution du profil de teneur en carbone dans l'austénite. A $t = 5$ secondes, la microstructure est constituée de 99,8% d'austénite contenant environ 0,8% C.

Nous pouvons également suivre l'évolution des taux des phases en fonction du temps. Ainsi, la cémentite disparaît au bout de 5,4 s (fig. 8). A $t = 1,2$ s, la ferrite est complètement transformée alors qu'il reste près de 2% de cémentite. Enfin, la fraction volumique de l'austénite croît très rapidement jusqu'à environ 98% de phase formée et, ensuite, la croissance se ralentit fortement.

Bien que le calcul ait été effectué pour un acier Fe – 0,8% pds C (sans élément d'alliage), nous pouvons déjà noter que la durée de l'austénitisation calculée (de l'ordre de quelques secondes) est nettement inférieure à celle mesurée expérimentalement (de l'ordre de 250 secondes).

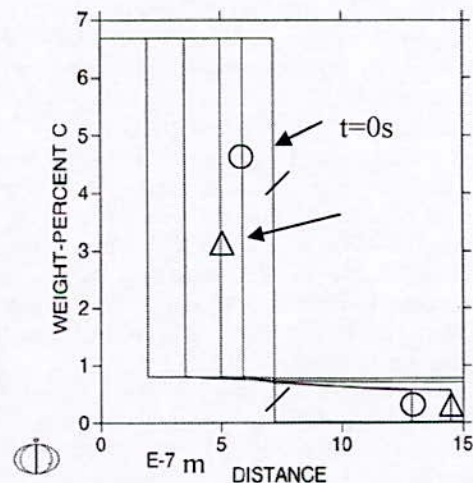


Fig. 7. Profil de carbone à différents instants ($t = 0, 0.5, 1, 2, 5$ s)

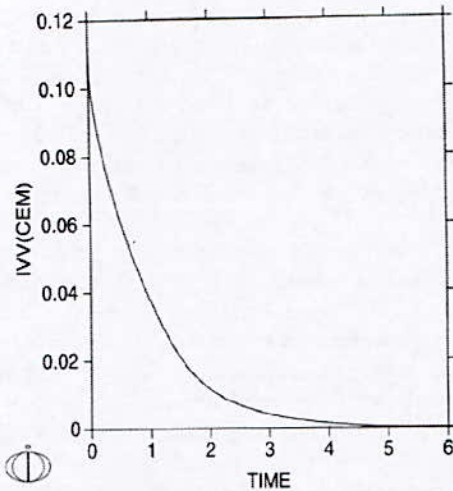


Fig. 8. Evolution du taux de cémentite en fonction du temps.

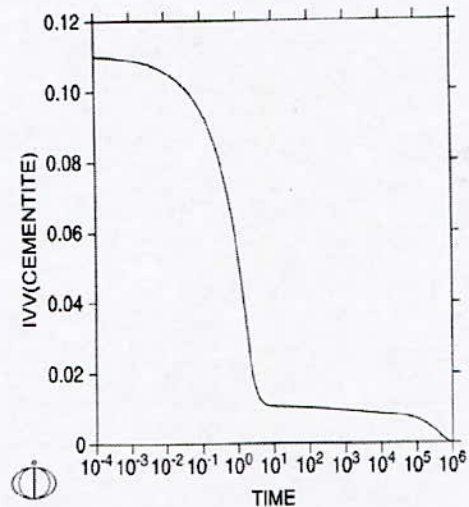


Fig. 9. Taux de cémentite en fonction du temps.

Austénitisation de l'alliage Fe - 0,8% pds C - 0,5% pds de Mn.

De la même manière que dans le cas de l'alliage binaire Fe-0.8%C, nous avons calculé l'équilibre initial à 715°C à l'aide du logiciel THERMOCALC afin de connaître le taux de phase et la concentration de chaque phase en Carbone et en Manganèse. La cémentite contient 2,49% pds de Mn, l'austénite en contient 0,5% pds et la ferrite, 0.23% pds. De même pour le carbone, la cémentite en contient 6,68% pds, l'austénite en contient 0,816% pds du côté de la cémentite et 0,488% pds du côté de la ferrite qui elle, en contient 0,012% pds. Ces valeurs ont été calculées pour respecter l'équilibre à 715°C pour la ferrite et la cémentite, l'existence d'un domaine triphasé ne permettant pas le calcul à 720 °C.

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 9 pour l'évolution du taux de cémentite en fonction du temps et sur les figures 10 à 12 pour les évolutions des profils de concentration en carbone et en manganèse en fonction du temps.

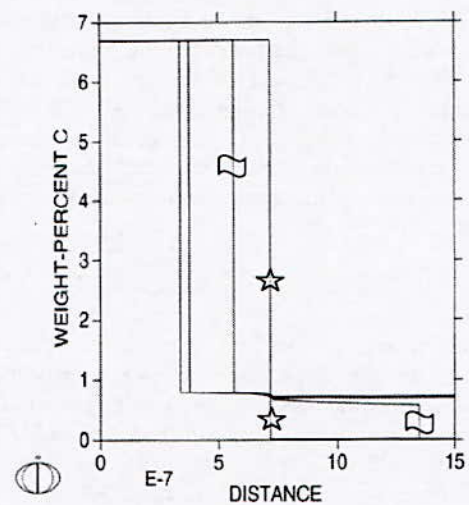


Fig. 10. Profil de carbone dans la cellule à divers instants ($t = 0, 1, 3, 5$ s)

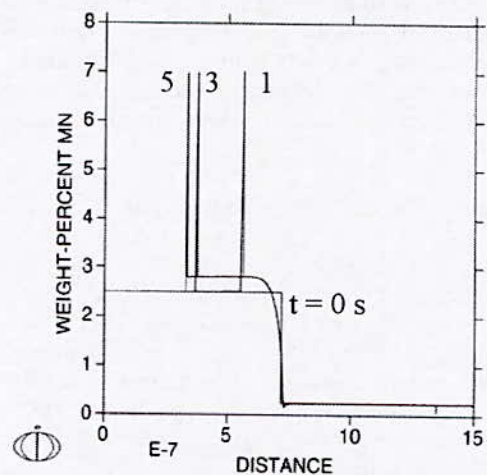


Fig. 11. Profil de manganèse dans la cellule à divers instants ($t=0, 1, 3, 5$ s).

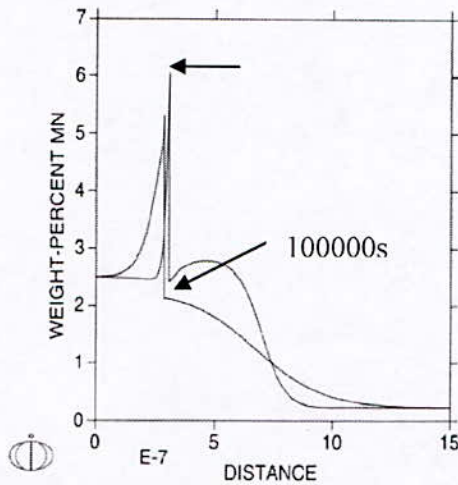


Fig. 12. Profil de manganèse dans la cellule à divers instants ($t = 10\ 000, 100\ 000\ s$)

Pour la cémentite, après une première étape de dissolution rapide, nous observons un fort ralentissement de la cinétique. La ferrite se dissout très rapidement (moins de 2 secondes). Comme précédemment, la cinétique d'austénitisation est très rapide jusqu'à 98 % puis se ralentit fortement.

Comme l'on remarqué certains auteurs [7], la croissance de l'austénite est d'abord contrôlée par la diffusion du carbone puis par la diffusion du manganèse qui est beaucoup plus lente. De même, la dissolution de la cémentite se fait d'abord par diffusion du carbone (jusqu'à environ 2 s) puis par diffusion du manganèse dans la cémentite et dans l'austénite. Les profils de teneur en carbone ont une allure similaire à ce qu'ils avaient dans le cas de l'alliage binaire. On remarque que le carbone est à l'équilibre local tout au long de la transformation. En effet, même lorsque le manganèse gouverne la croissance, le carbone a le temps de diffuser pour que l'équilibre local soit respecté.

Par contre, les profils de teneur en manganèse ont une allure plus complexe. Nous observons un enrichissement en manganèse dans la cémentite, en avant de l'interface. Dans les premiers instants de la transformation (contrôlée par la diffusion du carbone), il n'y a pas assez de temps pour une redistribution du manganèse et l'austénite hérite de la teneur en Mn de la cémentite.

V. CONCLUSION

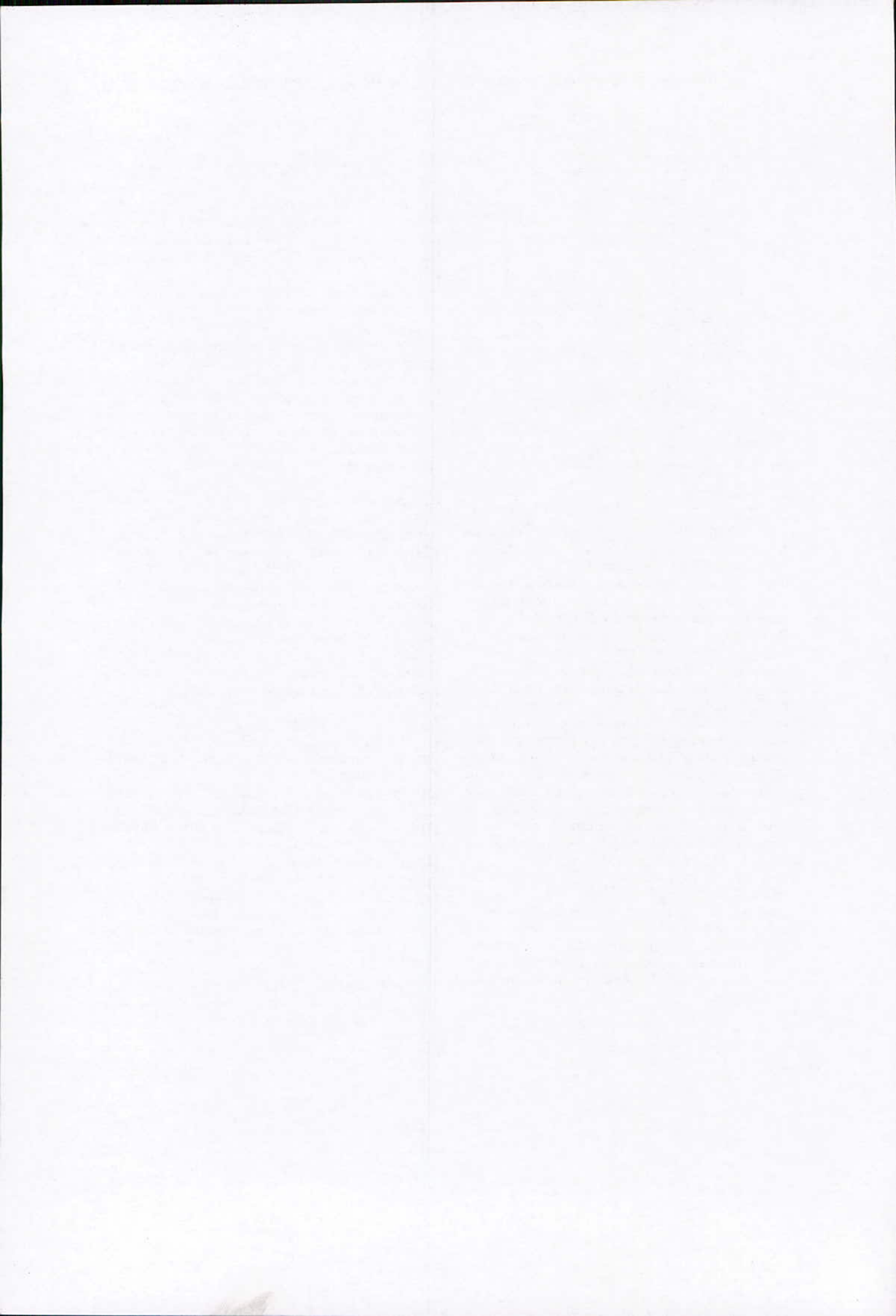
Lorsque la température dépasse la température A_1 de l'acier, il y a germination de l'austénite à l'interface ferrite - cémentite. Cette enveloppe d'austénite croît par dissolution de la cémentite et diffusion du carbone.

- ♦ à cette température très proche de A_{C3} , la transformation est pilotée par la germination de l'austénite ;
- ♦ les premiers stades de la transformation sont beaucoup plus lents que ce qui est prédit par Dictra. Par contre, nos observations confirment bien la présence de plus d'un pour-cent de cémentite longtemps pendant le processus de dissolution, ce qui veut dire que la fin de la transformation est pilotée par l'homogénéisation du manganèse, comme prévu par Dictra.

Les écarts entre la simulation et l'expérience peuvent provenir de la modélisation. En particulier, nous supposons avant le calcul de croissance que l'austénite a germé simultanément sur l'ensemble des interfaces et que la croissance se produit de manière uniforme. Ce qui n'est pas vérifié expérimentalement si l'on observe la figure 4. Nous devons nous concentrer sur les sites de germination de l'austénite eux-mêmes, et comparer les relations d'orientation à l'interface ferrite - cémentite sur le matériau avant chauffage, puis à l'interface cémentite - austénite, pour expliquer l'hétérogénéité de germination observée.

REFERENCES.

- [1] V. G. Gavriljuk, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 345, Issues 1-2, 25, 2003, pp. 81-89.
- [2] D. V. Shtansky, K. Nakai, Y. Ohmori, *Acta Mater.* Vol. 47, N° 9, 1999, pp. 2619-2632.
- [3] D. V. Shtansky, G. Inden, *Acta Mater.* Vol. 45, n° 7, 1997, pp. 2879-2880.
- [4] C. Atkinson, T. Akbay, R. C. Reed, *Acta Mater.* Vol. 43, N° 5, 1995, pp. 2015-2016.
- [5] M. Káldor, J. Dobráuszky, *Euromat 94 Topical*, 1994, pp. 115-119.
- [6] F. Hellal, J. Lacaze, A. Hazotte, *Materials Science and Technology*, Vol.15, 1999, pp. 773-778.
- [7] R. C. Reed, T. Akbay, Z. Shen, J. M. Robinson, J. H. Root, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 256, 1998, pp. 152-165.



INFLUENCE DES CONDITIONS DE SOUDAGE ET DE TRAITEMENT A HAUTE TEMPERATURE SUR LA DISTRIBUTION DE LA FERRITE DELTA DANS LES JOINTS SOUDES EN ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES (304L)

K. REHOUMA¹, T. BERGUIGA², M. BOUABDALLAH²

¹ Centre de Soudage et de Contrôle BP 64, Cheraga, Alger
Phone : 0 21 36 18 54/56 Fax : 0 21 36 18 50

² Ecole Nationale Polytechnique, 10 Avenue Hassen Badi, El Harrach Alger.
Phone : 0 21 52 53 01 Fax : 0 21 52 29 73

RESUME

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent être utilisés à températures relativement hautes, auquel cas, la phase ferritique peut se transformer plus ou moins rapidement en phase sigma riche en chrome. Dans les nuances du type 304L, la ferrite delta joue un rôle important dans la fragilité des éléments soudés. Dans ce travail nous présentons les résultats des analyses du taux de phase ferritique obtenu après traitement à haute température pendant des durées échelonnées. Ces résultats montrent que la proportion de ferrite delta évolue peu durant des durées de traitement thermiques allant jusqu'à 90 min. Cependant, une durée plus longue entraîne l'apparition d'un taux supplémentaire de ferrite. Nous présentons l'influence de certains paramètres de soudage (séquences et type du procédé de soudage) sur la distribution de cette phase dans la zone fondue d'un joint soudé. Ces résultats montrent que le taux de cette phase dans la zone fondue est fortement lié aux conditions de soudage (gradient thermique mis en jeu et nombre de passes). Des mesures de dureté confirment ces conclusions.

Mots clefs : Acier inoxydable austénitique 304 L, Traitement thermique, Soudage, Ferrite delta, Caractérisation.

I. INTRODUCTION

Dans les nuances à matrice austénitique, le biphasé (γ/δ) est responsable de la baisse des propriétés de forgeabilité. D'après le diagramme ternaire Fe - Cr - Ni, une augmentation de température au-delà de 900°C favorise l'apparition de la ferrite δ [1,2,3]. Des essais ont montré qu'un maintien de quelques minutes à haute température était suffisant pour atteindre la teneur d'équilibre de la phase δ [4]. Depuis longtemps, on s'est

inquiétés davantage des effets néfastes de cette ferrite δ dans la zone fondue des soudures et dans la ZAT [5,9]. Un compromis devrait être fait dans la fixation du taux de cette ferrite. D'un côté, on a le risque de fissuration à chaud dans les matrices purement austénitiques d'où l'intérêt de sa présence. Des études ont montré que la résistance à la fissuration est principalement déterminée par la séquence de formation de la ferrite (mode de solidification) et par sa morphologie [4,5]. D'autre part, le risque de précipitation de la phase σ dépend de la présence de cette ferrite. La pratique a démontré aussi que la phase σ est limitée quand la ferrite diminue. Cette ferrite est généralement de quelques % (de 10 - 20 %) dans la nuance du type 304L. Sa limite supérieure est fixée en fonction des exigences relatives à la tenue à la corrosion et aux propriétés mécaniques [7,8]. Dans ce travail nous étudions d'une part l'influence du traitement thermique de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique (304L) et d'autres parts l'influence de certains paramètres de soudage tel que séquences de soudage (nombre de passe) et type de procédé sur les caractéristiques micro structurales et mécaniques d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique 304L.

II MATERIELS ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

II.1 Matériaux

Le métal de base utilisé est un acier inoxydable austénitique du type 304L sous forme de tube avec un diamètre de 50.8mm et une épaisseur de 4mm.

Tableau.1. Composition chimique de métal de base et des métaux d'apport.

Elément	Métal de base 304 L	308 L	OK 61 30
Cr	18,3	18,25	19
Ni	11,4	11	10
C	0,034	0,013	0,03
Mo	0,03	-	-
Si	0,44	1,00	0,7
Mn	1,61	2,00	0,7
V	0,1	-	-
Cu	0,08	-	-
P	0,023	0,045	-
S	0,007	0,03	-

La composition chimique de cet acier est indiquée dans le tableau 1.

Le métal d'apport utilisé en soudage dans le cas du TIG se sont des baguettes de nuance 308L. Pour le soudage à l'électrode enrobée se sont des baguettes du type OK 61-30 qui ont été utilisées (voir composition chimique (Tableau.1)).

II.2 Procédures expérimentales

Les cycles de traitement thermique sont réalisés dans un four à moufle à la température maximale de 1050 °C. Nous avons introduit 7 échantillons et nous les avons retiré un à un après des durées de maintien échelonnées entre 15 et 180 mn. Le refroidissement s'est fait à l'air libre. La solution d'attaque utilisée pour révéler la phase austénitique ainsi que la phase ferritique se compose d'un mélange d'acide nitrique, d'acide acétique, d'acide chlorhydrique et de glycérol. L'attaque chimique proprement dite est effectuée à chaud. Les mesures du taux de ferrite δ ont été effectuées par diffraction des RX.

Les éprouvettes soudées étaient au nombre de (04). Deux d'entre elles ont été soudées au TIG dont l'une est soudée en une seule passe. Les deux autres soudures sont réalisées à l'électrode enrobée dont l'une d'elle a subi une seule passe de soudage. Dans le calcul des énergies de soudage, nous avons tenu compte du rendement de l'arc qui dépend du procédé de soudage et de la géométrie du joint qui dépend principalement de l'épaisseur soudée.

T₁=éprouvette soudée au TIG en une seule passe. T₂=éprouvette soudée au TIG en deux passes. M₁=éprouvette soudée à l'électrode enrobée en une passe.

M₂= éprouvette soudée à l'électrode enrobée en deux passes.

Tableau.2. Energies de soudage

Echantillon	En(KJ/cm)	Ed(KJ/cm)	Eq(KJ/cm)
T1	40,83	16,33	10,9
M1	82,8	62,1	41,6
T2	88,26	35,3	23,6
M2	144,7	108,5	68,5

Cette caractérisation concerne les échantillons traités à haute température et les éprouvettes soudées. Cette technique nous a permis d'estimer le taux de la ferrite delta. Pour les échantillons traités à haute température le calcul s'est fait à partir des diffractogrammes réalisés sur ces échantillons. Pour les soudures, nous avons utilisé la technique d'analyse d'image pour l'estimation du taux de phases. Un programme en MATLAB a été élaboré, ce qui nous a permis de calculer le taux de la ferrite dans les différents échantillons. Le balayage s'est fait dans la zone fondue en allant de la zone de liaison séparant cette dernière du métal de base jusqu'au cœur de la zone fondue. Un profil de dureté sur l'ensemble des échantillons selon le même balayage que celui pratiqué pour la micrographie des soudures a été réalisé.

III RESULTATS ET COMMENTAIRES

III.1 Influence du traitement de haute température

Les traitements de haute température 1050 °C influent sur l'état structural de la matrice. Les mesures des fractions volumiques des phases présentes à la température ambiante à l'issue d'un refroidissement à l'air montrent que le taux de ferrite δ métastable évolue peu durant les 90 premières minutes de maintien (voir Fig.1). En effet, le taux de ferrite reste proche de celui du matériau brut de réception ($V_{\delta} = 17\%$). Un maintien plus long conduit à une évolution sensible du taux de ferrite qui passe à 25 % environ (Fig. 2).

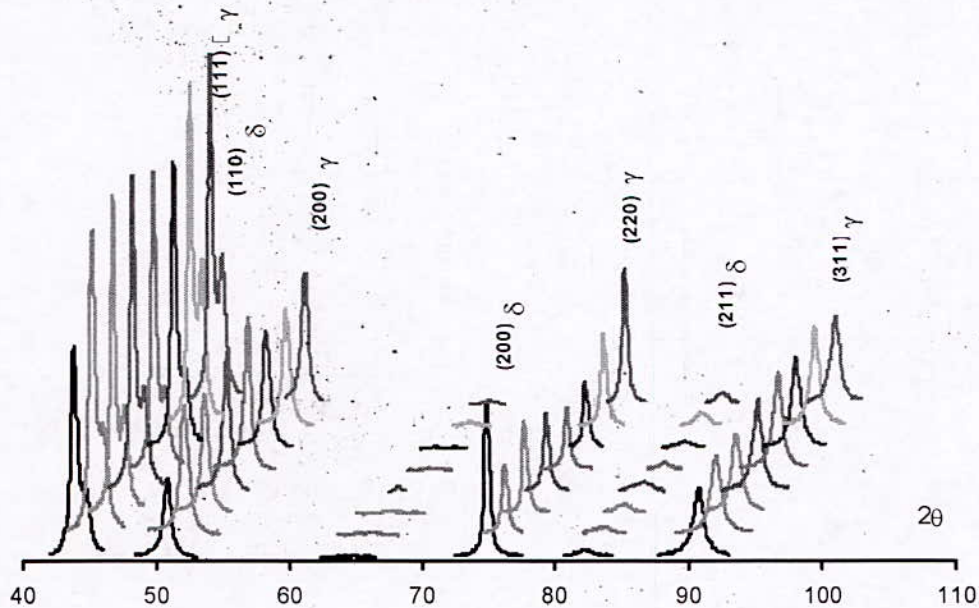


Fig. 1 : Diffractogrammes de RX montrant l'évolution des pics de diffraction de la phase delta et ceux de la phase gamma en fonction de la durée croissante de traitement (t = 0 ; 15 ; 30 ; 45 ; 60 ; 90 ; 120 et 180 min à 1050 °C).

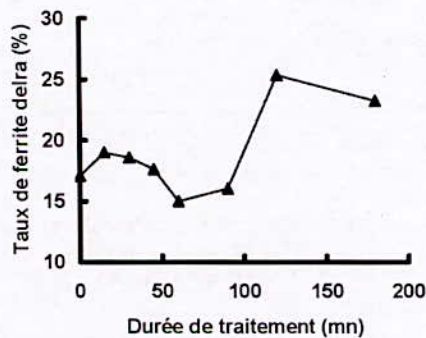


Fig. 2 - Evolution du taux de ferrite delta en fonction du temps de maintien à 1050 °C.

III.2 Influence des conditions de soudage

Les résultats du tableau (3) montrent que plus l'énergie de soudage augmente plus le taux de ferrite Delta diminue. Par ailleurs, ce même tableau montre que la réalisation d'une deuxième passe provoque une diminution de cette phase.

Ceci vient du fait que l'exécution de la première passe se traduit par une première montée en température jusqu'à la température maximale, suivi d'un refroidissement caractérisé par la vitesse V_1 (voir Figure.3). La deuxième passe intervient avant que la température au point A n'ait rejoint la température initiale T_0 . Elle est encore à $T_1 > T_0$ lorsqu'un nouveau cycle thermique intervient

Du fait de cette deuxième passe le temps de maintien entre deux températures T_{R1} et T_{R2} (intervalle de température dans lequel se produit la décomposition de la ferrite en austénite) est prolongé on aura donc :

$$t_2 = \Delta t_2 + \Delta t_1$$

Cette prolongation Δt_2 se traduit par un excès en austénite et une diminution en ferrite.

Ceci peut être expliqué par la réaction de la décomposition de la ferrite dans les deux cas :

- Une seule passe : Ferrite (δ) \rightarrow Austénite (γ)

$$t_1 = \Delta t_1$$

- Deux passes : Ferrite (δ) \rightarrow Austénite (γ)

$$t_2 = \Delta t_2 + \Delta t_1$$

Tableau 3 : influence des conditions de soudage sur le taux de ferrite delta.

Procédé de soudage	Soudage au TIG		Soudage à l'électrode enrobée	
	Une Passe	Deux Passes	Une Passe	Deux Passes
Energie de soudage (KJ/cm)	10.9	23.6	41.6	68.4
Taux de ferrite delta (%)	20.8	10.2	17.2	11.9

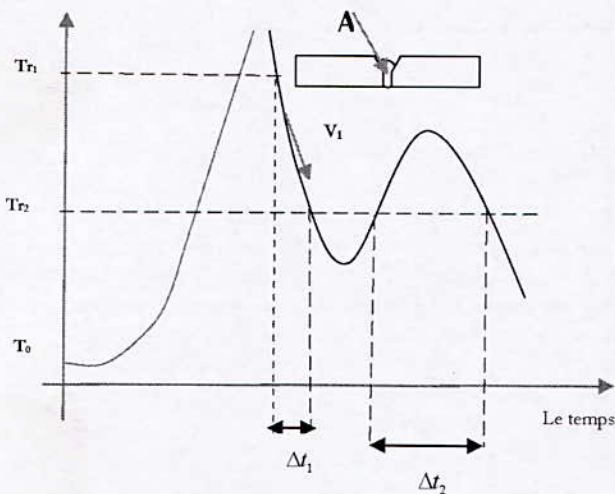


Fig.3- cycle thermique pour une soudure en 2 passes

(à titre indicatif)

$$Tr_1 = 1250 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$Tr_2 = 1000 \text{ } ^\circ\text{C}$$

En se basant sur le diagramme pseudo binaire Fe-Cr-Ni [1], le métal fondu, après son retour à l'état solide, peut être le siège de la réaction suivante : Ferrite (δ) \rightarrow Austénite (γ). Toutefois il faut souligner que cette réaction n'est pas complète. La décomposition de la ferrite (δ) en austénite dépend fortement du gradient thermique associé la vitesse de refroidissement (voire figures 4 et 5).

D'après les courbes précédentes (figures 4 et 5) nous constatons que pour la pièce M1 c-à-d celle qui a été soudée à l'électrode enrobée en une seule passe, ce taux

de ferrite est sensiblement constant, ce qui implique que la distribution du Cr et du Ni dans l'étendue de la zone fondue est pratiquement homogène.

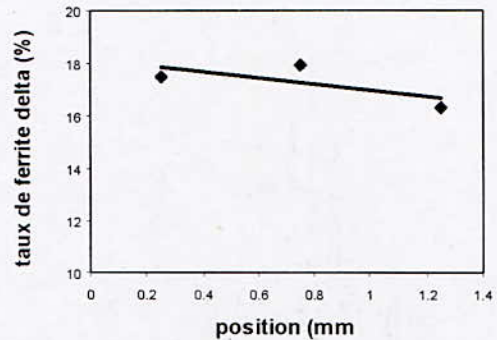


Fig. 4 - Evolution du taux de ferrite en fonction de la distance 'x' séparant la zone fondue du métal de base dans la pièce soudée en manuel en une seule passe

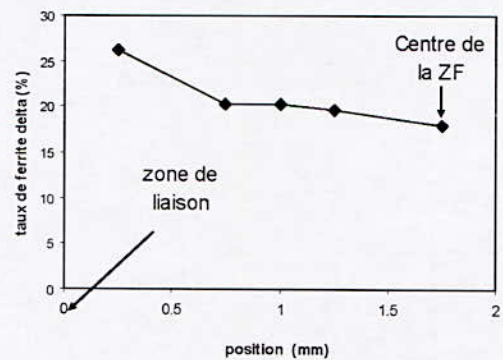


Fig. 5 - Evolution du taux de ferrite en fonction de la distance 'x' séparant la zone fondue du métal de base dans la pièce soudée par TIG en une seule passe.

Par contre dans le cas de la pièce T1 ce taux diminue considérablement en allant de la zone de liaison vers le centre de la zone fondue. Ces deux constats peuvent être expliqués par la vitesse de refroidissement c-à-d l'intensité du gradient thermique dans les deux cas, en effet :

- Si le gradient thermique ($G = \partial T / \partial X$) est fort, nous aurons donc une vitesse de refroidissement rapide, ce qui permet de garder une quantité de ferrite (δ) résiduelle importante, ce qui est le cas à proximité de la zone de liaison (ZL). Cette dernière peut être considérée comme étant une interface entre une zone froide (le métal de base) et une zone chaude (zone fondue).
- Si par contre le gradient ($G = \partial T / \partial X$) est faible, nous aurons une quantité de ferrite (δ) résiduelle relativement faible par rapport au cas précédent, ce qui est le cas au sein du centre du cordon de soudure.

III.3 profil de dureté dans le cordon

Les essais de dureté au niveau de la zone fondue ont donné les résultats représentés dans la figure 7 :

Les courbes précédentes ont montré que dans toutes les soudures étudiées la dureté décroît en allant de la zone fondue jusqu'au métal de base, ce qui peut être attribué à deux raisons :

- la ferrite est légèrement plus dure que l'austénite.
- Le taux de ferrite est important dans la zone fondue et relativement faible dans la zone affectée thermiquement et le métal de base.

de la phase ferritique dans la zone fondue entre celle voisinant la zone de liaison et celle se trouvant au cœur de cette zone est constaté dans le cas de la soudure réalisée au TIG (voir micrographies Fig.6). Dans le cas a de la zone fondue de la soudure réalisée à l'électrode enrobée ; la différence d'aspect dans ces deux zones est moins marquée (Fig.6). L'effet de la deuxième passe sur cet aspect est moins marqué sur la soudure au TIG que celle réalisée à l'électrode enrobée. Pour l'aspect microstructural au niveau de l'inter passe dans la zone fondue, ce dernier est plus marqué dans le cas de la soudure réalisée à l'électrode enrobée que celle réalisée au

III.4 Morphologie de la ferrite delta

Une différence appréciable dans l'aspect morphologique

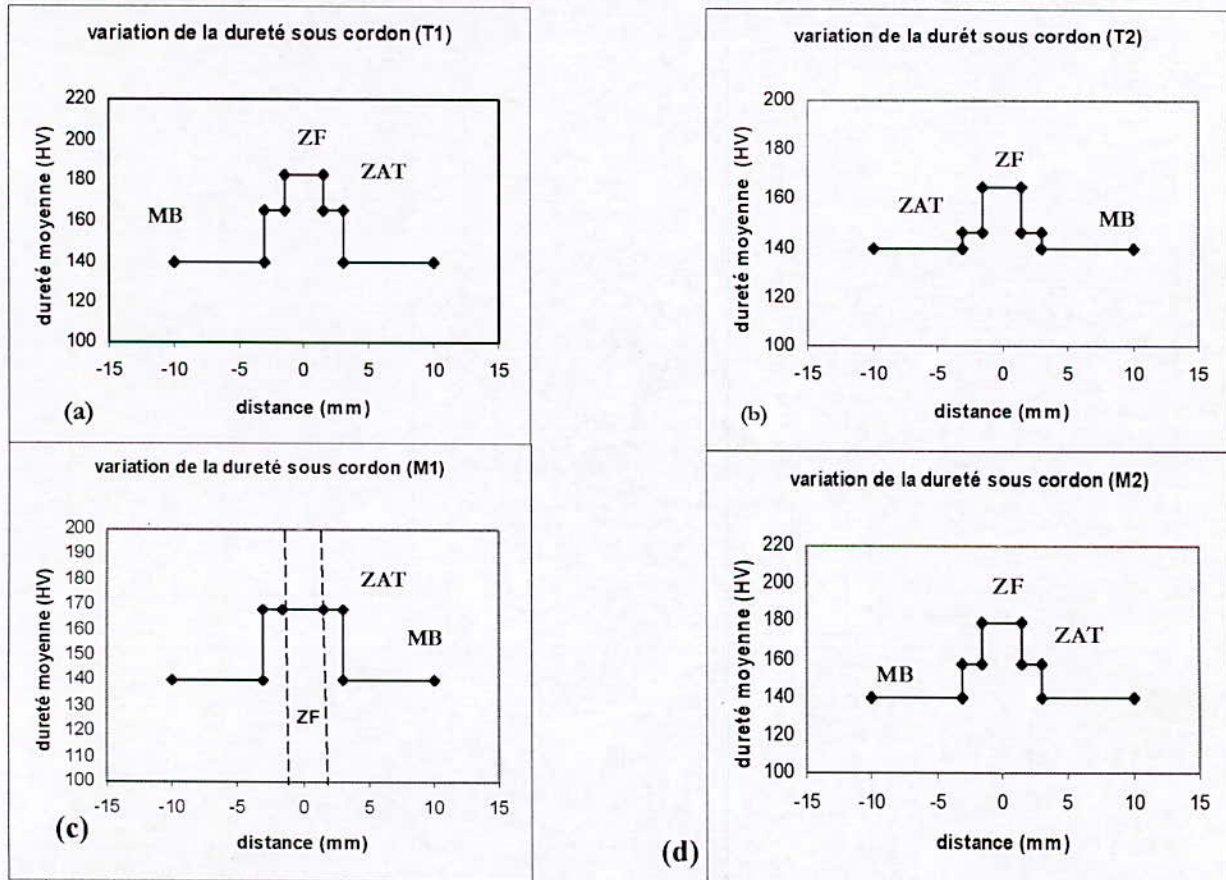


Fig. 7- variation de la dureté sous cordon (a) = éprouvette soudée au TIG en une seule passe. (b) = éprouvette soudée au TIG en deux passes. (c) = éprouvette soudée à l'électrode enrobée en une passe. (d) = éprouvette soudée à l'électrode enrobée en deux passes

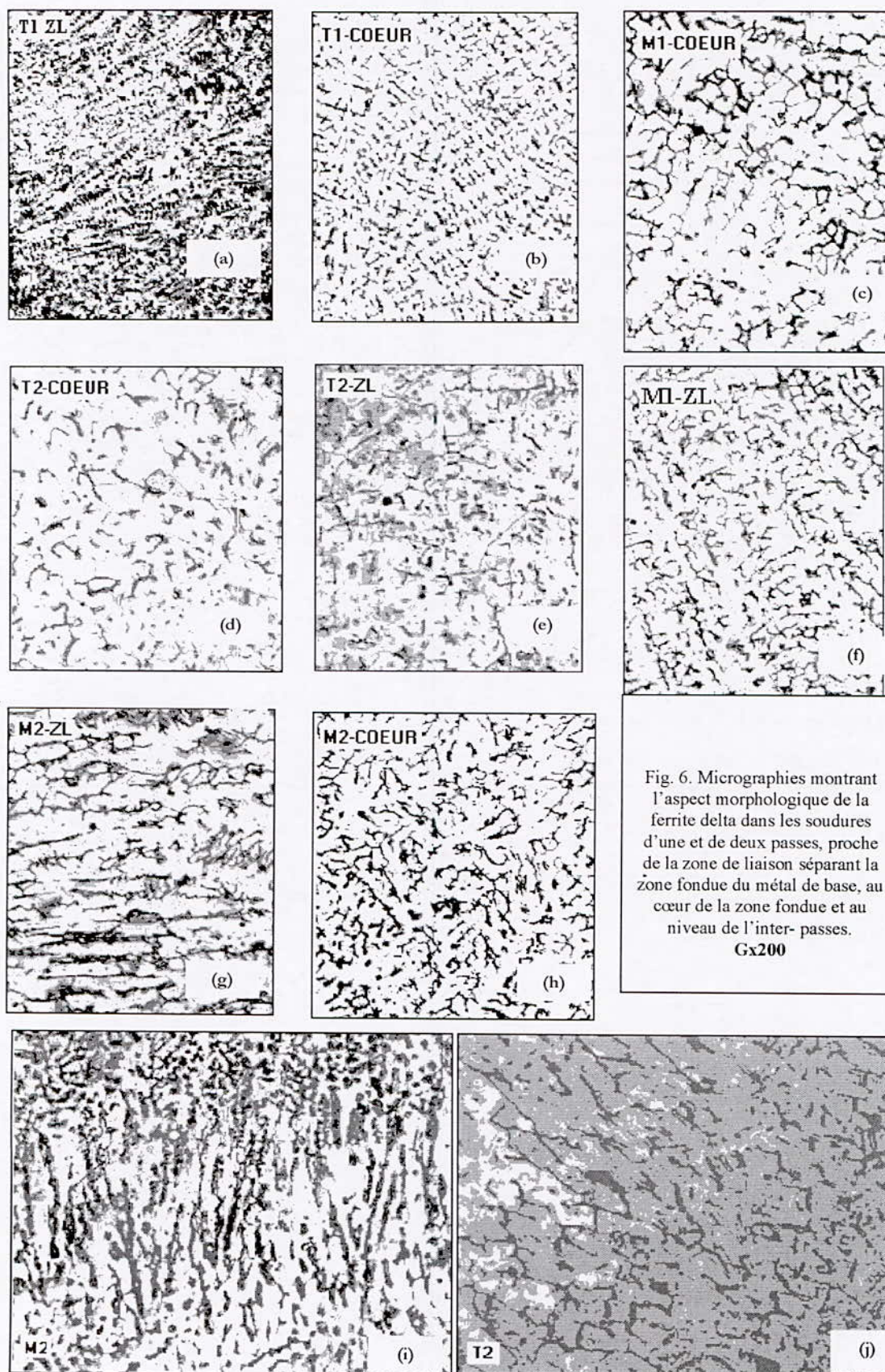


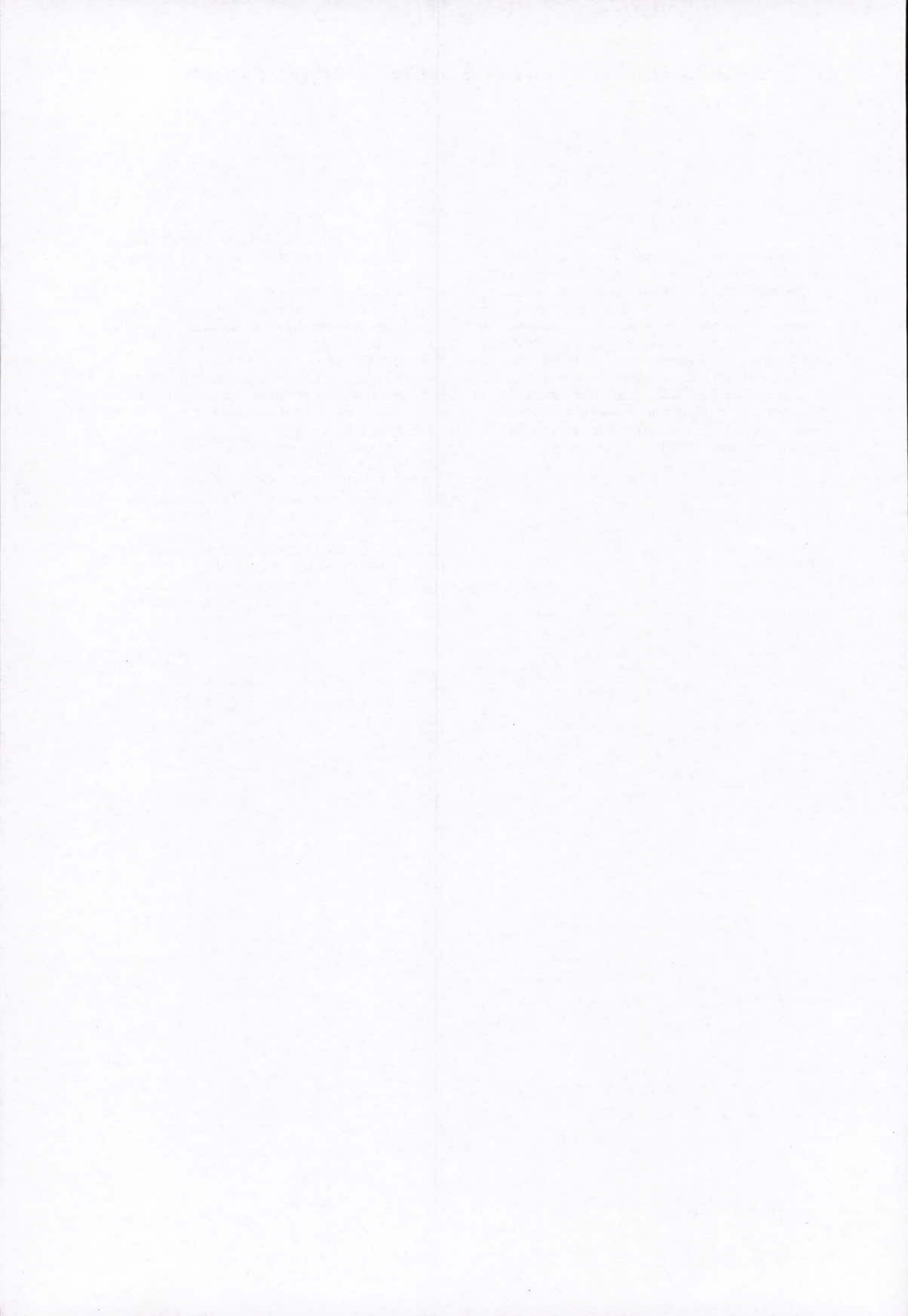
Fig. 6. Micrographies montrant l'aspect morphologique de la ferrite delta dans les soudures d'une et de deux passes, proche de la zone de liaison séparant la zone fondue du métal de base, au cœur de la zone fondue et au niveau de l'inter-passes.
Gx200

IV. CONCLUSIONS

Lors des traitements thermiques de haute température, le taux de ferrite delta devient important (~25 %) au delà de 90 minutes. Dans la zone fondue de la soudure l'aspect micro structural de cette phase change en fonction du nombre de passes. Il change aussi en fonction du procédé de soudage. Au niveau de l'inter passe des soudures cet aspect n'est pas le même dans la soudure réalisée à l'électrode enrobée par rapport à celle réalisée au TIG. Les essais de dureté confirment celles trouvés par la métallographie. Cette étude montre donc que le taux de ferrite est fortement lié aux conditions de soudage et de traitements thermiques.

V. REFERENCES

- [1] P.LACOMB, B .BAROUX, G BRERANGER , *Les aciers inoxydables les éditions de physique* 1990.
- [2] A Bataille, Magnin, *Acta Metall. Mater* .42 1994
- [3] OLSON D.L; *Prediction of austenitic weld metal microstructure and properties*, *Weld.J, Weld Res Suppl* .64 (1985)
- [4] BROOKS, J.A. et THOMPSON, A. W. *Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds* . *International Materials Reviews*.1991, Vol. 36, n°1, p. 16 - 44.:
- [5] T Magnin, J.Stolarz, *JPhys*. 4 France 8, 1998,
- [6] H. J Christ, *Mater Sci Eng* .A117, 1989.
- [7] BOOTHBY R.M *Solidification and transformation behaviour of niobium stabilized austenitic stainless steel weld*, *Mater .Sci Technol*.2, 1986.
- [8] WALKER R.A; GOOCH T; G Arc weld *ability of stainless steel*, *Met Mater* 2, 1986.
- [9] STUTALA N; *effect of solidification conditions mode in austenitic stainless steels*, *Metall, Trans* 14A, 1983.



COMPORTEMENT DE L'AUSTENITE MERE AUX TRAITEMENTS DE VIEILLISSEMENT DANS LES ALLIAGES AMF A BASE DE Cu-Al-Ni

H. CHENITI¹, N. ACHOUR¹, G. BAGUENANE¹, M AKKOU¹, S. M. CHENTOUF¹,
BOUABDALLAH¹, G. C. GACHON²

¹Laboratoire de Science et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, 10 Avenue Hassen Badi, Alger.

²UMR CNRS 7555, Laboratoire de Chimie du Solide Minéral, LCSM Université Henri Poincaré, Nancy 1.

RESUME

Les alliages AMF à base de Cu-Al-Ni présentent une susceptibilité à la précipitation dès que la température maximale atteinte est supérieure à 220 °C. la structure initialement martensitique se transforme d'abord en austénite, puis une décomposition de cette dernière s'opère graduellement. La cinétique de décomposition de l'austénite dépend à la fois de la température maximale atteinte et de la durée de séjour à cette température. Dans la présente étude deux modes de traitement de vieillissement sont appliqués : le premier mode de traitement est un simple chauffage suivi du refroidissement à une vitesse lente. Dans le deuxième mode de traitement, l'échantillon subit soit un traitement isotherme, soit un chauffage à vitesse très lente. Les phases formées à l'issue de ces traitements sont caractérisées par DSC, par métallographie et par RX.

I. INTRODUCTION

Le but recherché lors d'un choix d'une composition d'alliage est l'obtention de la martensite thermoélastique. Les alliages Cu-Al à mémoire de forme - susceptibles de former après trempe une martensite thermoélastique - ont, à haute température, une structure monophasée β , ce qui restreint quelque peu le choix de la composition. Par ailleurs, différentes études effectuées montrent que les teneurs en Al et en Ni sont choisies de sorte que la composition finale soit aussi proche possible du point eutectoïde [3,4,10,35,53]. Ceci en raison du fait que d'après le diagramme d'équilibre, une telle composition éviterait la formation de phase γ_2 (composition hypereutectoïde) et de phase NiAl (composition hypoeutectoïde). Généralement, le choix de la teneur en Al est conditionné par la température du point Ms recherchée, par contre, le Ni sert à ajuster la composition de sorte qu'elle soit proche de celle de l'eutectoïde. La

composition eutectoïde confère à l'alliage un meilleur comportement thermoélastique. Nous montrons dans le présent travail que les phénomènes de précipitation et donc de vieillissement ne sont prépondérants que lorsque la température atteinte lors d'une surchauffe accidentelle est supérieure à 220 °C.

II. MATERIAU ET METHODES

Le matériau étudié a été fourni par la société TREFIMETAUX, C'est un alliage à base de cuivre dont la composition massique nominale est de 13.3 % Al et 4 % Ni, élaboré par fusion dans un four à induction, il a ensuite subi un filage à chaud puis trempé. Au terme de ce traitement, la structure de la matrice est constituée d'un mélange de martensite du type β'_1 et γ'_1 (voire figure 1).

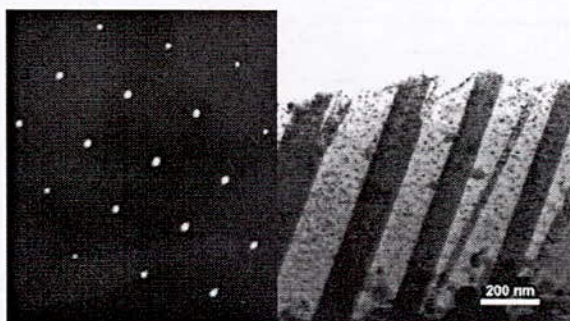


Fig. 1. image obtenue au MET montrant la structure en latte de la martensite γ'_1 ainsi que son diagramme de diffraction des électrons.

Lors d'un réchauffage de la structure trempée d'un alliage AMF, la structure subit différentes évolutions dépendant essentiellement de la vitesse de chauffage et de la température maximale atteinte. Ces changements concernent principalement la phase mère β_1 . En effet, dès que la température dépasse le point Af, la structure thermodynamiquement instable, subit une décomposition plus ou moins lente selon la température atteinte et la

durée de traitement. Le processus s'effectue en plusieurs étapes successives [1]. Par contre, lors d'un chauffage lent et progressif jusqu'à une température du domaine monophasé β on enregistre dans un appareil de DSC différentes évolutions notées respectivement A, B, C, D et E (figure 2).

L'objectif de notre étude est de préciser la nature des phases formées durant un vieillissement prolongé à une température élevée (comprise entre 400 et 550°C). Dans cet intervalle de température les transformations de l'austénite mère sont complexes. En effet, un chauffage relativement rapide ($V_c > 2$ °C/min) entraîne une réaction endothermique. Par contre un chauffage très lent provoque une réaction exothermique [2]. Un chauffage rapide entraînerait une redissolution partielle des précipités formés durant le séjour aux températures plus basses, en l'occurrence dans l'intervalle de l'évolution B. Par contre, le chauffage lent et/ou un maintien isotherme dans l'intervalle de température compris entre 400 et 550 °C conduirait à la décomposition de la phase mère donnant les phases d'équilibre. Le mode de transformation ainsi que les cinétiques font l'objet de notre travail.

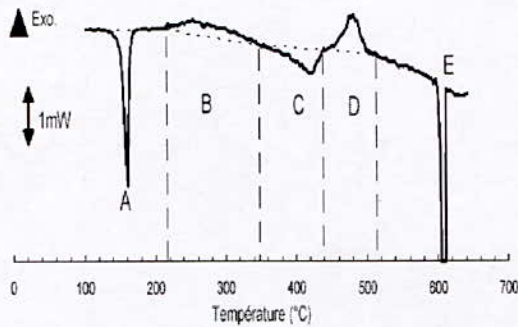


Fig. 2. Exemple typique de diagramme DSC obtenu au cours d'un chauffage lent (2 °C/mn) d'un échantillon AMF du type Cu-Al-Ni préalablement trempé et revenu [2].

III. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE MAXIMALE ATTEINTE

En appliquant un cycle de chauffage (5°C/min) à une température juste au dessus de A_f suivi d'un refroidissement à la même vitesse, on enregistre une transformation réversible martensite \leftrightarrow austénite avec une hystérésis d'environ 8 °C. Par contre, en poussant le chauffage à une température supérieure à celle de l'évolution B, on enregistre au refroidissement une transformation austénite \rightarrow martensite « prématurée » (hystérésis négatif -30 °C) (figure 3). Ceci est due aux phénomènes de précipitation de phases d'équilibre riches en aluminium appauvrissant ainsi la matrice, d'où le

déplacement des points de transformation vers des températures plus élevées [3]. L'analyse par DSC montre que le taux de martensite formée au refroidissement dépend également de la température maximale et de la durée de séjour à cette température. En effet, en augmentant la température maximale de traitement, au refroidissement, le taux de martensite formé diminue (figure 3 (b)).

Dans la figure 4, est présenté un diagramme DSC au chauffage à 5 °C/min jusqu'à 450 °C ensuite, 0.5 °C/min jusqu'à la température de 550 °C suivi d'un refroidissement à 5°C/min jusqu'à 80 °C.

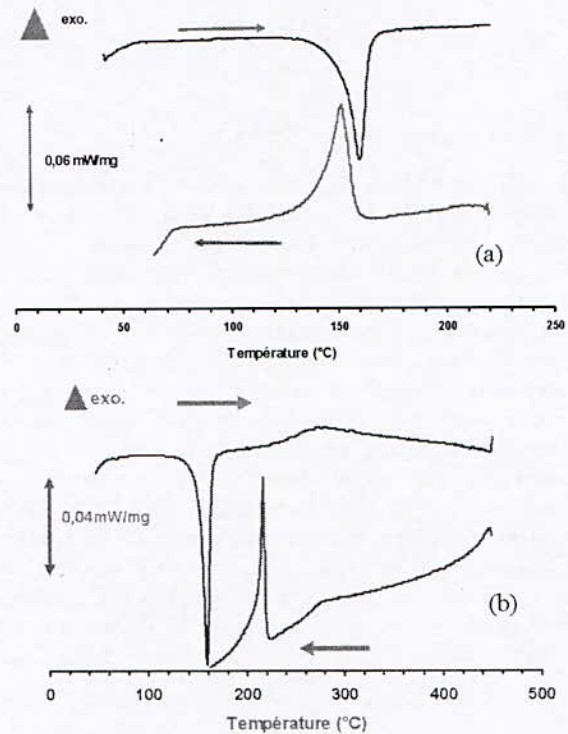


Fig. 3. (a) courbes de chauffage-refroidissement à 5°C/min $T_{max} = 220$ °C. (b) courbes de chauffage-refroidissement à 5°C/min $T_{max} = 450$ °C.

Au cours de la deuxième phase de chauffage, on remarque nettement une réaction exothermique (entourée par un cercle). Cette réaction correspond à la décomposition complète de la phase β_1 en phase α et γ_2 , puisque au refroidissement on n'enregistre aucune évolution. On constate que cette transformation est très lente et irréversible. L'énergie dégagée lors de cette évolution (7.25 J/g) est voisine de celle de la transformation martensitique thermoélastique de l'alliage étudié (environ 8 J/g).

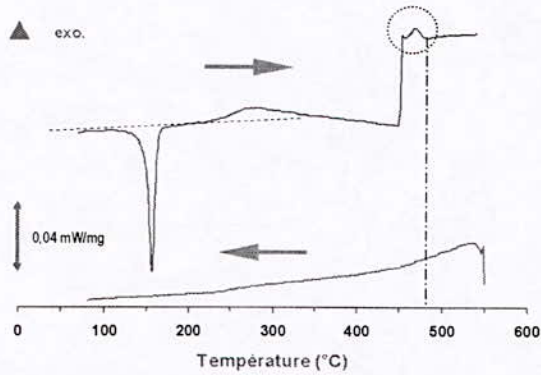


Fig. 4. courbe de chauffage en deux étapes (de 50 à 450 °C 5 °C/min et de 450 à 550 °C, 0.5 °C/min) et refroidissement à 5 °C/min [4].

IV. INFLUENCE D'UN TRAITEMENT ISOTHERME

En appliquant un traitement isotherme au dessus du domaine de l'évolution B ($T = 400$ °C) à la structure de trempe, l'austénite mère se décompose selon un processus conduisant à la formation simultanée des phases d'équilibre ($\alpha + \gamma_2$). La germination de la cellule biphasée s'effectue presque exclusivement aux joints de grains de la phase mère β_1 (figure 5 (a)).

La croissance se poursuit en développant des lamelles alternées orientées vers le cœur du grain de phase mère (figure 4 (b)). Il est remarqué que pendant la formation de nouvelles ramifications de la phase γ_2 (en gris foncé sur les micrographies), la matrice au voisinage immédiat s'appauvrit en aluminium et se transforme en phase α (de couleur gris clair sur les micrographies). Simultanément, l'épaisseur des lamelles biphasées formées antérieurement augmente indiquant un phénomène de coalescence.

Initialement, la croissance d'une colonie biphasée s'effectue dans le sens longitudinal et dans le sens radial par rapport au joint de grain. La croissance longitudinale cesse lorsque les colonies se rencontrent. Ainsi, le front de réaction se trouve réduit entraînant une cinétique de croissance de plus en plus lente. De ces remarques on conclut que le mode de précipitation des cellules biphasées $\alpha + \gamma_2$ s'effectue par un mode continu.

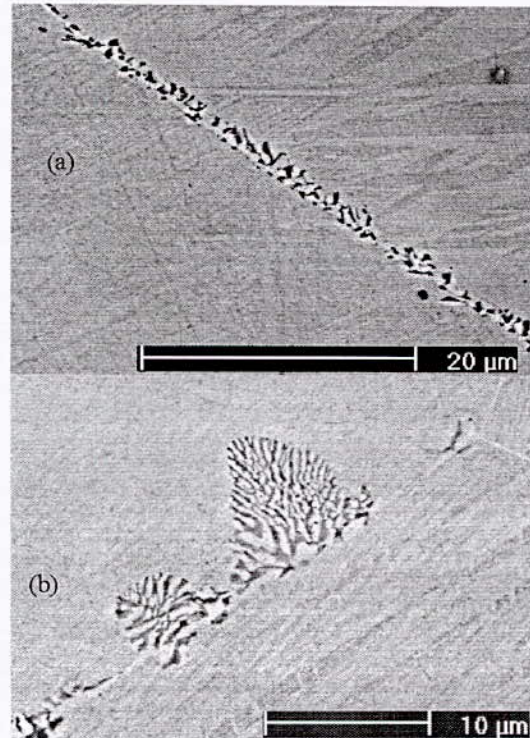


Fig. 5. micrographies électroniques obtenues à partir de la structure de trempe après vieillissement à 400 °C pendant (a) 10 min, (b) 20 min.

Sur la figure 6, on remarque que les cellules biphasées progressent au sein de la matrice jusqu'à épuisement complet de celle-ci.

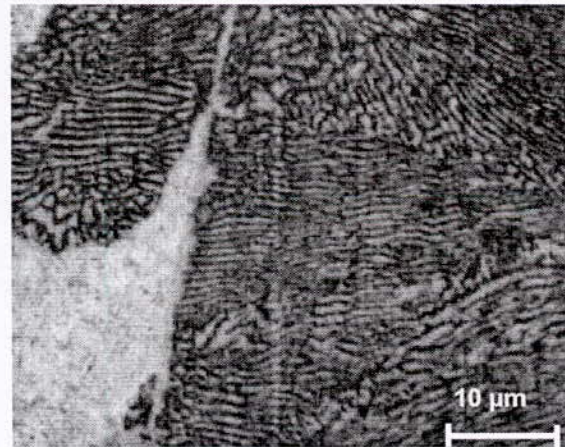


Fig. 6. Structure en lamelles alternées de phase α et de phase γ_2 obtenue après un traitement de 520 min à 380 °C.

En appliquant un traitement à plus haute température (supérieure à 450 °C), les colonies de phase γ_2 se forment aussi bien dans les joints de grains que dans le volume (voire figure 7). Ce mode de précipitation semble

différent de celui observé dans le cas d'un traitement à plus basse température.

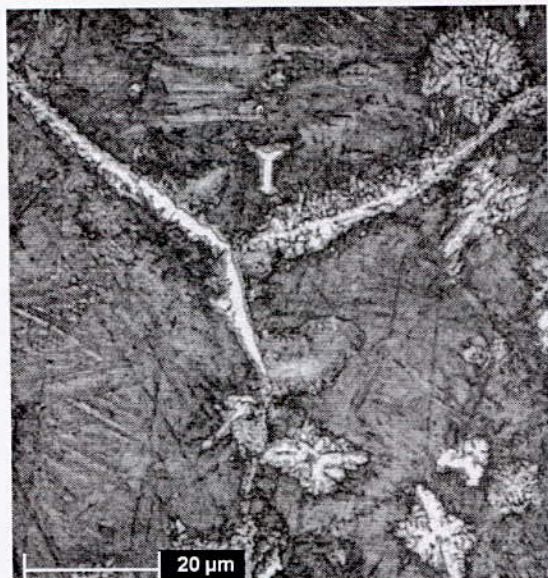


Fig. 7. micrographie optique obtenue au terme d'un traitement de chauffage continu jusqu'à 500 °C suivie d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante ($V_c = V_r = 10$) °C/min).

En effet, lorsque la température est élevée, les phénomènes de diffusion sont accrus permettant une mobilité des atomes du soluté sur de grandes distances. Associés à une énergie d'activation pour la formation des phases d'équilibre plus basse, entraîne une cinétique de transformation plus importante ; quelques minutes à 500 °C suffisent pour décomposer complètement l'austénite mère. On constate que les colonies de phase γ_2 se développent en rosettes semblables à la structure de solidification.

L'analyse par diffraction des RX d'échantillons initialement trempés et ayant subi un vieillissement à 400°C durant un temps échelonné suivie d'un refroidissement à l'eau montre une évolution progressive (figure 8). La microstructure de trempé est essentiellement martensitique du type β'_1 . Les raies de diffraction présentes sur le diagramme de l'échantillon n'ayant pas subi un vieillissement (diagramme NT) correspondent respectivement à $(00\ 18)\beta'_1$, $(12\ 8)\beta'_1$ et $(12\ 10)\beta'_1$.

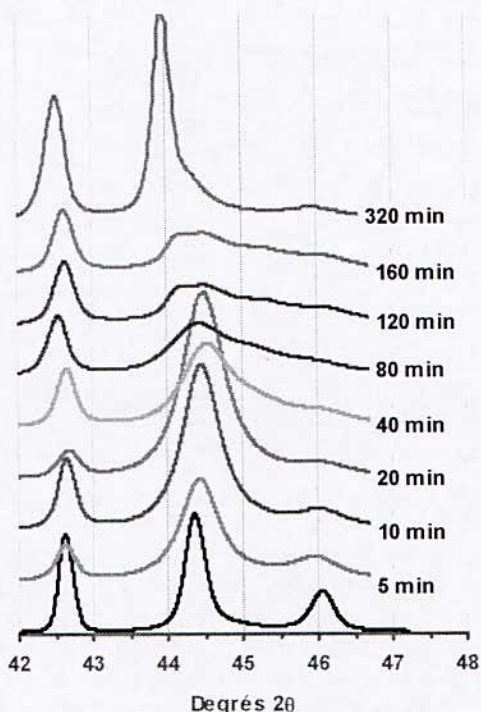


Fig. 8. Diffractogrammes obtenus à partir d'échantillons initialement trempé puis vieillis à une température de 400 °C pendant une durée variable et ramenés rapidement à la température ambiante. Le diagramme NT correspond à la structure trempé et non vieillie.

Après le maintien à 400 °C, la raie $(00\ 18)$ de la martensite disparaît progressivement en faveur de la raie (111) de la phase α . La structure de la phase mère non encore transformée au terme d'un vieillissement à 400 °C durant un temps supérieur à 40 min donne, au refroidissement ultérieur, une structure complexe dont les raies de diffraction sont moins précises. Pour une durée relativement élevée de vieillissement (320 min à 400°C), la transformation complète de l'austénite mère est alors achevée. En effet la raie (411) ; $(330)\gamma_2$ devient plus intense.

La durée nécessaire à la décomposition complète de la phase mère à la température de 400 °C est importante (plus de 5 h de maintien). Ceci suggère qu'un traitement à une température plus basse nécessite un temps de maintien plus important d'où une cinétique plus lente de transformation. De ce fait, on montre que les alliages à mémoire à base de Cu-Al-Ni, présentent une grande stabilité de l'austénite mère aux températures relativement élevées

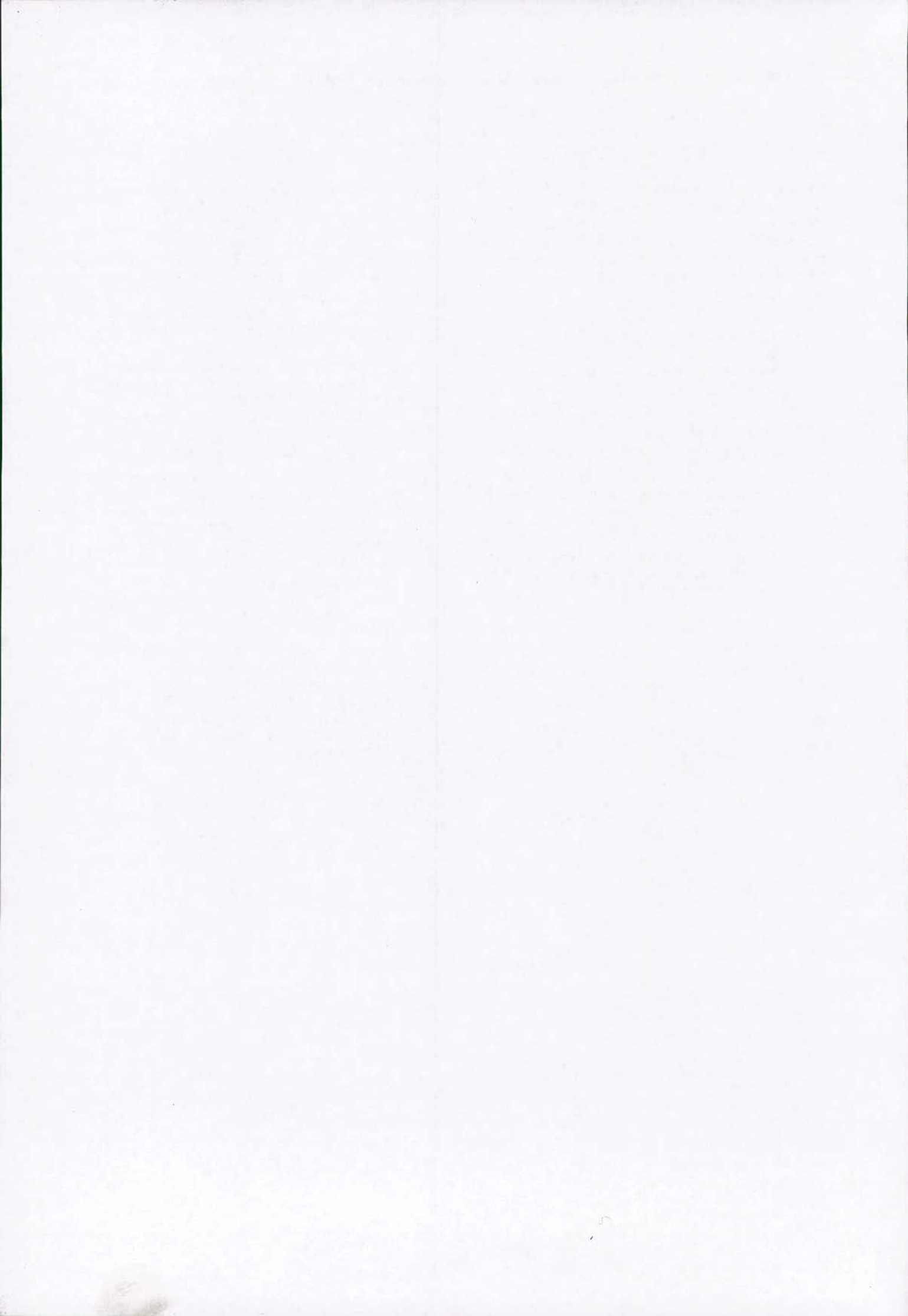
V. CONCLUSIONS

Un alliage à mémoire à base de Cu-Al-Ni subit diverses transformations lorsqu'il est porté à une température relativement élevée. Les proportions de phases d'équilibre formées durant un séjour prolongé à haute température affectent irréversiblement les propriétés de thermoélasticité de la martensite. Au cours de cette étude nous montrons que :

- La cinétique de vieillissement des alliages AMF à base de Cu-Al-Ni est très lente lorsque la température maximale atteinte reste inférieure à 220 °C
- En augmentant la température maximale de traitement, au refroidissement, le taux de martensite formé diminue.
- Un chauffage très lent au dessus de 450 °C provoque une transformation très lente et irréversible au sein de l'austénite.
- Le mode de précipitation des cellules biphasées $\alpha + \gamma_2$ s'effectue par un processus continu lorsque la température maximale de traitement isotherme est fixée à 400 °C.

VI. REFERENCES

- [1] J. YE, M. Tokonami, and K. Otsuka, *Metal. Trans. A*, 1990, Vol. 21A, pp.2669-2678.
- [2] K. Mukunthan and L.C. Brown: *Metal. Trans.* 1988, Vol. 19A, pp. 2921-2929.
- [3] J.W. Kim, D.W. Roh, E.S. Lee, and Y.G. Kim: *Metall. Trans.A*, 1990, Vol. 21A, pp.741-744.
- [4] K. Sugimoto, K. Kamei, H. Matsumoto, S. Komatsu, K. Akamatsu and T. Sugimoto: *Journal de Physique*, colloque C4, supplément au n° 12, T 43, 1982, pp. C4-761-766.
- [5] P. Rodriguez, Etude de la fatigue thermique est thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme haute température type CuAlNi, 1989, INSA, LYON.
- [6] Jogender Singh, H. Chen, and C.M. Wayman: *Scripta Met.*, Vol. 19, 1985, p. 887.
- [7] M. Bouabdallah et G. CizeronI, Evolution of the martensitic transformation by ageing in Cu-Al- Ni SMA : *Annales de Chimie Science des Matériaux.*, Vol. 28, 2003, pp. 31-39.
- [8] M. Bouabdallah et G. Cizeron, Caractérisation par DSC des séquences de transformation au cours d'un chauffage lent des alliages AMF à base de Cu - Al - Ni : *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 68 (3), 2002, pp. 951-956..
- [9] Jogender Singh, H. Chen, and C.M. Wayman: *Scripta Met.*, Vol. 19, 1985, p. 887
- [10] M. Bouabdallah, H. Cheniti, A. Avhoutr, G. Cizeron, Comportement de l'austénite mère aux traitements lents au dessus de Af dans les alliages AMF à base de Cu-Al-Ni, *J. Phys. IV* 122, 2004, pp. 97-101.



CORRELATION DES PROPRIETES MECANQUES ET ELECTRIQUES DES MATERIAUX NON-CONDUCTEURS

D.TREHEUX*, D. JUVE.

Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR CNRS 5513

Ecole Centrale de Lyon

69134 Ecully cedex (France)

*Email: dtreheux@ec-lyon.fr

I. INTRODUCTION

Effets de charges électriques et propriétés des matériaux non conducteurs

De nombreux processus mécaniques sont accompagnés de phénomènes mettant en évidence des particules chargés. En particulier la fractoémission et la triboélectrification sont maintenant bien connues. En fait, la production et l'émission de particules chargées sont liées à des transports de charges qui apparaissent entre deux surfaces par simple contact ou lors de la création de deux surfaces par fissuration ou rupture [1].

Malgré ces observations, l'étude des propriétés mécaniques des matériaux non conducteurs est abordée classiquement selon des concepts bien souvent développés pour les métaux. Le rôle des charges électriques dans les bilans énergétiques n'est, par suite, généralement pas pris en compte. Nous tenterons de montrer ici, par des exemples, que les énergies ainsi mises en jeu ne semblent pas négligeables pour des phénomènes tels que la rupture, l'adhésion et l'adhérence ou encore le frottement et l'usure.

En analysant les résultats de précédentes études, complétés par nos propres résultats, nous verrons que les problèmes mécaniques et diélectriques peuvent être bien souvent corrélés en faisant intervenir l'effet des charges électriques car toute sollicitation (mécanique, électrique, radiative...) correspond à une injection de charges dans le matériau non conducteur. Avant d'analyser les différentes propriétés mécaniques ou diélectriques qui nous intéressent ici, il est donc indispensable de rappeler les éléments théoriques principaux de la Physique des Isolants Chargés.

II. PHYSIQUE DES ISOLANTS CHARGES

II.1. Mouvement et piégeage d'une charge électrique

Un isolant a une conductivité très faible parce qu'il n'y a pratiquement pas de charges à conduire et non parce qu'il

n'est pas apte à conduire les charges. Ainsi les mobilités de charges dans l'alumine sont presque trois fois plus fortes que dans le cuivre alors que la conductivité de l'alumine est de 23 ordres de grandeur plus faible. Cependant il ne suffit pas d'injecter des charges dans un isolant pour observer une conduction car, contrairement à un métal, un isolant peut piéger des charges. Un porteur de charge introduit dans un matériau isolant ne se déplace donc que sur de courtes distances, sauf si il diffuse en surface, car il peut se trouver rapidement piégé en volume. En fait l'injection d'une charge va induire une polarisation du milieu environnant, car aucun porteur libre n'est disponible pour écranter le champ créé et rétablir l'équilibre électrostatique. Par suite le mouvement de cette charge électrique ne correspond pas à un déplacement dans la bande de conduction mais, étant donné la polarisation du milieu environnant, la charge en mouvement est liée aux ions du réseau ce qui correspond à un niveau d'énergie de la bande interdite ou bande polaronique introduite par le concept du polaron de Mott [2] (Fig.1).

De plus, dans le cas d'un matériau désordonné, il faut tenir compte des états d'Anderson localisés en queue de bandes (valence et conduction) [3]. La mobilité dans ces états localisés peut devenir suffisamment élevée pour engendrer un courant au sein de l'échantillon et une expansion de la charge injectée [4].

Si le matériau contient des défauts (impuretés, défauts étendus, distorsions intrinsèque ou extrinsèque...) ces derniers vont modifier localement la polarisabilité du matériau. Ces sites peuvent alors stopper la charge et si le porteur est ainsi localisé pendant un temps supérieur à un temps caractéristique de l'ordre d'une période de vibration atomique (10^{-12} s), les ions qui l'entourent ont le temps de se déplacer ce qui renforce la localisation du porteur, d'où va résulter un piégeage stable de la charge (Fig.1). Ce déplacement d'ions induit le stockage d'une « énergie de polarisation », essentiellement de nature mécanique, qui peut être supérieure à 5 eV par charge piégée [4].

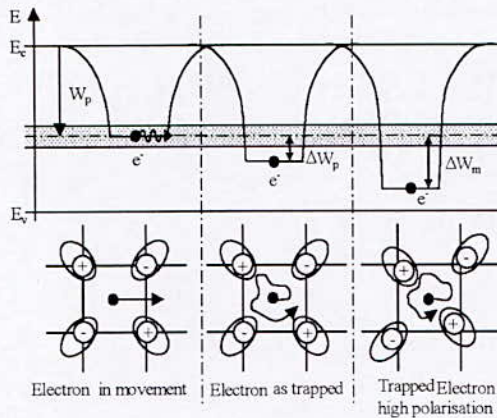


Fig. 1. schéma des mouvements de charges dans un matériau non conducteurs avec diffusion polaronique et piégeage, selon le concept du polaron.

Sous l'effet d'une sollicitation (mécanique, électrique, thermique, radiative...) le dépiégeage de cette charge peut se produire. Si la densité de charges piégées est critique (forte localisation de charges donc forte localisation d'énergie), on assiste à la libération de cette énergie qui, selon la capacité du matériau à l'évacuer, sera transformée en agitation thermique ou sera à l'origine d'ondes de choc susceptibles d'entraîner des phénomènes catastrophiques (claquage, fracture, usure...). Dans le cas contraire les charges peuvent s'étaler sans provoquer la détérioration brutale du matériau, mais en induisant un vieillissement du matériau [5].

Dans ce contexte, il est important de pouvoir disposer d'une méthode expérimentale qui simule l'injection de charges (donc une sollicitation) et qui permet de suivre l'évolution (diffusion, piégeage..) des charges induites, dans le matériau. Pour cela nous utilisons la méthode SEMME ou "miroir" (Scanning Electron Microscope Mirror Effect) développée au CEA/DAM et au laboratoire [6].

II.2. Moyen de caractérisation

La méthode miroir utilise un MEB instrumenté permettant d'injecter, sous forte énergie (typiquement 30 kV), une quantité connue Q_i d'électrons. Lors de l'injection, des électrons sont distribués dans l'échantillon isolant. Des charges d'influence de signe opposé aux charges injectées sont développées, afin d'annuler l'effet du champ électrostatique. Le courant I_m de ces charges d'influence peut être connu à partir du courant de masse du MEB mesuré tout au long de l'injection. A partir de l'aire sous la courbe $I_m = f(\text{temps d'injection})$ on peut déduire la quantité de charges Q_m distribuées dans l'échantillon pendant l'injection [7]. Si, lors de cette dernière, des électrons sont piégés et stabilisés localement dans le matériau, des surfaces équipotentiels sphériques vont apparaître dans le vide du microscope. Si ensuite on vient observer l'échantillon avec un faisceau électronique

incident de faible énergie (V_b) et d'angle d'incidence faible, les électrons vont se réfléchir sur ces équipotentiels: c'est l'effet miroir (Fig 2) [6]. Il suffit alors de mesurer le diamètre d de l'image du dernier diaphragme (Fig1) pour tracer la courbe $1/d = f(V_b)$. La quantité de charges Q_p , stabilisées et piégées localement dans le matériau, se déduit à partir de la pente de la droite comme suit [6] :

$$\frac{1}{d} = \frac{4L}{d'} \frac{1}{AQ_p} V_b$$

avec :

L : distance de travail entre la surface de l'échantillon et le diaphragme du microscope.

d' : diamètre du dernier diaphragme.

A : constante qui dépend de l'épaisseur de l'échantillon et de la permittivité ϵ_r du matériau.

La comparaison de Q_p et Q_m est intéressante puisque si Q_p/Q_m est voisin de 1 les charges distribuées dans l'échantillon lors de l'injection sont toutes piégées localement, alors que si Q_p/Q_m tend vers 0, elles ont diffusé dans l'échantillon.

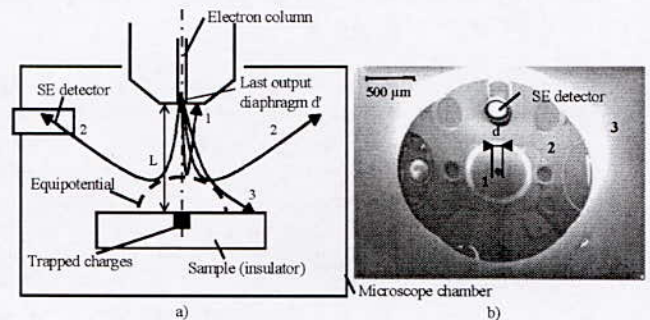


Fig. 2. méthode SEMME. a) schéma du microscope instrumenté. Lors de la phase d'observation, les électrons issus du canon à électrons vont se réfléchir sur les équipotentiels créés par la charge piégée Q_p . La trajectoire 1 correspond à l'image du dernier diaphragme ; les électrons ayant la trajectoire 2 impactent la chambre du microscope donnant l'effet miroir. Les trajectoires 3 sont déviées mais viennent impacter l'échantillon.

De plus, le microscope est équipé d'un système qui permet de contrôler la température des échantillons entre -150 °C et +350 °C. Nous pouvons donc mesurer le rendement de piégeage ($\delta = Q_p/Q_i$) d'un matériau isolant pour différentes températures et ainsi caractériser la profondeur de ses pièges actifs.

III. QUELQUES INDICES DE CORRELATIONS PROPRIETES MECANIQUES-PROPRIETES ELECTRIQUES

Outre les effets de charges notés au cours de sollicitations mécaniques (triboélectrification, fractoémission), on peut noter que tout comme les propriétés mécaniques, le claquage dépend de la microstructure et des défauts: Kingery [8] et plus récemment J. Liebault et coll [9] montrent ainsi une réduction de la tenue au claquage avec l'augmentation de la porosité ou de la taille de grains.

Kishimoto et coll. [10] proposent une analogie entre claquage et résistance mécanique par la comparaison des modules de Weibull des deux phénomènes: la distribution est très proche ce qui laisse supposer que les mêmes défauts sont à l'origine de la rupture mécanique et du claquage.

Caso et coll [11] ont regardé l'influence d'un champ électrique appliqué perpendiculairement à la surface de rupture lors de mesure de croissance sous critique de fissures dans du verre. L'application d'un champ électrique conduit à une diminution de la vitesse de propagation suivie d'un arrêt de la fissure.

De même Liang [12] a montré que la ténacité de Y_2O_3 était réduite par l'application d'un champ électrique de 10^5 V/m.

III.1 Rôle d'une contrainte mécanique sur la mobilité des porteurs de charges

L'expérience suivante (Fig.3-4) [13], qui a été réalisée in situ dans le MEB instrumenté pour la méthode miroir, montre que l'application d'une contrainte mécanique de flexion modifie significativement la réponse du matériau à l'injection des charges, donc ses propriétés. On note que le rendement $\Pi_{ab} = Q_m/Q_i$ (Fig.3) augmente très rapidement dès l'application de la contrainte puis se stabilise vers 0,6. La décroissance finale correspond à une brutale évolution du matériau peu avant sa rupture. Les courbes de courant de masse complètent ces résultats (Fig.4): le piégeage est fort à 86 MPa (Q_p et Q_m sont proches et élevées), alors que Q_m diminue pour la contrainte la plus élevée (344MPa soit 98% de la résistance à la flexion) et que Q_p devient nul (absence de miroir). Le plateau obtenu dans ce cas (Fig.4) correspond à une augmentation de la diffusion des charges sous contrainte en dehors de la zone d'injection. En fait cette diffusion est significative (absence de miroir stable) au delà de 200MPa. En résumé, la contrainte favorise un piégeage stable pour de faibles valeurs, puis elle aide à la délocalisation des charges pour des valeurs plus élevées.

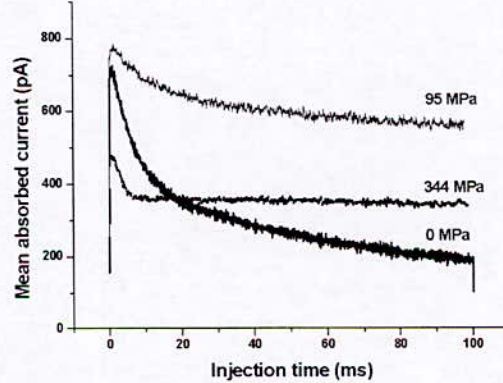
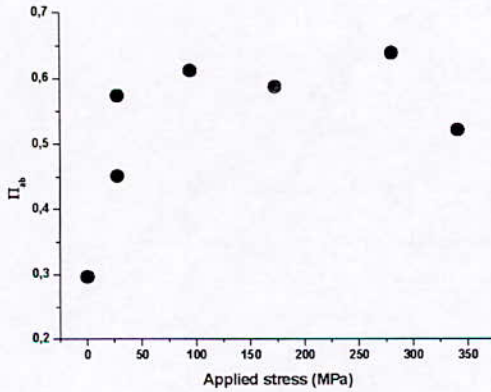


Fig. 3 et 4 : Les caractéristiques diélectriques sont mesurées sous flexion in situ dans le MEB. A gauche, évolution du rendement $\Pi_{ab} = Q_m/Q_i$, à droite évolution des courbes de courant de masse pour 3 contraintes statiques. Les résultats présentés ici ont été obtenus sur de l'alumine monocristalline (saphire), mais des résultats analogues sont observés sur des polymères. D'après [13].

Tableau 1: Rendements de piégeage et ténacité de monocristaux d'alumine après différents traitements thermiques, électromagnétiques et mécaniques.

Traitements du saphire	Recuit à 1500 °C / 4 h	Recuit à 1700 °C / 24 h	1500 °C puis irradié aux UV	Après frottement Dans la zone frottée 1500°C/4h	Après frottement en dehors de la zone frottée
Rendement de piégeage Q_p/Q_i	0,02	0	0,1	0,45	0,45
K_{IC} (MPa.m ^{1/2})	7,40 ± 0,2	7,84 ± 0,4	6,8 ± 0,2	6,98 ± 0,2	7,18 ± 0,3

Le tableau 1 compare les rendements de piégeage et la ténacité du saphire pour quelques traitements. On note une diminution de la ténacité pour les traitements conduisant à une augmentation du piégeage. Nous reviendrons plus loin sur les résultats en frottement.

De même la résistance à la flexion d'alumines polycristallines est d'autant plus élevée que la capacité du matériau à piéger les charges est faible. Une évolution analogue a été constatée sur le claquage diélectrique [14].

III.2 Effet du piégeage de charges sur la ténacité.

Le saphire (alumine α pure monocristalline, différent du saphir « bleu » français) présente l'avantage d'être un matériau modèle sur lequel on peut faire varier la nature des défauts (sites de piégeage) par effet mécanique (en frottement, par exemple) ou par traitements thermiques (défauts ponctuels liés aux lacunes d'oxygène) ou électromagnétiques (modification des lacunes par UV, RX) [5].

IV. ADHESION.

Lors de la mise en contact de deux corps, différentes forces superficielles à courte, moyenne et longue portée participent à l'adhésion.

Elles regroupent [1] :

- les interactions inter-atomiques (0,1 à 0,2 nm) par recouvrement des orbitales de surfaces, transferts électroniques et équilibrage des niveaux de Fermi,
- les interactions dipolaires de type van der Waals
- les forces électrostatiques à grande distance liées à la polarisation des milieux et à l'apparition d'une charge d'espace.

Des approches utilisant la microscopie à force atomique [15], la modélisation par dynamique moléculaire [16,17] et la physique des isolants chargés [18] ont fait progresser cette approche physique du contact.

Horn et Smith [19] mettent en évidence la création de charges lors du contact silice/mica, de l'ordre d'un électron tous les 80 à 320 sites. Ces charges contribuent à un travail d'adhésion élevé (6,6 à 8,8 J/m²) au niveau de

l'interface, dont les valeurs sont comparables aux énergies de cohésion de solides ioniques ou iono-covalents. Plus récemment, Sounilhac et coll. [20], pour des expériences en AFM sur du TiO₂ stoechiométrique (non conducteur) et du TiO₂ non stoechiométrique (conducteur), mettent en évidence l'effet des charges électriques : pour le TiO₂ non stoechiométrique les forces mesurées correspondent à une loi de van der Waals retardée à longue distance ($D > 15$ nm) et à une loi de van der Waals non retardée, à courte distance ($D < 15$ nm).

Pour le TiO₂ stoechiométrique, on retrouve une même loi à courte distance alors qu'à grande distance les résultats montrent que les forces électrostatiques dominent (Fig.5).

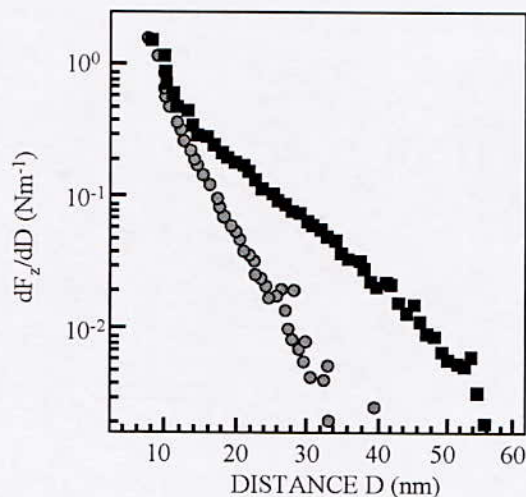


Fig. 5. Evolution du gradient de force en fonction de la distance pointe (en tungstène)/ oxyde de titane sur du TiO₂ stoechiométrique (carrés noirs) et sur du TiO₂ non stoechiométrique (cercles). L'effet des charges est significatif à grande distance pour le TiO₂ isolant.

Une autre illustration de ces effets de charges sur l'adhésion a été donnée par Stoneham [21] en se basant sur l'introduction de charges images (virtuelles) liées aux charges réelles piégées dans le solide isolant. Cet auteur explique ainsi pourquoi l'angle de contact eau/SiO₂ dépend de l'épaisseur de la couche de SiO₂ présente sur le substrat en Si.

Une autre expérience, que nous avons réalisée dans le MEB, illustre le rôle des charges piégées dans un isolant sur l'adhésion [22]. Les électrons émis par le canon sont injectés dans une bille en acier reposant sur un échantillon horizontal en quartz (Fig.6a). Au cours de l'injection, des charges sont transférées et piégées dans le quartz. Il est alors possible d'incliner l'échantillon en quartz (jusqu'à plus de 60°) sans observer le moindre mouvement de la bille (fig6b).

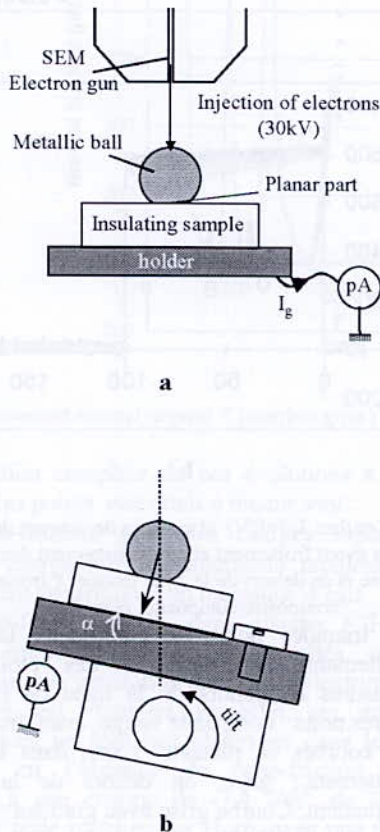


Fig. 6. Injection d'électrons à travers une bille en acier (a). Après transfert de charges dans l'isolant en quartz (qui a une forte capacité à piéger les charges), il est possible d'incliner le porte-échantillon sans observer le roulement de la bille qui est adhérente au quartz [22].

V. FROTTEMENT-USURE

V.1 Coefficient de frottement

Nous avons montré [1-23] que le frottement du saphire, en l'absence d'usure, conduisait dès la mise en mouvement, à la création de sites de piépage de charges (à priori des dislocations) et à des mécanismes de piépage - dépiépage qui induisent un stockage ou une dissipation d'énergie dans le tribosystème. Par suite le coefficient de frottement va dépendre de ces

phénomènes : il augmente lorsque des charges sont piégées, ils diminuent lors d'une relaxation et, plus surprenant, il dépend de la nature des porte-échantillons (le coefficient est doublé avec un porte-échantillon isolant par rapport à un porte-échantillon conducteur !) [23].

Pour confirmer ces premières expériences, nous avons mesuré le coefficient de frottement de monocristaux d'alumine en considérant de faibles pressions de contact et en évitant l'usure des surfaces. Les échantillons ont subi différents traitements thermiques et électromagnétiques cités précédemment (tableau 1) : 1500 °C pendant 4 heures et 1700 °C pendant 24 heures et, pour modifier l'arrangement électronique de ces défauts (impuretés, lacunes), l'échantillon recuit à 1500°C a été irradié avec un rayonnement UV. Le traitement à 1000°C pendant 1 heure est insuffisant pour restaurer la surface (en particulier les dislocations créées par l'usinage), il conduit à un piépage fort identique à celui observé après frottement.

Lorsque la surface est restaurée, l'analyse par SEMME a montré que les pièges correspondent principalement aux lacunes d'oxygène. En effet, plus la température du recuit augmente et plus le réseau s'est reformé; les lacunes sont neutralisées et elles ne peuvent plus piéger d'électrons. En ce qui concerne l'irradiation UV, les lacunes d'oxygènes chargées sont vidées de leurs électrons sous l'effet du rayonnement électromagnétique ainsi le matériau pourra piéger une plus grande quantité de charges [1].

Pour représenter les résultats tribologiques nous avons choisi de prendre le modèle de Tabor et Georges [24,25] qui permet de réécrire le coefficient de frottement sous la forme suivante:

$$\mu = \frac{\tau_{ad}}{P_{ext}} + \alpha$$

- où :
- P_{ext} est la pression de contact induite par la force normale extérieure
 - τ_{ad} est la contrainte de cisaillement de l'interface qui ne prend en compte que les forces d'adhésions et non les forces extérieures (τ_{ad} est indépendant de P_{ext})
 - α représente la rugosité des surfaces et, dans le cas d'un usure frottement pur, ce terme est également indépendant de P_{ext} .

Les résultats présentés sur la figure 7 montrent que le modèle est vérifié avec une modification de la pente (c'est à dire de τ_{ad}) en fonction du traitement subi par les échantillons alors que le terme α reste constant, voisin de 0,1 (la rugosité des échantillons n'est pas modifiée par les traitements, ce qui a été vérifié par AFM). La comparaison de ces résultats avec les rendements de piépage (tableau1) prouve la corrélation entre la capacité de piépage et le coefficient de frottement. En effet, au cours de nos essais de frottement, les phénomènes de

ON A DETERMINATION OF RESIDUAL STRESSES AND WEAR RESISTANCE OF THERMALLY SPRAYED MOLYBDENUM ON A STEEL SUBSTRATE.

M. LARIBI ^{1,*}, A. B. VANNES ², D. TREHEUX ²

¹ LSGM, Département de Métallurgie. Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. 10 Ave. Hassen Badi, B.P 182, El Harrach, Algiers. Algeria. Fax : 00 213 (0) 21 52 29 73

²Département MMP – UMR CNRS 5621, Ecole Centrale de Lyon, 36 Avenue Guy de Collongue, BP 163, 69 134 Ecully Cedex, Lyon, France.

ABSTRACT

Thermally sprayed molybdenum coatings are widely used to combat degradation of components and structures due to mechanical wear. However, the behavior and durability of these coatings are extremely depending on their properties and on the spraying conditions.

To date, efforts forwarding to develop thermal spray coatings technology have been focused on increasing the durability and integrity of the coating. Improvement of mechanical characteristics such as wear resistance of the deposit, minimizing residual stress level and reducing porosity are the main objectives of these works.

The aim of this paper is to determine residual stress distribution and wear resistance of molybdenum coating thermally sprayed on a steel substrate. Internal stress determination has been performed using an extensometric method in combination with a simultaneous progressive electrolytic polishing and the tribological behavior has been determined using a simple ball-on-plate tribometer.

The study has also been focused on the influence of a post-annealing at 850 °C for one hour in vacuum followed by air cooling either on the residual stresses distribution or on the wear resistance under specific wear and lubrication conditions.

Keywords: Thermal spraying; Molybdenum coating; Steel substrate; Microhardness; Residual stresses; Wear resistance; Heat treatment; Lubrication

I. INTRODUCTION

Thermal spraying processes are widely used to produce coatings on original constructions as well as in repair and maintenance of long standing structures. Thanks to their properties, molybdenum coatings find interest for anti wear and other mechanical applications.

This work presents an experimental determination of the residual stresses using an extensometric method combined with a gradual electrolytic polishing and a

study of the molybdenum coating wear resistance using a simple ball-on-plate tribometer. The influence of a post-annealing in vacuum at 850°C is also considered.

II. MATERIALS AND SPRAYING CONDITIONS

The substrate was a 35CrMo4 (Euronorm) steel with area dimensions of 60 mm x 40 mm and a thickness of 3 mm. The coating was molybdenum with the industrial designation 99E [1]. It was deposited as a wire using a Mark 62 flame spray gun (Metal Spray, Co. Ltd, Auckland, New Zealand). The thickness of this deposit was about 0.4 mm.

The chemical compositions of the substrate and molybdenum wire used are presented in Table 1.

Table 1. Chemical composition (weight %) of the materials used

(Wt. %)	Fe	C	Cr	Ni	Al	Mo
Material						
35CrMo4	98	0.33	1.2			0.3
99E						99.2

Prior to the deposition, samples were cleaned, degreased and grit blasted according to the usual procedures [2-4].

Table 2. Spraying conditions of molybdenum coating

Acetylen pressure	10 ⁵ Pa
Oxygen pressure	1.6x10 ⁵ Pa
Speed of wire moving	0.065 m/s
Spraying distance	140 mm
Wire diameter	2 mm

For all the specimens, a roughness value Ra of about 7 µm, which is suitable for a good mechanical adhesion of the deposit [5], was obtained. Table 2 presents the thermal spray conditions of the 99E molybdenum coating.

After thermal spraying, a part of the samples were annealed for one hour at 850°C in vacuum to study the influence of such annealing. Two different types of samples were then obtained depending on whether they are post annealed or not.

III. CHARACTERIZATION TECHNIQUES

III.1. Microhardness

An HV microhardness profile is realized on each type of the bimaterials. The obtained values represent the average of three measurements made at each point across the layers of the different samples and the error is estimated to be $\pm 5\%$.

III.2 Residual stresses

The procedure of determining residual stresses consists in measuring micro-deformations using a bi-directional extensometric gauge glued on the substrate side of the materials. Very thin layers of the deposits are removed by electrochemical polishing across the sample surface. Longitudinal and transversal deformations ϵ_{Long} and ϵ_{Trans} are instantaneously measured after each removal [6-7]. The electrochemical machining was performed using a DISA Electropol Mark 5 (Struers Instruments, Copenhagen, Denmark) electropolishing machine using a 50 g/l sodium chloride (NaCl) solution (Fig. 1).

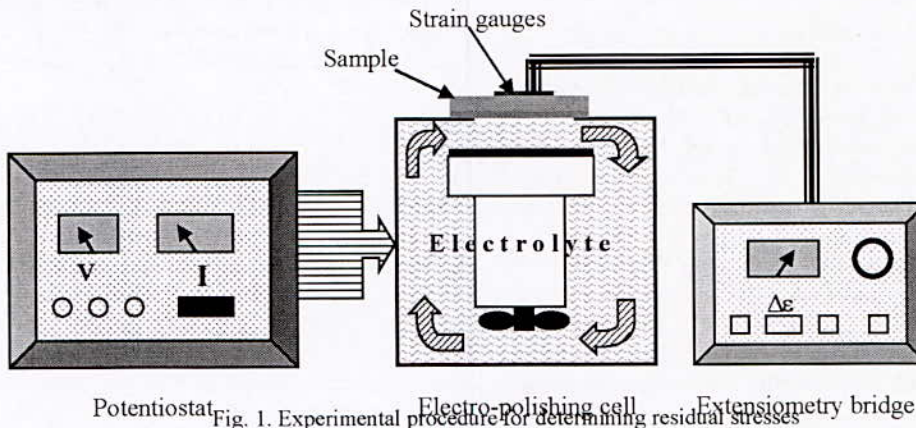


Fig. 1. Experimental procedure for determining residual stresses

The temperature was maintained below 40°C in order not to generate additional thermal or mechanical stresses during the electrochemical machining process. The optimal electropolishing parameters were determined by preliminary studies and are: $I = 4A$ and $V = 20V$ and a machining speed of about 5 $\mu m/min$. Under these conditions, the polishing was uniform and removed the as-received surface roughness of the coatings. The thickness of each removed layer was about $50 \pm 5 \mu m$. The stress distribution that was originally in the material may be calculated from the stress history as material is removed. The principle of this measurement method is based on the evaluation of the stress rearrangement which takes place when a small thickness of deposit is removed from the surface. The related displacements along the faces opposite to the machining direction are measured by CEA-XX-125UT-120 strain gauges connected to Vishay P3500 extensometer bridge (Vishay Micro-measurements group, North Carolina, USA). The deduced micro-deformation values $\Delta\epsilon_{Long}$ and $\Delta\epsilon_{Trans}$ are loaded into a program that calculates the residual stress distribution in the sample [2] [6] [8].

The determination of the Young's modulus E of the used materials (35CrMo4 and 99E) needed for this computation procedure, was done in a series of experimental studies using a test based on the magnetic resonance method [9]. It is to be noticed that the Young's modulus depends on the oxidization and the porosity of

the coating. E increases when the material is oxidized and E decreases when the material becomes more porous.

These two opposing trends give rise to values presented in Table 3. Poisson's ratios were estimated on the basis of the web-elements table indications [10] and are presented in table 3 too.

Table 3. Young's modulus and Poisson's ratio of the used materials

Material	35CrMo4	molybdenum
E (GPa)	208	424
ν	0.30	0.31

The results are presented to show how the residual stresses evaluate from the surface of the deposit into the substrate, at which point they converge to zero. Deformation measurements and residual stresses determination are made to an accuracy of $\pm 10\%$.

III.2.1 Coatings wear resistance

Wear testing was carried out using a simple ball-on-plate tribometer (developed in MMP- E.C.Lyonlaboratory) witch was computer assisted for data acquirement and treatment.

Curves representing

friction coefficient evolution vs. cycles number were simultaneously plotted during tests (Fig. 2). The plate represents the coated specimens whereas the ball is a hardened 100Cr6 steel with a hardness of about 63 HRC (equivalent to about 700 HB) and a diameter of 10 mm. Before wear tests, samples surfaces were well polished using multi-graded abrasive papers and then cleaned.

Tests were achieved at room temperature in ambient air using a line sliding speed of 5 mm/sec motor speed). A normal load of 20 N was applied for 1000 cycles. The back and forward track distance was about 16 mm. Unlubricated and lubricated tests using a20W-50 base motor oil without any additives were carried out in order to study the influence of such a lubricant on the tribological behavior.

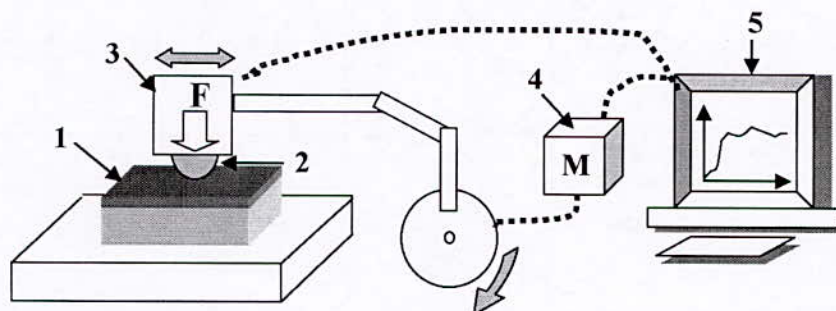


Fig. 2. Experimental sketch of the simple ball-on-plate tribometer used: 1, Coated sample; 2, 100Cr6 steel ball; 3, Wear load; 4, Sliding motor; 5, computer display

IV. RESULTS AND DISCUSSION

VI.1. HV hardness profile

The hardness values of the substrate vary between 240 and 260 HV_{0.1} for all non annealed samples and the annealing at 850°C raised this hardness a little to about 290 HV_{0.1}.

Figure 3 shows that hardness of 99E deposit for all samples decreases after annealing. It changed from about (1700 - 1800 HV_{0.15}) to about 1300 HV_{0.15} due to a more homogeneous distribution of inclusions and smaller sized oxides and pores [7][10].

In fact, heat treatment has induced austenization of the 35CrMo4 substrate and the transformation during cooling in air leads to a slightly finer, so a more harder microstructure compared to the initial alloy.

3.2. Residual stresses distribution

Figure 4 presents the variation of residual stresses σ_{Long} and σ_{Trans} across the thickness of the substrate which was only grit blasted and without any deposit. The obtained curves are similar to those previously observed in the literature [13-14] and show that grit blasting has created a compressive superficial zone of about 250 μ m and the generated compressive residual stresses have an average value of about -350 MPa with a peak of more than -700 MPa at a depth of about 100 μ m.

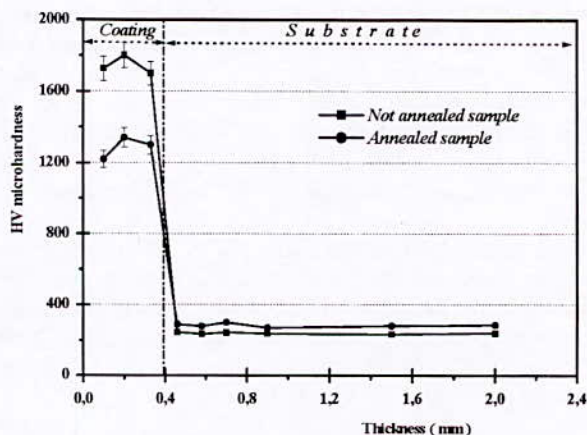


Fig. 3. HV microhardness profile of the 99E/35CrMo4 bimaterial.

It is to be noted that for each sample type, longitudinal and transversal residual stresses σ_{Long} and σ_{Trans} determined in this study were very similar. So, only σ_{Long} will be presented in the following figures for clarity of presentation.

For the 35CrMo4 / 99E samples (Fig. 5), the stresses in the coating are scattered between the two extreme values of -150 and +150 MPa. They became compressive at the surface of the substrate (about -280 MPa) at a thickness of about 100 μ m then decreased to lower values and finally became almost zero.

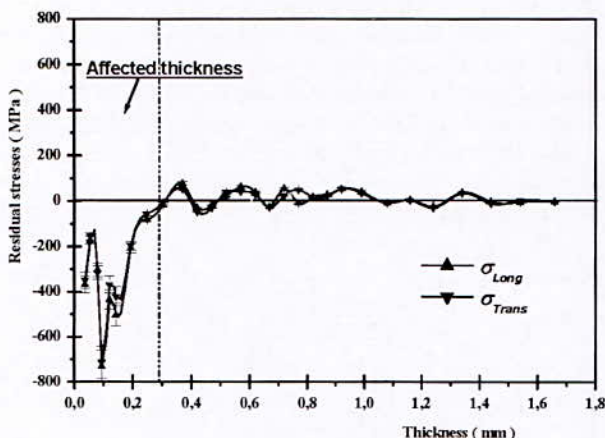


Fig. 4. Residual stresses profile of the grit blasted 35CrMo4 substrate without coating.

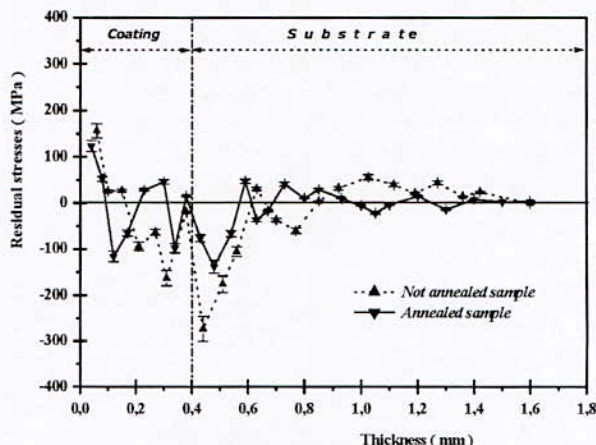


Fig. 5. Residual stresses profile of the 99E/35CrMo4 samples.

The post annealing has minimized them to an average value of -100 MPa which is very suitable for such thermal spraying cases.

The decrease and minimization of the stresses in both coating and substrate under the effect of the post annealing has induced a relaxation of the global structure. The post-annealing has reduced the internal stresses both in the coating and substrate. The profile has similar variations but with much lower compressive values (about -150 MPa) at the surface of the substrate. Also, at the distance of 140 mm, the flame spray procedure induces non-uniform heating of the successive deposited layers.

The fluctuations observed in the coatings are partially due to the thermal spray procedure. On impact with the substrate, the molten particles, moving at velocities in the range 100 - 600 ms⁻¹, flatten to form "splats", cool down by heat transfer to the underlying material and solidify in strongly non-equilibrium conditions [15-16].

IV.3. Coatings wear resistance

Results are presented to show how the friction coefficient evolves function of cycles number with and without lubrication either for annealed or for not annealed samples. Friction testing was first performed on an uncoated 35CrMo4 steel under the same conditions mentioned above. Figure 6 shows that friction coefficient of the 35CrMo4 substrate increases rapidly to rise a value of about 0,3 after 200 cycles then to be established at a value of about 0,33. When lubricated, μ has an average value of about 0,07 \div 0,08. This agrees with the results of other authors according to the steel nature and to the oil lubricant which plays the role of third body and separate the two antagonists [14-16].

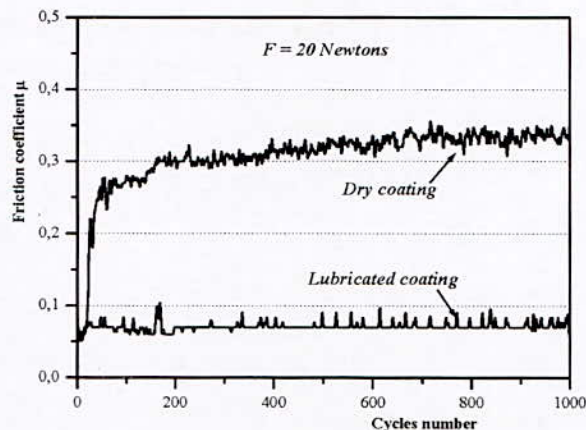


Fig. 6. Friction coefficient evolution vs. Cycles number of CrMo4 substrate

The friction coefficient μ of molybdenum coating has a constant average value of 0,07 for non lubricated sample and 0,06 when the friction testing is operated with lubrication (fig. 7).

Annealing has no significant influence but a little fluctuation of the friction coefficient is observed. Post annealing at 850 °C permitted a little bit increasing and a perturbation of the friction coefficient (fig. 7).

This high friction resistance was expected because of extensive applications of molybdenum based alloys in industrial machinery wear resistance. The lower friction of molybdenum coating ($\mu \approx 0,07$) can be linked to its high hardness (1700 - 1800 HV) in comparison with steel substrate ($\mu \approx 0,33$ without lubrication and 0,07 with lubrication) with hardness is about 250 HV.

Also, the beneficial frictional behavior of molybdenum has been identified by several authors who attribute the lowered friction to the formation of a surface film on the coating [16-17].

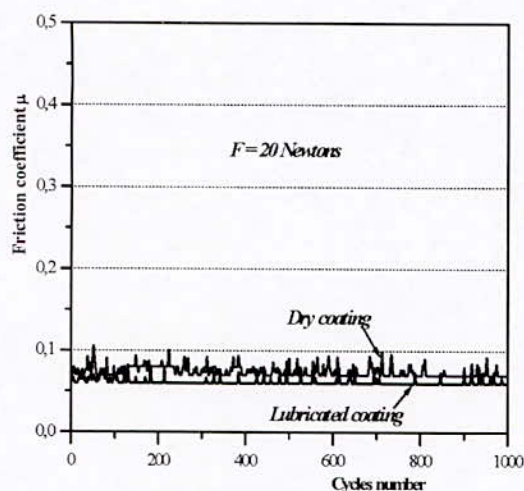


Fig 7: Friction coefficient evolution vs. cycles number of (99E) molybdenum coating after annealing

V. CONCLUSION

In this study, we showed that flame sprayed molybdenum is really very hard even if it decreased from about (1700 – 1800 HV_{0.15}) to about 1300 HV_{0.15} after annealing. This decreasing is very probably due to the homogenous distribution of inclusions, carbides, pores and oxides.

The internal stresses are more or less scattered between ±150 MPa in the coating and in compression (about –280 MPa) at the surface of the substrate.

The post annealing has reduced the residual stresses in both coating and surface of the steel substrate. They are decreased in a ratio of about two in the substrate in case of 35CrMo4/99E sample.

Friction coefficient μ has an average value of 0,07 for non lubricated specimen and 0,06 when the friction testing is operated with lubrication. This self lubricant material is well known to present very good friction behavior [1][17].

VI. REFERENCES

[1] Molybdenum 99E coating characteristics, Technical bulletin of Metalisation Spray Co. Issue: 7/03-96
 [2] J. Lesage, D. Chicot, D. Judas, M. Zampronio et al, Interfacial indentation measurements of adhesion of thermal sprayed NiCr coatings. *Matériaux et Techniques*, N° 9 – 10, 1999, pp. 29–34, (in French).
 [3] H. Herman, S. Sampath and R. Mccune, Thermal

spray: Current status and future trends. *MRS Bulletin*, A publication of the Materials Research Society, Vol. 25, N° 7, 2000.

[4] <http://www.ctioa.org/info/pdf/glossary.pdf>
 [5] G. Lallemand-Tallaron, Study of the microstructure and adhesion of « spinelles » coatings formed by plasma spraying. PhD. thesis. N° 96-58, 1996, E.C.Lyon. France.
 [6] M. Laribi, N. Mesrati, A.B. Vannes and D. Treheux. Adhesion and residual stresses determination of thermally sprayed molybdenum on steel. *Journal of Surface and Coating Technology*, Vol. 166, 2003, pp. 206 – 212
 [7] M. Laribi, A. B. Vannes, N. Mesrati and D. Treheux. Metallurgical characterisation and determination of residual stresses of coatings formed by thermal spraying. *International Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 12 (2), 2003, pp: 234 – 239
 [8] P. G. Charalambides, J. Lund, A. G. Evans and R. M. Mcmeeking, A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterials interface. *Journal of Applied Mechanics*. 56, 1989, pp 77-82
 [9] V. Guipont, Experimental determinations of residual stresses in materials realized by brazing. PhD Thesis. N° 94-50, 1994, E.C.Lyon. France, (in French)
 [10] M. Laribi, N. Mesrati, M. Laracine, A.B. Vannes and D. Treheux. Experimental determinations of residual stresses of structures elaborated by thermal spraying. “*Matériaux et Techniques*” *Journal*, Vol 9-10, 2001, pp: 15-21 (in French)
 [11] I. Iordanova, K.S. Forcey, B. Gergov and V. Bojinov, Characterization of flame-sprayed and plasma-sprayed pure metallic and alloyed coatings. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 72, 1995, pp 23 – 29
 [12] I. Iordanova and K. S. Forcey, Texture and residual stresses in thermally sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology*, Vol. 91, 1997, pp 174 – 182
 [13] M. Hansen, *Metallurgy and Metallurgical Engineering Series*, “Constitution of binary alloys”. 2nd Ed. McGraw Hill Book Co. Inc. 1958
 [14] E. Rabinowicz, *Friction and wear of materials*. John Wiley & Sons, 336 pages 2nd edition July 1995.
 [15] M.P. Overs, S.J. Harris and R. B. Waterhouse, The fretting wear of sprayed molybdenum coatings at temperatures up to 300°C, *Wear of materials*, ASME, 1979 pp. 379-387
 [16] S. F. Wayne, S. Sampath and V. Anand, Wear mechanisms in thermally sprayed Mo-based coatings, *Tribology transactions*, 37,3 1994, 636
 [17] <http://www.webelements.com/webelements/>



EFFET DU POTENTIEL NITRURANT SUR LA CINÉTIQUE DE CROISSANCE DES COUCHES NITRURÉES : APPLICATION D'UN MODELE DE DIFFUSION AU CAS DU FER PUR

M.KEDDAM^{1,2}, M.E.DJEGHLAL²

¹ Département S.D.M, Faculté G. M et G.P, USTHB, P.B 32 El-Alia, Bab-Ezzouar, 16111, Alger, Algérie.

² Laboratoire L.S.G.M, Département de Métallurgie, E.N.P, P.B 182 Avenue Hassen Badi, El-Harrach, 16200, Alger, Algérie.

RESUME

Dans ce travail, une approche du phénomène de diffusion de l'azote est présentée dans le cas de la nitruration par voie gazeuse du fer pur. Le modèle cinétique appliqué est basé sur le principe de la conservation de matière aux interfaces des phases formées.

Ce problème diffusif a été résolu moyennant certaines hypothèses simplificatrices. Une simulation de la croissance des couches nitrurées a été effectuée en tenant compte de l'influence principale du potentiel nitrurant, pour une température et un temps du traitement fixés.

Mots clés : Nitruration, Nitrures du fer, Cinétique, Simulation, Potentiel nitrurant.

I. INTRODUCTION

La nitruration gazeuse est un traitement thermochimique de durcissement superficiel qui conduit à la diffusion de l'azote atomique issu de la dissociation du gaz ammoniac par effet catalytique sur la surface du matériau. Elle améliore les propriétés tribologiques et anticorrosion et présente une bonne tenue à la fatigue mécanique.

Ce traitement superficiel est effectué dans le domaine de températures allant de 480 à 570°C pour des durées de temps allant de 0,5 à 100 h. Il est à l'origine de la formation d'une couche de combinaison biphasée : (ϵ -Fe_{2,3}N et γ '-Fe₄N) pour un potentiel nitrurant adéquat, suivie d'une couche de diffusion où l'azote est dissout en position interstitielle dans la phase α -Fe. Le potentiel nitrurant K_N qui est une grandeur thermodynamique, est directement lié au taux de dissociation de l'ammoniac τ_N . Cette dépendance est décrite par l'équation 1 :

$$K_N = \frac{\tau_N}{\left(\frac{3}{4}(1-\tau_N)\right)^{3/2}} \text{atm}^{-1/2} \quad (1)$$

La mise au point de modèles prédictifs de la croissance des couches nitrurées constitue une action incontournable quant à la bonne maîtrise du traitement de nitruration.

En vue de contrôler la cinétique de croissance des couches nitrurées, il devient nécessaire de disposer de modèles de diffusion à l'état solide.

L'intérêt est donc porté sur l'étude de la cinétique de nitruration gazeuse dans le cas du fer pur. Plusieurs approches du phénomène de diffusion dans le système d'équilibre binaire Fe-N ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherche par la proposition de modèles diffusifs [1-8]

Dans cette présente étude, un modèle de diffusion, inspiré des travaux de Mittemeijer et al.[7], a été appliqué au fer pur nitruré pour le développement d'une couche de combinaison soit monophasée (γ) ou biphasée ($\epsilon + \gamma$).

II. DESCRIPTION DU MODELE DE DIFFUSION

Le profil de diffusion de l'azote atomique dans une matrice ferritique est régi par la seconde loi de Fick donnée par l'équation (2). Cette diffusion à l'état solide ne peut avoir lieu qu'en domaine monophasé pour une température et une pression fixées.

$$\frac{\partial C_i}{\partial t} = D_i \frac{\partial^2 C_i(x, t)}{\partial x^2} \quad (2)$$

avec D_i : coefficient de diffusion de l'azote dans la phase « i », avec $i = (\alpha\text{-Fe}, \gamma' \text{ ou } \varepsilon)$. $C_i(x,t)$: la concentration d'azote à une profondeur de diffusion « x » et après un temps de diffusion « t ».

L'équation (2) doit satisfaire les conditions limites et aux frontières suivantes :

Conditions initiales

à $t=0$: pour $x > 0$, $C(x,0)=0$.

Conditions aux limites (aux interfaces):

à la surface extérieure (pour $x=0$),

$C_\varepsilon(x,t) = C_N^{S/\varepsilon}$, $C_N^{S/\varepsilon}$ étant la concentration superficielle de l'azote.

A l'interface (ε/γ') et pour $x=\lambda_{\varepsilon\gamma'}$:

$$C_\varepsilon(\lambda_{\varepsilon\gamma'}, t) = C_N^{\varepsilon/\gamma'}; \quad C_{\gamma'}(\lambda_{\varepsilon\gamma'}, t) = C_N^{\gamma'/\varepsilon};$$

A l'interface (γ'/α) et pour $x=\lambda_{\gamma'\alpha}$:

$$C_{\gamma'}(\lambda_{\gamma'\alpha}, t) = C_N^{\gamma'/\alpha}; \quad C_\alpha(\lambda_{\gamma'\alpha}, t) = C_N^{\alpha/\gamma'};$$

Pour $x = \infty$: $C_\alpha(x, t) = 0$.

La figure 1 donne une représentation schématique du profil de concentration d'azote pour une configuration d'une couche de combinaison biphasée $(\varepsilon + \gamma')$, favorisée par un potentiel nitrurant approprié.

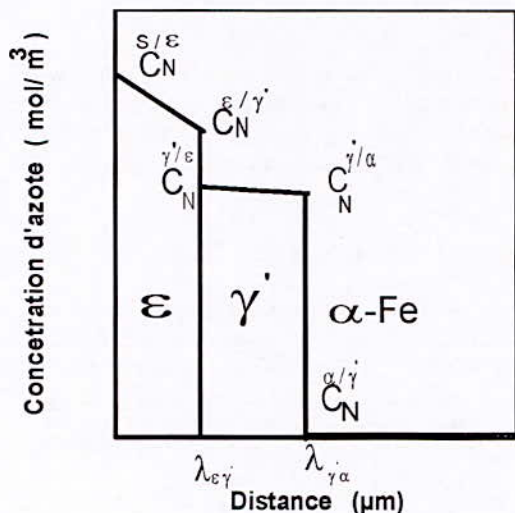


Fig. 1. Représentation schématique du profil de diffusion de l'azote dans le cas de la configuration microstructurale $(\varepsilon+\gamma')$ du fer pur nitrure

Dans le cas d'un mécanisme gouverné par la diffusion, la croissance des couches nitrurées est parabolique, nous pouvons alors écrire:

$$\lambda_{\varepsilon\gamma'} = b_{\varepsilon\gamma'} \sqrt{t} \quad (3) \text{ et}$$

$$\lambda_{\gamma'\alpha} = b_{\gamma'\alpha} \sqrt{t} \quad (4)$$

où $b_{\varepsilon\gamma'}$ et $b_{\gamma'\alpha}$ représentent les constantes de diffusion des phases ε et γ' , respectivement.

De plus, la quantité d'azote qui diffuse à travers les interfaces des phases (ε/γ') et (γ'/α) , respectivement, durant une unité de temps, est égale à la différence des flux massiques de diffusion arrivant et quittant l'interface :

Interface ε/γ'

$$W \cdot \frac{d\lambda_{\varepsilon\gamma'}}{dt} = (J_\varepsilon - J_{\gamma'}) \quad (5)$$

Interface γ'/α

$$W_1 \cdot \frac{d\lambda_{\gamma'\alpha}}{dt} + W_2 \cdot \frac{d\lambda_{\varepsilon\gamma'}}{dt} = J_{\gamma'} - J_\alpha \quad (6)$$

$$W = \frac{(C_N^{S/\varepsilon} - C_N^{\varepsilon/\gamma'})}{2} + (C_N^{\varepsilon/\gamma'} - C_N^{\gamma'/\varepsilon}),$$

$$W_1 = \frac{(C_N^{\varepsilon/\gamma'} - C_N^{\alpha/\gamma'})}{2} + (C_N^{\alpha/\gamma'} - C_N^{\gamma'/\alpha})$$

et

$$W = \frac{(C_N^{\gamma'/\varepsilon} - C_N^{\gamma'/\alpha})}{2}$$

Les flux massiques de l'azote atomique dans chaque phase s'expriment par :

$$J_\varepsilon = \frac{\langle D_N^{(\varepsilon)} \rangle \cdot (C_N^{S/\varepsilon} - C_N^{\gamma'/\varepsilon})}{\lambda_{\varepsilon\gamma'}} \quad (7)$$

$$J_{\gamma'} = \frac{\langle D_N^{(\gamma')} \rangle \cdot (C_N^{\varepsilon/\gamma'} - C_N^{\varepsilon/\gamma'})}{(\lambda_{\gamma'\alpha} - \lambda_{\varepsilon\gamma'})} \quad (8)$$

$$J_{\alpha} = C_N^{\gamma'/\alpha} \cdot \sqrt{\frac{\langle D_N^{(\alpha)} \rangle}{\pi \cdot t}} \quad (9)$$

Le flux de matière traversant la surface a été calculé pour la matrice du fer par rapport à $x=0$ pour un temps de traitement donné.

La concentration en surface de l'azote $C_N^{s/\varepsilon}$ ainsi que les concentrations d'équilibre aux interfaces des phases

exprimées en (mol/m^3) $C_N^{\gamma'/\varepsilon}$, $C_N^{\varepsilon/\gamma'}$, $C_N^{\alpha/\gamma'}$, $C_N^{\gamma'/\alpha}$ peuvent être déterminées en utilisant les résultats de la théorie des isothermes d'absorption de l'azote [3,7] et qui reposent sur l'étude de la dissociation du mélange gazeux $\text{NH}_3\text{-H}_2$ au contact des phases α , γ' et ε .

La concentration en surface de l'azote dépend de la température T donné en (K) et du potentiel nitrurant K_N , exprimée en ($\text{atm}^{-1/2}$). Le système différentiel non linéaire représenté par les équations 5 et 6 doit être résolu numériquement en vue d'évaluer les deux inconnues $b_{\varepsilon/\gamma'}$ et $b_{\gamma'/\alpha}$. Il est résolu en tenant compte de certaines conditions simplificatrices qui sont :

- ❖ Diffusion de l'azote à l'état solide dans un milieu semi-infini
- ❖ L'interface est plane et parallèle à la surface traitée.
- ❖ Les nitrures de fer ε et γ' germent instantanément (pas de temps d'incubation)
- ❖ Etablissement d'un équilibre thermodynamique local aux interfaces (ε/γ') et (γ'/α).
- ❖ La loi de croissance des couches nitrurées est gouvernée par une évolution parabolique
- ❖ L'épaisseur de la couche nitrurée est négligeable devant l'épaisseur de l'échantillon traité.
- ❖ Le gradient de concentration varie d'une manière linéaire à l'intérieur de chaque domaine d'existence des nitrures de fer.

Nous avons élaboré un programme informatique écrit en langage « Turbo-Pascal » qui nous a permis de déterminer les constantes de diffusion, les profils de concentration de l'azote et d'estimer les épaisseurs des couches nitrurées en fonction des paramètres de nitruration (température, temps et potentiel nitrurant).

En fonction de la température et du potentiel nitrurant, il est possible de calculer les concentrations d'équilibre aux interfaces de phases ainsi que les valeurs des coefficients effectifs de diffusions à l'aide de la théorie des isothermes d'absorption de l'azote [3,7]. Ces valeurs sont ensuite introduites dans le programme de calcul en vue d'estimer les constantes de diffusion, les profils de concentration de l'azote ainsi que la détermination des épaisseurs des couches nitrurées.

III. RESULTATS DE LA SIMULATION ET DISCUSSIONS

La résolution des équations du transport de l'azote atomique à l'interface de la surface du substrat en fer pur a été obtenue à l'aide de la méthode des itérations successives [9]. La détermination des constantes de diffusion dépendent donc des paramètres de nitruration gazeuse (T , t et K_N) et elle a nécessité un couplage entre les données thermodynamique et cinétique.

Le choix du potentiel nitrurant est déterminant pour favoriser une configuration microstructurale au détriment d'une autre au moyen du digramme expérimental de Lehrer actualisé par Maldzinski [10]. Ce diagramme sert d'ailleurs de guide même pour les aciers pour fixer un potentiel approprié en fonction de la température.

La figure 2 décrit l'évolution parabolique de l'épaisseur en fonction de la distance à partir de la surface pour les conditions suivantes : $T=560^\circ\text{C}$ et $K_N=1 \text{ atm}^{-1/2}$.

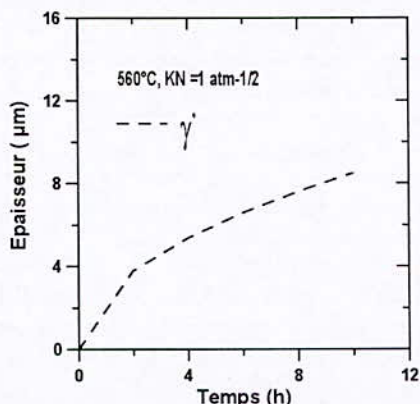


Fig.2. Evolution de l'épaisseur de la monocouche γ' en fonction du temps sur un substrat en fer pur.

Ces deux paramètres permettent la formation d'une couche unique composée du nitrure de fer $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}_{1-x}$. La cinétique de diffusion suit une loi parabolique, qui montre que le transfert de l'azote atomique est régi par un phénomène thermiquement activé.

La figure 3 permet de suivre l'évolution des épaisseurs de la couche de combinaison qui est biphasée, obtenues pour un potentiel de $6 \text{ atm}^{-1/2}$ et une température de 550°C en faisant varier la durée du traitement.

La cinétique de diffusion à l'état solide est accélérée en augmentant le pouvoir nitrurant en comparaison avec la courbe précédente (Fig. 2).

Résultat qui peut être expliqué par la saturation de la surface par des atomes d'azote qui diffusent dans les sites interstitiels des réseaux cristallins des nitrures du fer.

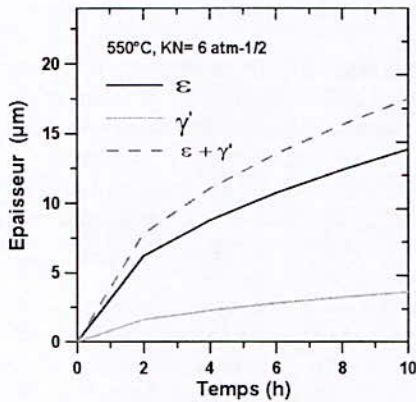


Fig. 3. Variation des épaisseurs de la couche de combinaison ($\epsilon + \gamma'$) pour des temps croissants de traitement.

La matrice est d'abord saturée par l'élément azote, et quand la solubilité maximale de cet élément est atteinte dans la ferrite, il y a apparition d'une couche formée par le nitrures γ' et vient ensuite, la couche extérieure plus riche en azote, composée du nitrures ϵ de structure hexagonale.

Un choix optimal du couple (T, K_N) conduit à une économie du gaz ammoniac à une température proche de 570 °C, seuil maximum de température qui favorise plus le processus diffusionnel de l'azote atomique.

La Figure 4 représente le profil de diffusion de l'azote à l'intérieur de chaque domaine d'existence des nitrures ϵ et γ' pour un temps de 2 h et à un potentiel nitruant 6 atm^{-1/2}.

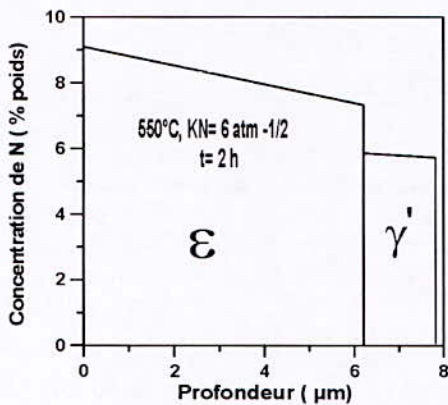
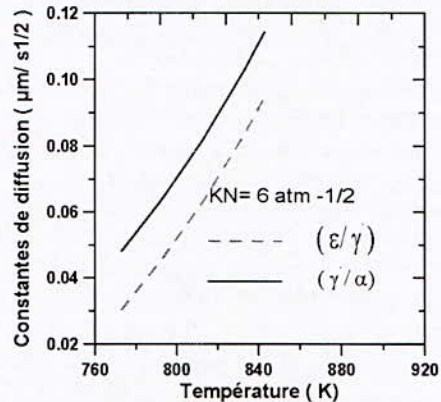


Fig. 4. Profils de concentration de l'azote en profondeur obtenu pour $t = 2$ h.

Nous remarquons que les profils sont linéaires et décroissants, ce qui démontre que le flux de diffusion diminue progressivement le long de la couche nitruée jusqu'à s'annuler au niveau du substrat.

La figure 5 regroupe l'évolution des constantes de diffusion au niveau de chaque interface des phases en dépendance de la température, pour un potentiel nitruant fixe de valeur 6 atm^{-1/2}. Ce dernier est favorable à



l'apparition d'une configuration de nature biphasée ($\epsilon + \gamma'$). Cette variation suit une courbe de tendance exponentielle selon la température.

Fig. 5. Variation des constantes cinétiques en fonction de la température pour $K_N = 6$ atm^{-1/2}.

La variation de la constante de diffusion de l'interface (γ'/α) est décrite en fonction de du potentiel nitruant dans la figure 6. Nous constatons que pour une constante cinétique nulle, nous pouvons connaître le seuil de la valeur du potentiel au dessous de laquelle il y a absence de formation du nitrures γ' . La tendance de la courbe reste tout de même parabolique.

La figure 7 décrit la dépendance entre les constantes de diffusion et la potentiel nitruant imposé par l'atmosphère nitruante, pour une température de 570°C. La formation d'une couche biphasée est conditionnée par le choix d'un potentiel dépassant la valeur du potentiel critique évaluée à 1 atm^{-1/2} [7], à $T = 570^\circ\text{C}$. Cette variation suit une loi de type parabolique et le potentiel nitruant dépend de manière significative de la concentration superficielle en azote.

L'augmentation du potentiel nitruant accroît la cinétique de diffusion due à un transfert de matière important à l'interface (gaz / couche de combinaison) après que l'équilibre thermodynamique est atteint.

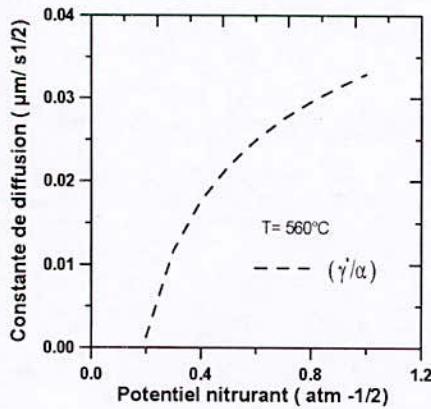


Fig. 6. Evolution de la constante de diffusion en fonction du potentiel nitreurant pour T= 560°C.

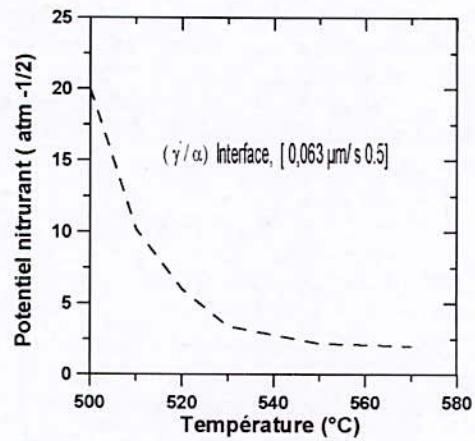


Fig. 8. Variation du potentiel nitreurant en fonction de la température.

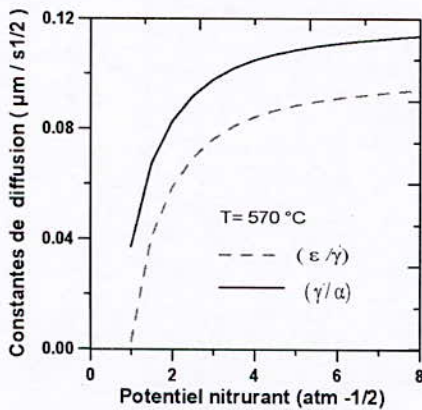


Fig. 7. Evolution des constantes cinétiques en fonction du potentiel nitreurant pour T= 570°C.

La figure 8 rassemble une combinaison de valeurs du couple (température-potentiel nitreurant) pour l'obtention d'une même épaisseur de 17 µm pour un temps de 20 h. Cette dépendance montre que nous pouvons choisir une température de traitement plus élevée pour une consommation moindre du gaz ammoniac. Ce qui constitue une économie et une optimisation des paramètres de nituration.

IV. CONCLUSION

A travers cette étude, nous avons montré l'influence du potentiel nitreurant sur la cinétique de croissance des couches niturées par l'application d'un modèle de diffusion basé sur les lois de Fick. Il est alors possible de développer des configurations de couches biphasées par le contrôle du potentiel nitreurant.

Un choix optimal du couple (potentiel - température) peut être fait, dans une optique industrielle, afin de minimiser la consommation du gaz ammoniac par l'obtention de certaines épaisseurs de couches niturées qui garantissent de meilleures propriétés de surface.

V. REFERENCES

- [1] L. Torchane, P. Bilger, *Mater. Sci. Forum*, Vols.163-165, 1994, pp. 707-712.
- [2] H.Du, J. Agren, *Metall. Mater. Trans A*, Vol. 27A, 1995, pp. 1073-1080.
- [3] M. A. J, Somers, E.J. Mittemeijer, *Metall. Mater. Trans. A*, Vol.26 A, 1995, pp.57-74
- [4] M. Keddam, M. E. Djeghlal, L. Barrallier, E. Salhi, *Ann. Chem. Sci. Mat.*, 28, 2003, pp. 53-61
- [5] M. Keddam, M. E. Djeghlal, L. Barrallier, *Mater. Sci. Eng.A*, Vol. 378, 2004, pp. 475-478
- [6] M. Keddam, M. E. Djeghlal, L. Barrallier, *J. Appl. Surf. Sci.*, Vol. 242, 2005, pp. 369-374.
- [7] E. J. Mittemeijer, M. A. J. Somers, *Surf. Eng.*, Vol. 13, N°6, 1997, pp. 483-497.
- [8] J. Ratajski, *Z. Metallkd.* N° 9, Vol. 9, 2004, pp. 823-828.

- [9] Press W. H. Flannery B. P. Teukolsky S. A. Numerical Recipes in Pascal: the art of scientific computing, Cambridge University 1989
[10] L. Maldzinski, W. Liliental, G. Tymowski, and J. Tacikowski,, *Surf. Eng.*, Vol. 15, N°5, 1999, pp.377-384.

VI. NOMENCLATURE

T: Température en (K ou °C).

t : Durée du traitement en (h).

τ_N : Taux de dissociation du gaz ammoniac.

K_N : Potentiel nitrurant en ($\text{atm}^{-1/2}$).

$C_N^{(i/j)}$: Concentration de l'azote en (mol/m^3) à l'interface des phases (i / j).

J_i : Flux massique de l'azote de la phase (i).

$\lambda_{\gamma/\alpha}$: Profondeur de diffusion en (μm) à l'interface (γ/α).

$\lambda_{\varepsilon/\gamma}$: Profondeur de diffusion en (μm) à l'interface (ε/γ).

$b_{\gamma/\alpha}$: Constante de diffusion en ($\mu\text{m/s}^{1/2}$) à l'interface (γ/α).

$b_{\varepsilon/\gamma}$: Constante de diffusion en ($\mu\text{m/s}^{1/2}$) à l'interface (ε/γ).

ELABORATION, FROTTEMENT ET USURE DE L'ALLIAGE D'ALUMINIUM Al 20%Ag

H. YOUSFI¹, N. MESRATI¹, D. TREHEUX².

¹Laboratoire Sciences et Génies des Matériaux, Département de Métallurgie, École Nationale Polytechnique d'Alger. 10, avenue de Hassen Badi EL Harrach Alger (Algérie).

²Département STMS Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513 École Centrale de Lyon B P 163. 69134 Ecully cedex (France).

RESUME

Dans le souci de proposer le meilleur remède aux différentes causes de dégradation et afin d'assurer les meilleures performances des matériaux lors d'ultérieures transformations mécaniques, nous nous proposons de montrer comment on peut changer, perfectionner et améliorer les propriétés de surface de l'alliages d'aluminium Al-20%Ag en utilisant le traitement thermo-chimique dit Slurry Coating "S.C". Ainsi, la détermination du coefficient de frottement d'une part et le volume d'usure d'autre part, nous ont permis d'étudier l'influence du dépôt sur la résistance à l'usure.

Mots Clés : Al20%Ag, Décapage, Slurry Coating Ag-Cu-Sn, Frottement et usure

I. INTRODUCTION

Les phénomènes de formation de phases dans un alliage binaire, occupent une place importante dans différents processus d'obtention de matériaux à caractéristiques mécaniques élevées. Aussi, la plupart des procédés techniques dont l'objectif est l'obtention de matériaux avec des qualités requises de travail sont basés sur le principe de précipitation de nouvelles phases, à partir de phases initiales sursaturées et métastables [1-4].

Dans le cas d'un traitement de surface ou dépôt de protection, les propriétés obtenues même remarquables sont insuffisantes pour l'utilisateur si l'accrochage au support est faible. Bien que les mécanismes de l'adhérence des dépôts soient complexes, d'une façon générale, les énergies d'adhésion dans un système métal-métal sont faibles [5], mais il existe des moyens prédictifs d'améliorer cet état de fait.

Il faut donc favoriser un accrochage d'adhérence thermodynamique en jouant sur les énergies de surface [5]. Pour cela, nous avons utilisé pour former ces phases, la technique du Slurry Coating [6-8]. Notre étude consiste à déposer des poudres métalliques à base du mélange Ag-Cu-Sn sur la surface de notre échantillon Al20%Ag à protéger. Ensuite, faire diffuser les éléments ainsi apportés en surface au cours d'un traitement thermique et étudier la variation du coefficient de frottement pour chaque échantillon.

II. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les alliages Al20%Ag en poids ont été préparés à partir d'aluminium de pureté 99.999% et de l'argent de pureté 99.99%. Les échantillons ont été fondus sous vide afin d'éviter l'oxydation des métaux après un maintien de deux heures à la température de 750°C, ensuite refroidis lentement jusqu'à la température ambiante.

Des traitements d'homogénéisation ont été effectués sur ces alliages dont l'effet est de les mettre en état de solution solide sursaturée par trempe après avoir subi la séquence suivante :

- Chauffage jusqu'à 540°C, déterminé par le diagramme d'équilibre [9] (figure 1) permettant d'assurer une vitesse de diffusion suffisante aux atomes du soluté et uniformiser leurs concentrations dans le lingot.
- Maintien à cette température pendant 5 heures
- Trempe à l'eau, permettant de figer la structure et de produire l'effet de sursaturation.

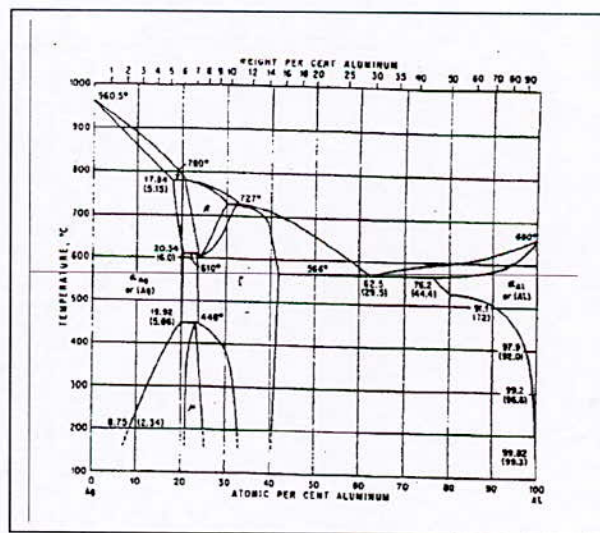


Fig. 1. Diagramme d'équilibre Al-Ag [9].

L'échantillon ainsi élaboré subit par la suite un traitement de surface par la méthode dite Slurry Coating. Ce procédé consiste à déposer des poudres métalliques à la surface de la pièce et à faire diffuser les éléments (traitement thermique) qui sont aptes à donner des phases intermédiaires avec le substrat.

Le traitement des alliages légers par Slurry Coating est très délicat compte tenu de la faible température de fusion de l'aluminium et la présence de la couche protectrice d'alumine qui joue le rôle de barrière de diffusion efficace. Devant cette difficulté, nous avons cherché :

1- un bain de décapage éliminant cette barrière et nous avons choisi un bain de Zincate de Soude [10-11] éliminant l'alumine et formant en surface une couche riche en Zinc et bien adhérente comme nous verrons plus loin. Pour favoriser la combinaison mécanique des couches de revêtement, le décapage est précédé d'un sablage [12].

2- Des mélanges de poudres permettant, soit la formation des intermétalliques au sein du dépôt, soit des poudres pré alliées et dont l'un des constituants peut conduire à la formation de phases intermétalliques avec l'aluminium. Le dépôt est généralement à base d'un mélange de vernis (dans notre cas Vinylique) et de poudre métalliques. Nous avons choisi des poudres aussi pures que possibles et dont le diamètre des grains est de l'ordre de $10\mu\text{m}$

Ensuite, nous avons déposé l'ensemble à l'aide d'un pinceau sur la zone à revêtir en plusieurs couches (dans notre cas trois couches).

Cette opération est suivie d'un traitement thermique comprenant d'une part, un dégazage du dépôt et d'autre part la diffusion dont la température et la durée sont fixées en fonction de la nature et de la morphologie des phases que l'on veut obtenir. Compte tenu des risques d'oxydation de l'aluminium, nous avons travaillé dans des tubes scellés sous vide. La température a été de 550°C avec un temps de maintien de 6 heures pour tous les dépôts étudiés. Après traitement, les échantillons sont nettoyés de façon à éliminer les résidus du dépôt. Les tests d'usure ont été réalisés par un tribomètre bille/plan (figure 2) qui nous a permis d'observer la variation du coefficient de frottement. Dans notre étude, la bille (en acier) est de $14,32\text{ mm}$ de diamètre (figure 3).

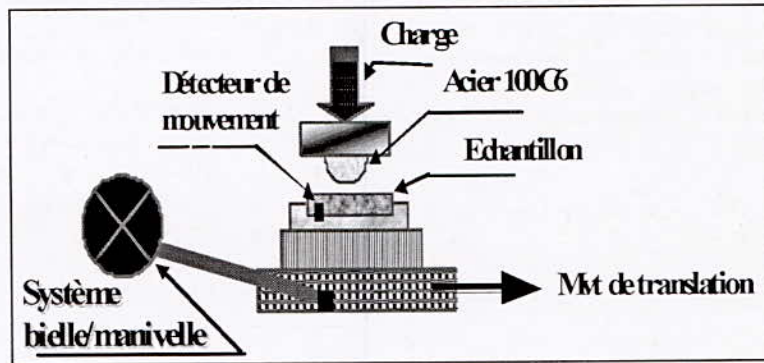


Fig. 2. Schéma du tribomètre bille/plan utilisé.

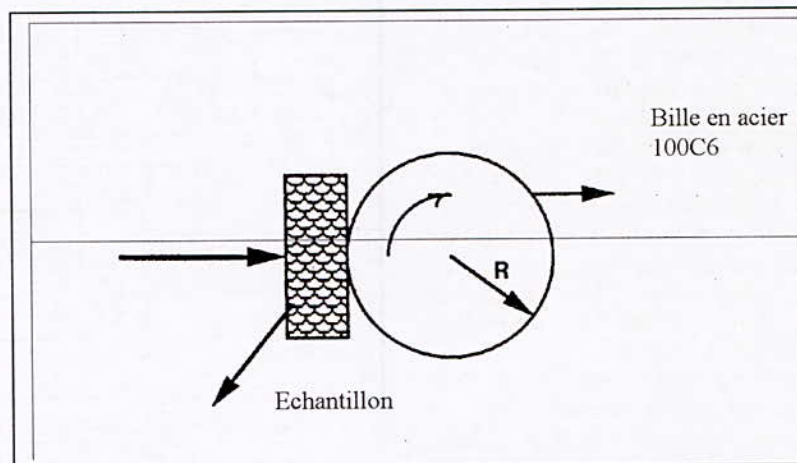


Fig. 3. Représentation schématique du contact bille-plan

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

La poudre préalliée Ag-Cu-Sn est issue du diagramme argent-étain qui montre l'existence d'une phase Ag_3Sn ayant une fusion péritectique à $480^\circ C$. Cette phase est bien connue en odontologie puisqu'elle est la base des poudres pour amalgames dentaires de l'argent. Nous avons utilisé une telle poudre contenant en outre du cuivre en solution solide (Ag 50% Sn 30% Cu 20%). L'argent et l'étain sont des éléments à priori peu favorables pour l'adhérence mais la présence de l'aluminium fortement tension actif doit être très bénéfique.

On constate que le traitement thermochimique Slurry Coating sous vide de la poudre utilisée donne lieu à une évolution normale des différents éléments déposés, évolution qui correspond à la formation d'une zone d'interdiffusion à la surface de l'échantillon (quelques dizaines de μm).

Cette zone est polyphasée mais constituée essentiellement d'une solution solide d'argent dans l'aluminium et de phases intermédiaires.

La figure 4 représente la zone de combinaison de l'alliage Al20%Ag revêtu d'un dépôt de Ag-Cu-Sn, on note la formation d'une couche uniforme le long de l'interface.

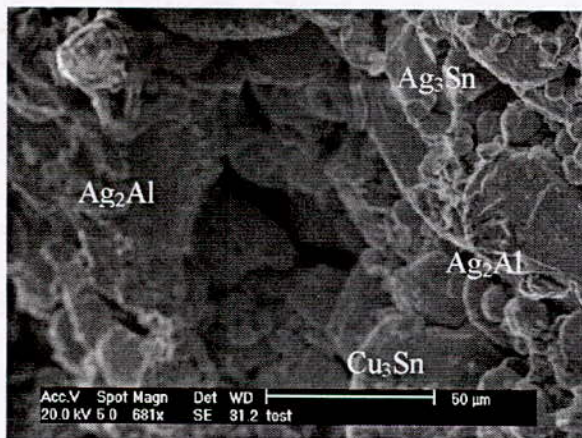


Fig. 4. Observation au MEB de la zone d'accrochage Matrice (Al-20%Ag)/dépôt.

La diffraction des rayons-X (figure 5) de cette zone nous a permis de compléter la caractérisation de toutes les phases présentes, dans ce cas on relève la présence d'une solution solide d'argent dans

l'aluminium, de fins précipités de composés Ag_2Al , des précipités de la phase Ag_3Sn résiduelle et des précipités Cu_3Sn .

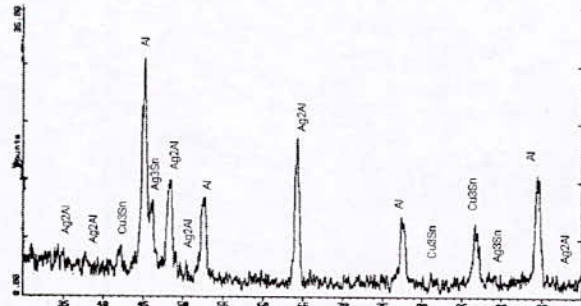


Fig. 5. Diffractogramme de la surface Slurry Coating Ag-Cu-Sn

Le coefficient de frottement se situe entre 0.25 à 0.6 pour l'alliage Al-Ag non décapé par le zincate et 0.5 à 0.65 (figures 6-7) pour l'alliage Al-Ag décapé par le zincate. On constate l'existence d'une période de croissance de courte durée où le coefficient de frottement croît rapidement, accompagnée de grandes instabilités ce qui correspond à la période d'accommodation des deux surfaces antagonistes.

Ces deux courbes ont une allure presque identique, ce qui montre que le traitement au zincate influe peu sur l'aspect tribologique. La variation du coefficient de frottement pour l'alliage Al-Ag/ "S.C"Ag-Cu-Sn est donnée par la figure 8 et on note :

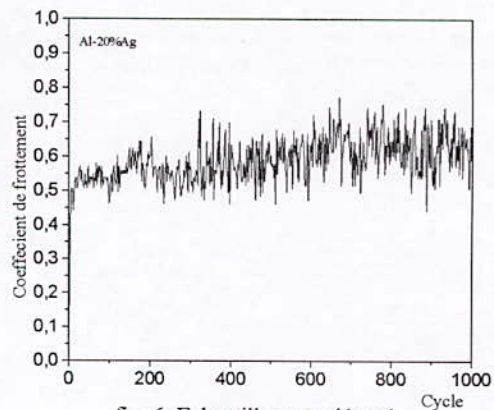


fig. 6. Echantillon non décapé par zincate

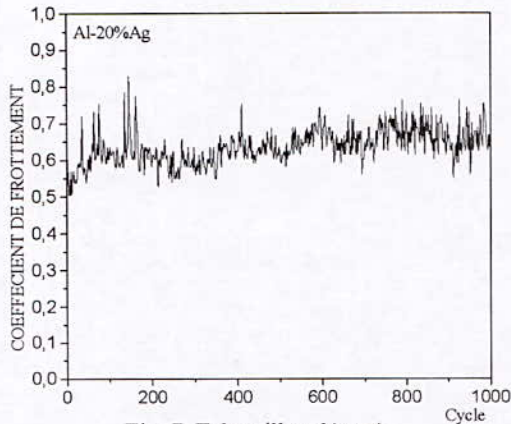


Fig. 7. Echantillon décapé par Zincate

Ces deux courbes ont une allure presque identique, ce qui prouve que le traitement au zincate est inefficace du point de vue tribologique. Par contre, la variation du coefficient de frottement pour l'alliage Al-Ag/ S.C.Ag-Cu-Sn est donnée par la (figure 8) :

- une croissance rapide qui correspond à l'accommodation des surfaces frottantes ; qui se caractérise par un frottement doux,
- suivi d'une deuxième période qui caractérise l'augmentation du coefficient de frottement et qui correspond à la résistance de la surface de notre échantillon,
- la dernière phase, une période où le coefficient de frottement moyen n'évolue presque plus jusqu'à la fin de l'essai avec une usure sévère.

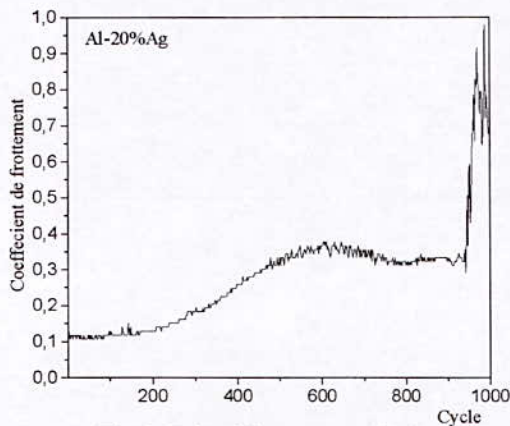


Fig. 8. Echantillon avec un dépôt de Ag-Sn-Cu

Ce qui nous a permis de déterminer le volume d'usure de matière enlevée V et calculée à partir de la trace d'usure de l'échantillon après 1000 cycles ($V=2,362 \cdot 10^4 \text{ mm}^4$). Ce paramètre est donné par la formule :

$$V = LS = L (R^2 \sin^{-1} (b / 2R) - (b / 4R) (\sqrt{4 R^2 - b^2})) \quad (1)$$

Angle en radian

L : longueur de la trace d'usure

R : rayon de la bille qu'il faut mesurer

B : largeur de la trace d'usure

Des observation par microscopie électronique à balayage (figure 9), nous montrent des traces d'usure après avoir été frottées durant 30mn à 1000 cycles ; on est en présence d'un régime de frottement normale où le volume d'usure augmente faiblement au cours du temps.

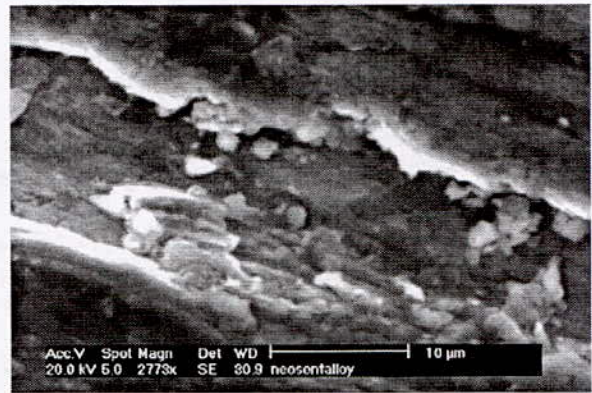


Fig. 9. Observation au MEB la dégradation de la surface frotter avec le dépôt Ag-Cu-Sn

IV. CONCLUSION

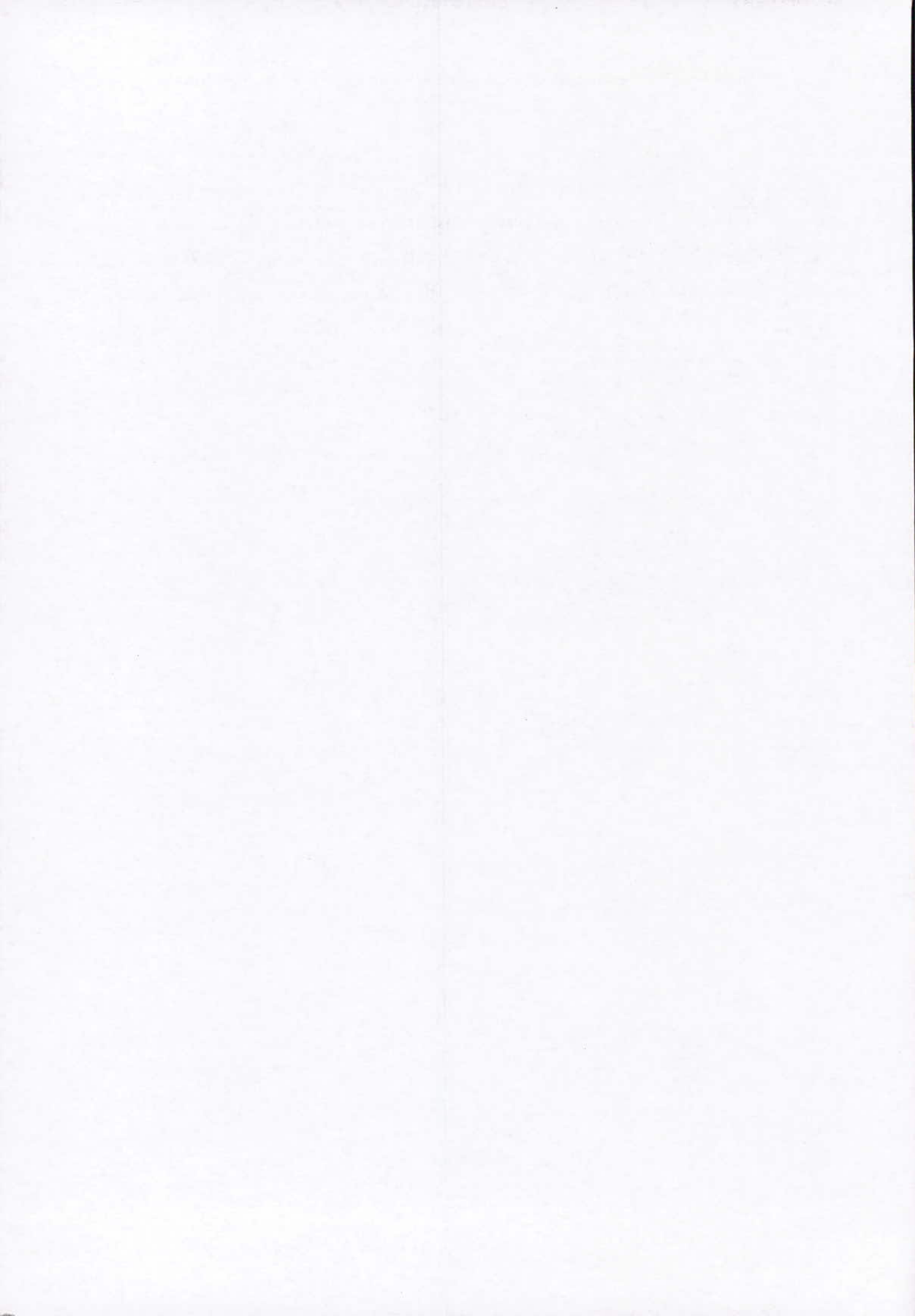
On notera la formation de phases nouvelles avec les éléments de base de notre alliage (aluminium et argent), ce qui confirme que le décapage au Zincate est efficace pour éliminer la barrière de diffusion due à la couche d'oxyde d'aluminium.

La diffraction des rayons X pour l'échantillon Al-Ag/S.C.Ag-Cu-Sn décapé au bain de zincate, n'a révélé aucune présence du zinc en surface ce qui éventuellement dû à la faible épaisseur du dépôt étudié et la solubilité du zinc dans les couches formées.

Pour augmenter la résistance à l'usure de notre matériau, ceci pourra se faire, a priori par l'augmentation des propriétés mécaniques (dureté, teneur des particules en ajout,.....) de façon à retarder le stade d'usure ou de fissuration, donc d'endommagement du matériau.

V. BIBLIOGRAPHIE

- [1] C.S. Barrett, A.H. Geisler et R.F. Mehl, *Trans Aime* Vol.152, 1943, p.182.
- [2] A.H. Geisler, R.F. Mehl, *Trans Aime*, Vol.152 1948, p. 182
- [3] Dobromyslov ,*Fiz. Metal Metalloved*, Vol.42, 1976.
- [4] B.D. Williams, *Metal Trans*, 14 A, 1983, p. 1745
- [5] G. Heidt, G. Heimke, *J.Mat.Sci* , Vol. 10, 1975, pp. 887-895.
- [6] Weber R.G, Bouvier J et Slama G, *Physical Metallurgy Aspect of Surface Coating*, ISM/IOM Meeting, Conférence n°9, Mai 1973.
- [7] D. Tréheux et P. Guiraldeng, *Scripta Met*, vol. 8, 1974, pp. 363-366.
- [8] D. Tréheux et P. Guiraldeng, *C. R. Acad. Sc.* vol. 275, série B, pp. 105-108.
- [9] Hansen M, *Constitution of binary alloys*, Mac Graw-Hill New York 1958.
- [10] N. Mesrati, *Thèse de Doctorat*, Ecole Centrale de Lyon, 1989.
- [11] *Brochure centre technique*, Assemblage des aciers protégés par le zinc, 21, , 1972, p. 23.
- [12] D.H. Sitzer, *Metal. Prog*, Vol. 86, 1964, p. 128.



OPTIMISATION DES PARAMETRES DE LIXIVIATION PAR PERCOLATION DU MINERAI D'URANIUM D'ABANKOR (AHAGGAR, ALGERIE)

F. BENAOUICHA¹, M. E. DJEHLAL², A. SAADA³,

¹Centre de Recherche Nucléaire de DRARIA,
B.P 43 DRARIA, Alger, Algérie.

²Ecole Nationale Polytechnique, département de Métallurgie. 10 Avenue Pasteur, BP 182, El-Harrach, Alger, Algérie.

³Ecole Nationale Polytechnique, département du Génie Minier, 10 Avenue Pasteur, BP 182, El-Harrach, Alger, Algérie.

RESUME

Notre travail consiste en une étude d'optimisation des paramètres de lixiviation par percolation en colonnes du minerai d'uranium d'Abankor. Nous avons tenté d'étudier l'effet des paramètres courants de la lixiviation à savoir : la granulométrie du minerai, la concentration de l'agent de lixiviation (solution d'acide sulfurique), l'influence de l'ajout d'un oxydant (permanganate de potassium) et de la température sur les rendements d'extraction de l'uranium.

MOTS-CLES : lixiviation, hydrométallurgie, métallurgie extractive, minerai d'uranium.

GENERALITES

En Algérie, les premiers indices des minéralisations d'uranium furent découverts dans la région de TIMGAOUINE dans les années cinquante. Jusqu'au 1^{er} janvier 1977, l'Algérie avait une réserve de 28000 tonnes d'uranium métal. La majorité de ces réserves sont déposées au massif du Hoggar (AHAGGAR).

La valorisation des minerais d'uranium Algériens actuellement connus (TINEF, TAHAGGART, TIMGAOUINE ET ABANKOR) se heurte à des handicaps liés à la localisation des gisements et aux conditions de l'environnement tant dans le domaine des infrastructures que dans celui des matières premières nécessaires au traitement et notamment la première d'entre elle : l'eau.

Notre travail a consisté à étudier l'évolution du rendement de la lixiviation par percolation [3-5], en fonction de la granulométrie du minerai, de la concentration de solvant dans la solution de lixiviation, l'influence de l'ajout d'un oxydant et de la température.

I. INTRODUCTION

En raison de sa situation géographique et des conditions climatiques, le minerai d'uranium Algérien est classé marginal au sens de l'exploitation. Lorsque l'on traite des minerais marginaux (du point de vue économique) et que

l'on dispose de toute la surface désirable, sans risque de nuire à l'environnement, la lixiviation statique est une méthode de prédilection. Elle connaît un essor prodigieux depuis quelques années.

La mise en oeuvre de la lixiviation en tas, comme mode de production s'impose pour les raisons suivantes:

- minimalisation des disponibilités énergétiques par l'utilisation des granulométries grossières.
- élimination des étapes fortement consommatrices d'eau comme la séparation liquide-solide.
- élimination des étapes de taux technologique élevé (conduite de réacteurs de lixiviation, circulation de fluide, clarification des solutions...etc.).

Au terme de notre travail, nous avons choisi le minerai provenant d'ABANKOR car le caractère peu prononcé des phénomènes de carbonisation du gisement oriente vers un procédé acide. L'agent de lixiviation (solvant) utilisé est l'acide sulfurique, pouvant être fabriqué sur site en traitant du soufre importé.

II. LA LIXIVIATION

La lixiviation est un procédé qui a pour but de dissoudre dans une solution, un ou plusieurs constituants d'un matériau solide en faisant intervenir, ou non, une réaction chimique.

II.1. la lixiviation acide

L'agent de lixiviation acide le plus utilisé est l'acide sulfurique. Il est bon marché, présente des problèmes de corrosion minimes pour les installations.

La lixiviation acide possède les avantages suivants :

- Elle utilise des minerais grossièrement broyés ;
- Peut se faire dans des conditions normales de température et de pression ; les rendements d'extraction sont élevés.

On opère en milieu oxygéné, pour que l'uranium passe à l'état hexavalent; les oxydants sont des chlorates ou du bioxyde de magnésium. L'oxydation de l'uranium s'effectue par l'intermédiaire du système Fe^{2+}/Fe^{3+} .



II.1. la lixiviation par percolation en colonnes

Mise en œuvre pour la première fois en FRANCE afin de déterminer le comportement du minerai lors de la lixiviation en tas, elle a connu des développements en ITALIE et en YOUGOSLAVIE [1-2].

Le minerai (quelques dizaines à quelques centaines de kilogrammes) concassé à quelques millimètres est placé dans une colonne de hauteur et de diamètre donnés.

On pratique une percolation descendante, le cheminement des solutions s'effectuant sur les surfaces du minerai lui-même, de telle sorte que ce dernier reste toujours humide, mais jamais immergé. L'avantage d'une telle technique est la diminution du volume de solution à utiliser.

Les résultats des tests préliminaires des percolations sulfuriques effectués sur des minerais français ont permis de constater que :

- 1) Les rendements obtenus sont comparables à ceux des méthodes classiques avec agitation, mais avec des temps plus longs.
- 2) Pour chaque minerai, il y a un agent de lixiviation et des paramètres à examiner avant d'établir la combinaison optimale.
- 3) Ces études ont conduit à la réalisation d'une installation d'une capacité de 500 tonnes par jour.

Ce procédé est recherché dans le cas de minerais poreux et sableux, devient prohibitif pour les minerais tassés et imperméables. Le facteur principal pour obtenir une bonne percolation est le fait que la granulométrie du minerai soit régulière.

Si le minerai possède des particules de tailles différentes, les petites occuperont les vides laissés par les grandes, provoquant un blocage au niveau de la circulation du solvant.

III. METHODES ET ETUDES EXPERIMENTALES

III.1. Le minerai d'ABANKOR

Le gîte uranifère d'ABANKOR est situé à environ 200 Km au sud-ouest de TAMANRASSET. Ce gîte a été mis à jour par prospection autoportée suivie d'un levé radiométrique au sol.

L'exploitation minière du gisement d'ABANKOR ne pose pas de problèmes majeurs, il sera exploité en

premier lieu à ciel ouvert (les travaux de découverte étant faciles et rapides), puis par la suite en souterrain.

III.1.1. Géologie régionale

Les minéralisations uranifères sont associées à des granites intrusifs alcalins. Le gisement d'ABANKOR est situé dans la zone de mylonites et de granites comportant des faciès hyperalcalins à riebeckite aëgyrine. Cette zone étirée longe la bordure faillée du batholite directement à l'est de TIMGAOUINE centre.

Les minéralisations sont de type filoniens et stockwerks comme celle de TIMGAOUINE et TINEF. On peut observer sur l'affleurement des faciès de granite similaires à ceux de TIMGAOUINE, à savoir : granites claires, roses, des granites rouges à hématite, des granites silicifiés, des granites broyés, ... etc.

Le minerai est très fracturé, avec des dépôts de minéraux secondaires indiquant les remaniements supergènes.

III.1.2. Pétrographie et minéralogie

L'observation microscopique des lames mince a montré que les minéralisations sont contenues dans une roche, qui est une mylonite, qui provient du broyage et de la recristallisation partielle des produits de broyage d'un granite très comparable à celui de TIMGAOUINE.

La roche est parcourue par un réseau très dense de microfissures qui se sont colmatés avec la calcite brunâtre microcristalline et des produits ferrugineux. D'après la paragenèse de la recristallisation, la mylonitisation s'est opérée à température relativement faible, inférieure à 400°C.

La présence de Konk-Band prouve en outre l'existence d'une déformation froide postérieure à la mylonitisation et correspondant à un raccourcissement du matériau mylonitisé.

Les microfissures, quant à elles, ont été produites par la relaxation terminale des contraintes.

III.1.3. Analyse du minerai

La minéralisation d'ABANKOR se compose en grande partie de minéraux secondaires d'uranium identifiés par la SONAREM [6-9]; il s'agit de la terbernite et de l'autunite. Les analyses radiocristallographiques effectuées au laboratoire ont montré que la minéralisation était composée essentiellement d'uranolite β ou d'uranophane souvent associés à l'uranolite α .

a) Analyse semi-quantitative.

Réalisée au laboratoire de SONAREM, la spectrographie par émission et la fluorescence X ont montré la présence des éléments suivants :

Éléments majeurs: Si, Fe, Al, Ca, Mg.

Éléments mineurs : Mn, Ni, Co, Ti, Cu, Pb, Ag, Bi, As, Zn, Sn, Ga, V, Cr, Mo, Ba.

b) Analyse quantitative

Elle a concerné les éléments majeurs. Bien entendu, la détermination de la teneur en uranium est fondamentale. Elle a été effectuée sur des échantillons prélevés au hasard et broyés finement.

Tableau 1. Analyse quantitative du minerai

constituants	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	CO ₂
Teneur (%)	63.79	4.60	12.25	2.42	2.90	0.60	1.00

L'uranium a été dosé par radiométrie et par oxydoréduction.

La teneur moyenne en uranium de notre échantillon est de (0.5 ± 0.01) %.

IV. PREPARATION DES ECHANTILLONS

IV.1. Echantillonnage

Le choix des échantillons prélevés a pris en considération le langage radiométrique des tranchées ou des saignées, en utilisant un scintillomètre SPP2 adapté à l'émission gamma d'uranium captée.

Ces lectures ont permis de trier et de classer radiométriquement et grossièrement les différentes qualités de minerai prélevés, soient :

- 400 - 500 Cp/s : minerai très pauvre en uranium.
- 500 ÷ 2500 Cp/s : minerai pauvre en uranium.
- 2500 ÷ 6000 Cp/s : minerai moyen.
- 6000 ÷ 13000 Cp/s : minerai riche en uranium.
- 13000 ÷ 15000 Cp/s : minerai très riche en uranium.

Cette classification est propre à notre minerai et à notre échantillonnage.

Les différents échantillonnages réalisés ont montré que le minerai d'ABANKOR est très compact ; la répartition hétérogène a pour effet de fausser les indications scintillométrique superficielles, conduisant souvent à des sous estimations. Ces lectures doivent être considérée avec précaution . L'analyse chimique a permis de conforter ces données.

IV.2. Préparation mécanique

Dans un premier temps, nous avons sélectionné huit kilogrammes du minerai ayant une radiation mesurée au scintillomètre comprise entre 5000 et 6000 Cp/s.

Après le quartage manuel, le concassage est effectué en deux étapes :

- a) sur concasseur à mâchoires : a permis de réduire la taille des particules à quelques centimètres.
- b) sur concasseur à cylindres : a permis de réduire la taille des particules à quelques millimètres .

IV.3. Analyse granulométrique

Tableau. 2. Résultats de l'analyse granulométrique

Classes granulométriques (mm)	Masse (g)	Pi/P _{total} (%)	Passé cumulé (%)	Refus cumulé (%)
- 10.00 + 8.00	801.1	64.87	35.13	64.87
- 8.00 + 6.30	54.1	4.38	30.75	69.25
- 6.30 + 5.00	68.3	5.53	25.22	74.87
- 5.00 + 4.00	101.0	8.18	17.04	82.96
- 4.00 + 3.15	41.5	3.36	13.68	86.32
- 3.15 + 2.50	32.7	2.65	11.13	88.87
- 2.50 + 2.00	16.3	1.32	9.71	90.29
- 2.00 + 1.60	22.0	1.78	7.93	92.07
- 1.60 + 1.25	13.0	1.05	6.88	93.12
- 1.25 + 1.00	15.5	1.25	5.63	94.37
- 1.00 + 0.80	9.5	0.77	4.86	95.14
- 0.80 + 0.60	11.5	0.93	3.93	96.07
- 0.60 + 0.50	4.7	0.38	3.55	96.45
- 0.50 + 0.40	5.7	0.46	3.09	96.91
- 0.40 + 0.315	6.0	0.48	2.61	97.39
- 0.315 + 0.250	4.4	0.35	2.26	97.74
- 0.250 + 0.200	2.1	0.17	2.09	97.91
- 0.200 + 0.150	5.9	0.47	1.62	98.38
- 0.150 + 0.125	3.5	0.28	1.34	98.66
- 0.125 + 0.100	9.1	0.74	0.60	99.40
- 0.100 + 0.080	3.1	0.25	0.35	99.65
- 0.080	3.9	0.31	0.04	99.96

V. RESULTATS ET INTERPRETATION

L'optimisation d'un procédé de lixiviation consiste à définir les conditions rendant la vitesse de dissolution et le rendement de l'opération maximum pour un prix de revient minimum.

Nous avons tenté dans ces expériences d'étudier les paramètres courants d'une lixiviation et de déterminer la combinaison optimale.

C'est ainsi que nous avons étudié les variables suivantes:

- Influence de la granulométrie;
- Influence de la concentration en acide;
- Influence de l'ajout d'un oxydant;
- Influence de la température.

V.1. Influence de la granulométrie

La taille des particules du minerai joue un rôle très important dans la lixiviation statique. Si la vitesse de dissolution croît généralement lorsque la granulométrie diminue, du fait de la plus large surface d'attaque et de la meilleure accessibilité des grains à dissoudre, elle présente de nombreux inconvénients :

- Elle accroît les frais de broyage;
- Elle augmente la dissolution des impuretés;
- Elle complique la percolation pour ne pas dire qu'elle l'inhibe, pour une production exagérée de produits fins;

Pour ces diverses raisons, nous nous sommes tenus au voisinage de la granulométrie la plus élevée compatible avec une attaque convenable du minerai. Le minerai d'ABANKOR a révélé ainsi une bonne percolabilité.

Nous avons utilisé les classes granulométriques suivantes:

- comprises entre 10 et 8 mm;
- comprise entre 8 et 2.5 mm;
- comprise entre 2.5 et 1 mm;
- comprise entre 1 et 0.5 mm;

La concentration en acide est fixée à 1M.

Les résultats obtenus sont représentés sur le tableau 3.

La granulométrie joue un rôle important. Les variations observées sont essentiellement liées à la nature de la minéralisation et surtout à sa localisation dans les grains du minerai.

Tableau 3. Influence de la granulométrie. $[H_2SO_4] = 1M$

Temps (h)	6	16	30	45	60	75	90
	η (%)	η (%)	η (%)	η (%)	η (%)	η (%)	η (%)
-10 +8	47.82	50.44	62.44	67.03	71.18	75.33	80.82
-8 +2.5	53.33	58.12	60.42	64.79	66.87	74.37	81.66
-2.5 +1	55.33	57.82	60.32	65.08	67.35	71.43	73.47
-1 +0.5	53.35	56.12	61.20	68.59	70.90	72.99	72.99

Pour le minerai d'ABANKOR (minéralisation hexavalente localisée aux joints de grains) la granulométrie influe peu. On assiste à une baisse de rendement lorsque la granulométrie est fine (ici -1+0.5 et -2.5+1). L'écart observé peut être attribué à une fraction d'acide consommée par les particules les plus fines et soustraite ainsi la réaction de solubilisation de l'uranium. Une baisse de rendement est aussi observée lorsque la granulométrie est aussi grossière (ici -10+8). L'écart observé peut être attribué au fait que l'uranium existant

dans les particules du minerai n'est pas assez libéré par un concassage un peu plus poussé.

Donc on peut obtenir des rendements optimaux pour des granulométries intermédiaires (ici -8+2.5). Cela nous permet de faire des économies appréciables en évitant de broyer très fin, opération coûteuse en matériel et en eau. Voir fig.1

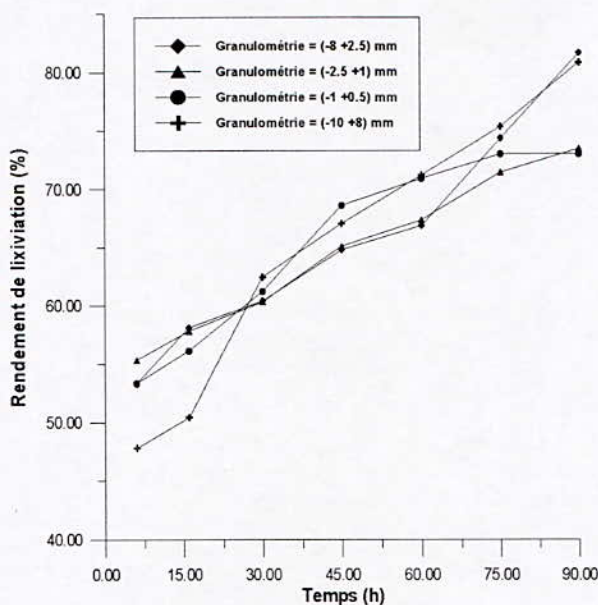


Fig. 1 . Influence de la granulométrie $[H_2SO_4] = 1M$

V.2. Influence de la concentration en acide

La concentration en acide nécessaire pour obtenir de bons rendements est déterminante pour le calcul des coûts de production. Cela est d'autant plus vrai dans le cas de minerai d'ABANKOR qui possède une grande quantité d'éléments consommateurs d'acide.

Le tableau et la figure suivantes présentent les résultats obtenus pour cinq colonnes de percolation avec des solutions d'acide sulfurique de différentes concentrations et une granulométrie (-8+2.5) mm. Nous pouvons faire le constat suivant: pour des solutions diluées (ici 0.1M, 0.25M et 0.5M) on obtient de bons résultats. Cela ne peut être attribué qu'à une suffisance de la quantité d'acide nécessaire pour solubiliser l'uranium et de la quantité d'eau pour imbiber le minerai et ainsi augmenter la probabilité d'atteindre les minéralisations se localisant au fond des particules de minerai.

Pour les concentrations en acide élevées (ici 1.5M), une baisse du rendement est observée. Il est difficile d'expliquer cette différence en l'état actuel des recherches. Les premières analyses sont attribuées en premier lieu à une attaque superficielle, avec formation d'une couche protectrice, particulièrement à l'état d'équilibre non atteint (l'eau de percolabilité n'étant pas en quantité suffisante), privilégiant ainsi la pétrographie

et la texture du minerai pouvant varier d'un prélèvement à un autre, et ce, d'autant plus que la granulométrie augmente. Une autre théorie peut aussi expliquer ce phénomène, c'est le fait qu'à des concentrations élevées d'autres métaux se mettent en solution du moment que la lixiviation sulfurique est peu sélective et très active.

Il est judicieux de se pencher dans ce cas là sur le problème de mouillabilité des différents minéraux renfermés et leur susceptibilité à l'échange liquide-solide en dehors de toute autre considération.

Tableau 4. Influence de la concentration en acide
Granulométrie = (-8 +2.5) mm

Temps (h)	6	16	30	45	60
[H ₂ SO ₄]	η (%)	η (%)	η (%)	η (%)	η (%)
0.1M	54.83	60.00	62.47	67.19	67.19
0.25M	51.82	54.05	56.48	60.53	70.44
0.5M	57.53	60.22	62.70	64.94	67.19
1M	53.33	58.12	60.42	64.79	66.87
1.5M	42.93	46.19	52.17	54.89	60.33

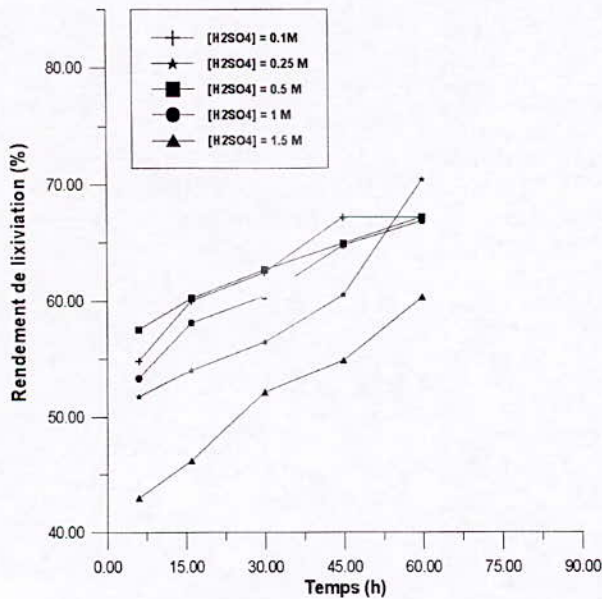


Fig. 2. Influence de la concentration en acide
Granulométrie = (-8+2.5) mm

V.3. Influence de l'oxydant

L'oxydant est devenu un agent courant et traditionnel de la lixiviation des minerais d'uranium. En effet, l'uranium tétravalent est pratiquement insoluble dans l'acide sulfurique en absence d'un oxydant.

La minéralisation d'uranium d'ABANKOR est essentiellement hexavalente. Elle peut donc aisément se dispenser de la présence d'oxydant. Ainsi, nous avons testé l'effet d'un oxydant sur la percolation. Nous avons

utilisé pour cela le permanganate de potassium (KMnO₄) avec une quantité de 1 g / l. les résultats sont représentés sur le tableau 5.

Tableau 5. Influence de l'ajout d'un oxydant
[H₂SO₄] = 0.25M; Granulométrie = - 8+ 2.5 ;
1 g/l de KMnO₄.

Temps (h)	6	16	30	45	60
Sans oxydant	51.82	54.05	56.48	60.53	70.44
Avec oxydant	70.44	56.22	62.85	64.86	70.68

Aucune amélioration n'a été constatée.

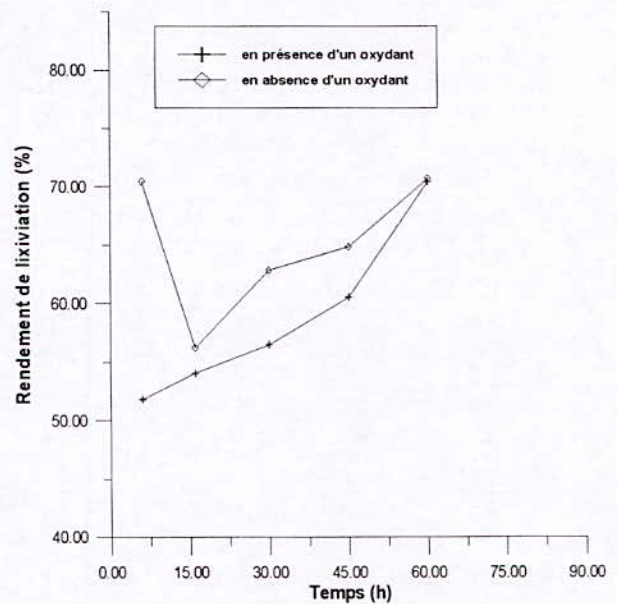


Fig. 3. Influence de l'ajout d'un oxydant
Granulométrie = (-8+2.5) mm

V.4. Influence de la température :

Nous avons utilisé une plaque chauffante comme moyen de chauffage de la solution de lixiviation. Le problème qui s'est posé est qu'on n'enregistre pas la même température de la solution et du lit du minerai. En effet, quand la température de la solution est à 45 °C, celle du lit du minerai est à 30°C, et si on veut avoir la température du lit à 45°C, il faut chauffer la solution à 70 °C, provoquant l'évaporation intense de la solution de lixiviation. Nous fûmes contraint d'arrêter le test.

VI. CONCLUSIONS

L'objectif principal fixé au début de l'étude portait sur l'optimisation des paramètres (granulométrie et concentration en acide) de la lixiviation par percolation du minerai d'ABANKOR, l'influence de l'ajout d'un oxydant et l'effet de la température sur le rendement d'extraction de l'uranium.

Au cours de notre expérience nous avons, sur de petites colonnes de minerais, obtenu des résultats qui nous ont conduit aux conclusions suivantes :

- Le rendement d'extraction de l'uranium diminue quand la granulométrie est fine. L'opération est coûteuse, de plus les rendements régressent en procédant à un broyage plus poussé.
- On obtient de bons résultats pour des solutions diluées et une baisse des rendements lorsque la concentration en acide augmente.
- L'ajout d'un oxydant ne s'est pas révélé d'une grande utilité du moment qu'il n'a presque pas amélioré les rendements d'extraction.
- Pour la température, nous recommandons pour des études à venir d'utiliser un moyen de chauffage hydraulique pour mieux contrôler les températures du lit du minerai et de la solution de lixiviation (solution-mère), et se conformer à la réalité.

VII. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] H. KERDJOUJ, "Préconcentration chimique des minerais d'uranium algériens ; la perfusion. Etude expérimentale, modèles théoriques et conséquences technologiques et économiques", *Thèse de doctorat*, USTHB 1983.
- [2] P. BLAZY, "Valorisation des minerais, manuel de minéralurgie", *presse universitaire de France*, Paris 1970.
- [3] Y. AKACEM, "Lixiviation statique simple et accélérée du minerai d'uranium de TIMGAOUINE", *Thèse de magistère*, USTHB 1979.
- [4] F. HABASHI, "Extractive metallurgy", vol. 2 *Hydrometallurgie*, 1970.
- [5] M. E. DJEHLAL, "Lixiviation alcaline en tas du minerai d'uranium de TIMGAOUINE", *Mémoire de PFE*, ENP 1982.
- [6] A. SAADA, « Etat actuel de la production d'uranium », Institut des Mines de Léningrad, U.R.S.S 1975.
- [7] M. CHATER, "Empattage et lixiviation acide du minerai d'uranium de TIMGAOUINE", *Thèse de magistère*, USTHB 1979.
- [8] N. BOUDALIA, "Lixiviation par perfusion du minerai d'uranium d'ABANKOR", *Thèse de magistère*, USTHB 1979.
- [9] SONAREM, "Etude préliminaire pétrographie et métallogénie des gisements uranifères d'ABANKOR, de TIMGAOUINE et de TINEF", 1978.
- [10] C. CHOCAT & M. DUCHENE, *Economie minière, 2^{ème} partie : Exploitation des substances minérales*, Ecole supérieure des mines de Paris 1972.

TRAITEMENTS THERMIQUES DE L'ACIER 45Si7 PAR DIODE LASER

M.L.HATTALI¹, C. LANGLADE², N. MESRATI¹, A. B.VANNES², D. TREHEUX²

¹ Laboratoire Sciences et Génies des Matériaux, École Nationale Polytechnique d'Alger.
10, avenue de Hassen Badi EL Harrach Alger (Algérie).

² Département STMS Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513
École Centrale de Lyon B P 163. 69134 Ecully cedex (France).

RESUME

Les traitements thermiques sont depuis de nombreuses années appliqués dans l'industrie afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de pièces métalliques. Dans le présent article, et à l'aide d'un laser à diode continue (CW) on a pu étudier l'influence des conditions de traitements thermiques (nombres de passes, vitesse de balayage) sur l'évolution de la microdureté et la profondeur de la ZAT (zone affectée thermiquement) pour un acier de type 45Si7, d'une structure initiale ferrito-perlitique. L'optimisation de l'influence de ces paramètres sur l'évolution structurale des aciers a été prise en considération.

Mots clés : laser à diode continue, acier 45Si7, microdureté, Zone Affectée Thermiquement.

I. INTRODUCTION

La structure d'une surface ainsi que sa composition jouent un rôle très important dans la détermination des propriétés mécaniques des métaux. Aussi, l'utilisation de la flamme (chalumeau) ainsi que le chauffage par induction constituent des méthodes conventionnelles pour effectuer des trempes superficielles [1]. Les sources laser comme techniques nouvelles sont de plus en plus utilisées dans ce domaine. L'essor de ce procédé est lié à ses avantages techniques et économiques ; disponibilité et souplesse de la source, cycles rapides et non polluants autorisant le traitement en chaîne de fabrication, qualité des pièces traitées en ce qui concerne la reproductibilité du durcissement et possibilité de contrôler l'épaisseur affectée par l'oxydation. La trempe par laser utilise généralement un laser CO₂ continue délivrant une puissance de quelques kilowatts. Les densités de

puissance utilisées sont de l'ordre du kW/cm²; le temps d'interaction τ varie de 0.1 à 1 s. les substrats métalliques sont revêtus d'un matériau dont la caractéristique est d'absorber les ondes incidentes du laser afin d'améliorer le rendement du traitement. Le cycle thermique induit la formation d'une couche martensitique en surface dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques centaines de micromètres, caractérisée par une microdureté élevée et des contraintes résiduelles de compression (Fig.1). Le développement particulier de ces traitements dans l'industrie d'automobile et aérospatiale et même médicale a conduit à doubler d'effort et produire des lasers plus puissants et performants [2], tel que la diode laser utilisée dans nos travaux. L'obtention de bonnes propriétés mécaniques passe par la maîtrise de différents paramètres (vitesse de balayage, nombre de passes, puissance... etc). Dans notre étude, on a tenté de comparer l'influence de ces quelques paramètres sur l'évolution de la microdureté à différents nombres de passes, ainsi que sur l'évolution de la ZAT (Zone Affectée Thermiquement).

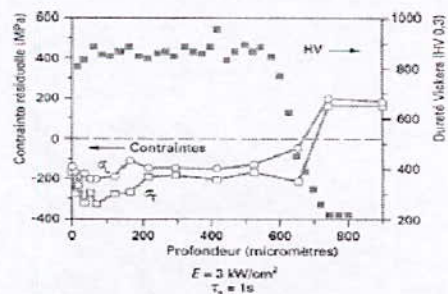


Fig. 1. Évolutions des contraintes résiduelles longitudinale et transversale σ_L et σ_T et de la microdureté en fonction de la profondeur pour un acier X55Cr1 revêtu de graphite ayant subi un traitement de trempe par laser CO₂ [2].

II. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE LA DIODE LASER ROFIN DL X06

Les émetteurs laser (2) sont de taille très réduite. Jusqu'à 25 émetteurs laser constituent une barre laser (1). Le rayonnement laser (3) s'échappe des émetteurs laser avec un angle de divergence élevé (Fig.2).

La barre laser (6) avec les diodes de laser est brasée sur un refroidisseur en cuivre (4). Le refroidisseur est constitué de micros conduits qui sont alimentés par les orifices d'eau de refroidissement (5) en eau réfrigérante.

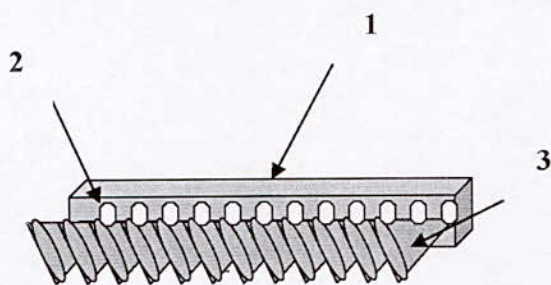


Fig. 2. Une barre laser

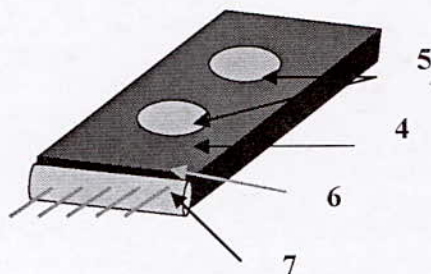


Fig. 3. Le refroidisseur en cuivre

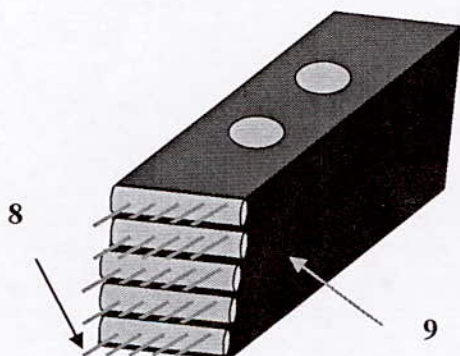


Fig. 4. Pile de diode

Une micro optique (7) (Fig.3) permettant de centrer le rayonnement laser (8) est collée devant chaque barre laser. Un de ces composants, pris à part, ne dépasse pas la taille d'un trombone, mais est capable d'atteindre une puissance de 60 watts.

Ces diodes laser avec les refroidisseurs peuvent être empilées. Pour cette raison, ces composants sont appelés pile de diodes (9) ou « stack de diodes » (Fig.4). Elles peuvent atteindre des puissances de sortie de plusieurs kilowatts.

En outre, des optiques de formation du faisceau laser placées en amont où des macro optiques permettent de focaliser le rayonnement laser des piles de diodes s'échappe au niveau de l'optique de focalisation.

III. MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Pour faire subir une trempe superficielle à nos échantillons, nous avons utilisé un laser modèle ROFIN DL X06 (laser à diode) qui se trouve au département de STMS du laboratoire LTDS de l'Ecole Centrale de Lyon. Les caractéristiques du système utilisé sont les suivantes :

- Source laser : diode ;
- Longueur d'onde : 940 ± 10 nm ou 808 ± 10 nm en option ;
- Fréquence ajustable : 0.33 à 1.923 KHz ;
- Distance de travail : 100 mm ;
- Echange de donnée avec des systèmes de gestion et supervision ;
- Puissance : 1 à 62 W ;
- Mode de travail : continue/impulsionnel ;

Le dispositif que nous avons mis en place est illustré, sur la (Fig.5).

Le matériau étudié est l'acier de nuance 45Si7. Les conditions de traitement de nos échantillons sont mentionnées dans le tableau 1.

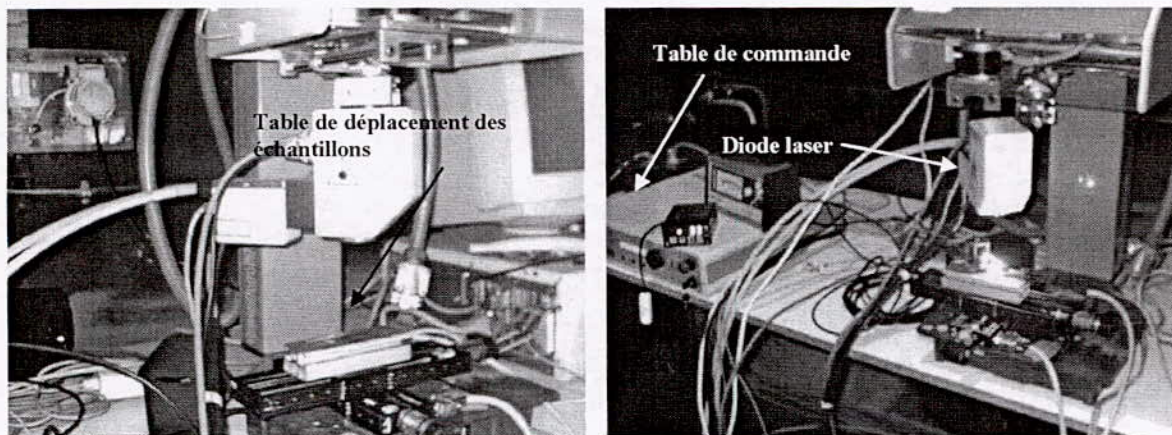


Fig. 5. Dispositif expérimental de la diode laser ROFIN DL X06.

Tableau .1. Les conditions du traitement utilisé dans nos expériences.

	Acier 45Si7
Puissance du laser (W)	60
Vitesse de déplacement (mm/s)	0.1
Puissance du laser (W)	60
Vitesse de déplacement (mm/s)	1

Pour permettre une meilleure absorption du faisceau laser, les échantillons du 45Si7 utilisés, sont polis au papier abrasif 180 puis attaqués avec différentes concentrations d'acide fluorhydrique (HF). Aussi, l'échantillon est plongé pendant une heure dans une solution de concentration 0.5% puis 3 à 5 secondes dans une solution de concentration 15% et une heure dans une solution à 0.2% et enfin revêtus d'une couche de graphite. Ces revêtements de surface sont aussi des facteurs de contamination des zones traitées au laser, ils s'ajoutent à ceux dus à l'atmosphère ambiante, en absence de protection gazeuse efficace (par exemple l'argon) [3-4]. Pour l'observation en microscopie optique, on a pris le soin de bien préparer nos échantillons afin d'obtenir des résultats fiables, ainsi pour permettre et grâce au polissage mécanique d'enlever toutes traces ou de résidus qui peuvent altérer nos résultats de microdureté. La préparation a été faite de la façon suivante :

- a. Le tronçonnage : cette préparation est toujours effectuée perpendiculairement à la surface traitée.
- b. L'enrobage : afin de faciliter le polissage et la netteté des bords, les échantillons sont enrobés à chaud.

c. Le polissage comprend la gamme suivante :

- Papier au carbure de silicium (SiC) de granulométrie 400, 600, 800, 1000, 1200 et 4000.
- Drap avec solution de particules de l'alumine (Al_2O_3).
- OPS (Oxide Polishing Solution).

d. L'attaque chimique : la microstructure des aciers peut être révélée à l'aide de la solution de Nital 5%.

La mesure des microduretés a été faite par un microduremètre sous une charge de 50g qui nous a permis de suivre l'évolution de cette propriété en fonction de la profondeur de la zone traitée et de déterminer les différentes zones issues de ce traitement. La caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB) nous a permis de distinguer ces zones et de conforter nos résultats de microdureté et la diffraction des rayons X de mettre en évidence les différentes phases formées.

IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV. 1. Caractérisations physico-chimiques

Après le traitement thermique au laser des échantillons de l'acier 45Si7, le cordon traité présente une couleur noire (probablement des oxydes de fer).

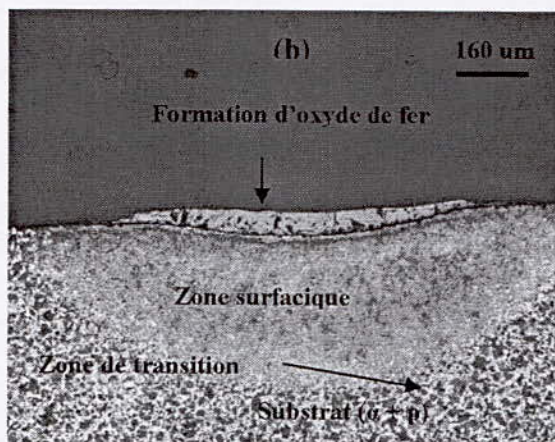
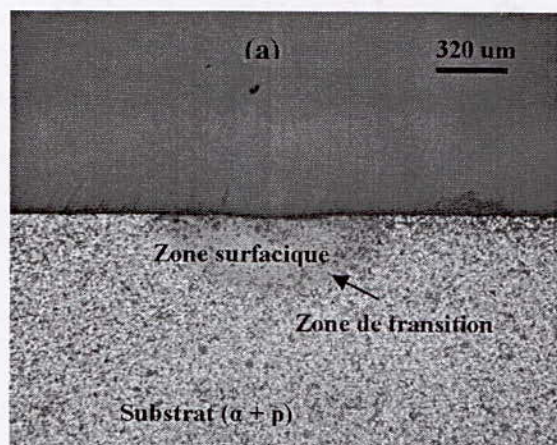


Fig. 6. Micrographie optique révélant la zone affectée par le traitement laser. Echantillons d'acier 45Si7, puissance 60 W, vitesse de balayage a : 1 mm/s et b : 0.1mm/s, nombre de passes a : 4 et b : 5.

L'observation au Microscope Optique des surfaces préparées et après irradiation de la surface par le faisceau laser (Fig.6), révèle l'existence de trois zones distinctes.

La figure 7 illustre l'évolution de la martensite à travers les trois zones observées [4-5] et constituées essentiellement de :

1. Une zone superficielle qui révèle de la martensite;
2. Une zone de transition qui présente une morphologie identique mais plus fine ;
3. Le substrat qui présente la structure initiale ferrito-perlitique ;

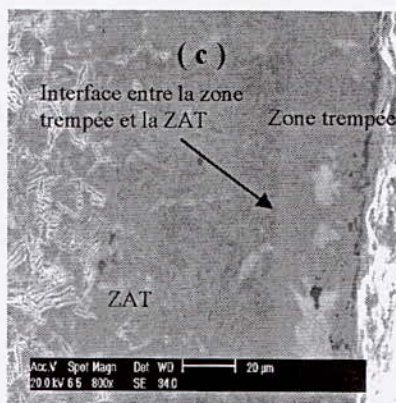
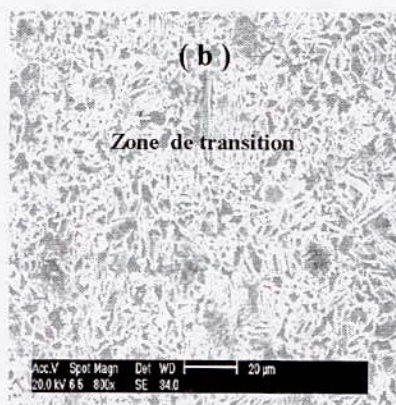
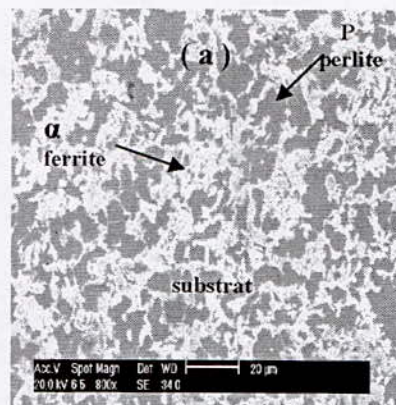


Fig. 7. Micrographie électronique à balayage de la martensite dans les trois zones de l'échantillon d'acier 45Si7. Puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 4.

- a : substrat;
b : zone de transition ;
c : zone superficielle.

L'analyse en microscopie électronique à balayage, nous révèle la présence dans certains échantillons des zones blanches qui parsèment la surface de l'échantillon. Ces vermicelles semblent être des fissures qui s'étendent sur plusieurs dizaines de micromètres. Elles se concentrent

d'ailleurs à la frontière entre la ZAT et la structure de la matrice. A l'endroit même où on pense que le nombre de passes a conduit à un durcissement beaucoup plus élevé et par conséquent à une fatigue du matériau dû essentiellement à plusieurs cycles d'échauffement et de refroidissement (Fig.8). On a pu constater que la profondeur maximale de la ZAT (zone affectée thermiquement) mesurée, dépend des conditions de traitement, en particulier de la puissance, de la vitesse et du nombre de passes effectuées.

IV.2. Influence du nombre de passes sur l'évolution de la ZAT

Tableau. 2.Variation de la profondeur de la zone affectée thermiquement en fonction du nombre de passes lors d'une irradiation laser d'une puissance 60W et une vitesse de balayage 0.1 mm/s et 1mm/s respectivement.

Nombre de passes	Profondeur de la ZAT (mm)	
	Vitesse 0.1 mm/s	Vitesse 1mm/s
1	0.22	-
2	0.19	-
3	0.23	-
4	0.85	0.44
5	-	0.47
6	-	-
7	-	0.43
8	-	0.65

Le nombre de passes en fonction de la profondeur traitée influe peu sur la ZAT dans le cas où la surface du métal n'a pas atteint la température de fusion. L'exemple est présenté dans le tableau 2 pour une vitesse de balayage de 0.1mm/s et un nombre de passes variant de 1 à 3. De même dans le cas d'une vitesse de 1mm/s et le nombre de passes compris entre 4 et 7. Dans le cas contraire on remarque une nette augmentation de la ZAT. L'état de fusion a été observé pour les échantillons qui ont été traités 4 et 8 fois pour des vitesses de 0.1mm/s et 1mm/s respectivement. Ce phénomène est expliqué par l'augmentation de la chaleur engendrée suite au nombre de cycles thermiques appliqués.

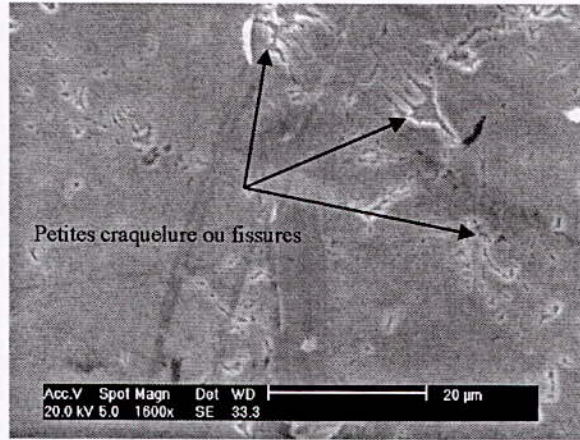


Fig. 8. Observation au MEB de la face de l'échantillon 45Si7. Interface entre la ZAT et la matrice. Echantillon d'acier, puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 7.

En effet, plus le nombre de passes est élevé plus la température à la surface augmente et diffuse par conduction à l'intérieur du métal traité.

IV.3. Influence du nombre de passes sur la microdureté

Les tests de microdureté (Fig 9 et 10) montrent que cette propriété peut atteindre dans certains cas des valeurs proches de 1300 Hv. Ceci est dû à la contamination par l'oxygène et l'azote de l'air et de la création de la zone hyperefflée martensitique. Les échantillons qui ont eu une microdureté comprise entre 1000 et 1300 ont subi des fissurations lors du test (Fig.11). Comparativement à un traitement thermique conventionnel, la microdureté est élevée uniquement dans les régions riches en carbone (cas de l'acier). On a ainsi, remarqué que pour un nombre de passes élevé on obtient des duretés qui sont faibles comparativement à un nombre de passes moins élevé. L'acier subit une fatigue thermique due aux cycles du chauffage-refroidissement causés par le nombre de passes successives appliquées. L'allure générale des courbes microdureté - zone affectée thermiquement, concorde bien avec les résultats espérés. En effet, la dureté diminue de la zone traitée (c'est-à-dire affectée thermiquement) vers la zone non affectée (cœur du matériau). Cela s'explique par la formation des oxydes connus pour leur haute dureté et de la précipitation de la martensite par transformation structurale. Ensuite vient les différentes structures à savoir la bainite supérieur, bainite inférieur et enfin en retrouve notre structure de départ ce qui explique l'allure du diagramme.

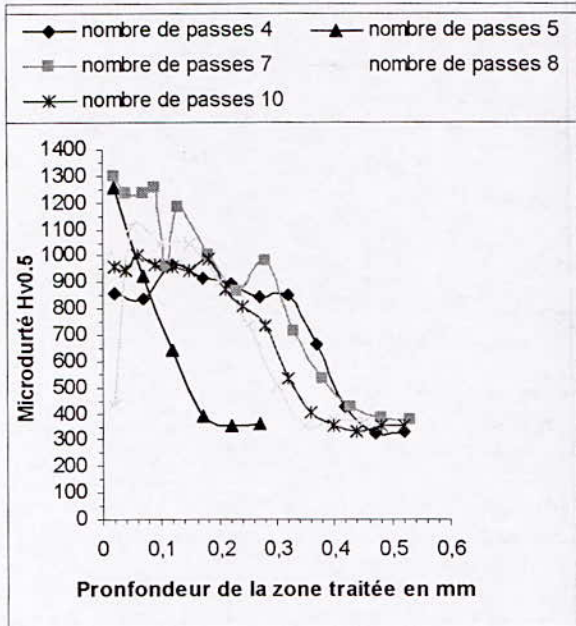


Fig. 9. Influence du nombre de passes sur la variation de la microdureté de la zone traitée. (45Si7, V=1mm/s, P=60w).

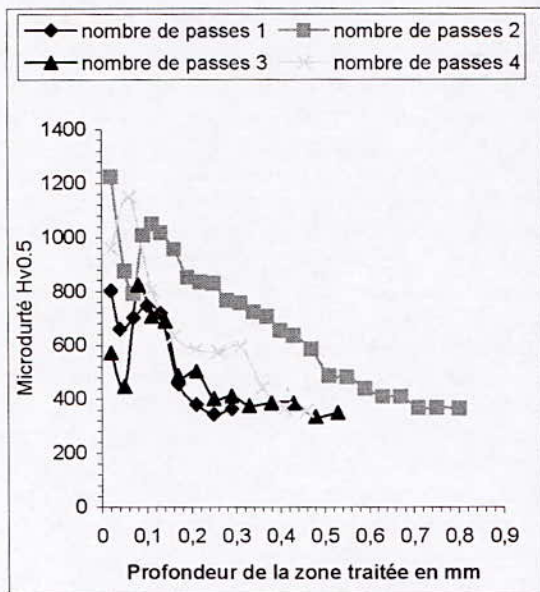


Fig. 10. Influence du nombre de passes sur la variation de la microdureté de la zone traitée. (45Si7, V=0.1mm/s, P=60w).

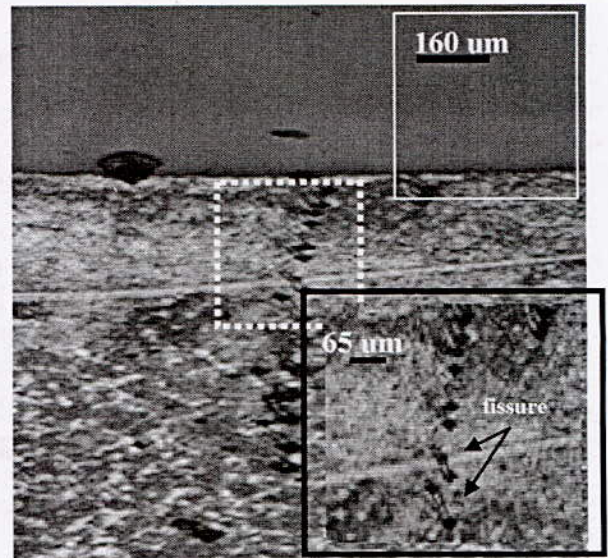


Fig. 11. Propagation des fissures lors de l'application d'une masse charge de 100g. Echantillon d'acier 45Si7, puissance 60 W, vitesse de balayage 1mm/s, nombre de passes 3.

Pour quelques échantillons et suivant les paramètres choisis, on a pu observer par microscopie optique la formation d'une couche superficielle d'une épaisseur de 10 µm. Ces couches ce sont des oxydes de fer (Fig.6.b). Pour conforter notre hypothèse, on a analysé quelques échantillons en diffraction des rayons X ce qui nous a permis de mettre en évidence la présence du carbure de fer et de la martensite (Fig.12). Pour ce qui concerne les oxydes observés en microscopie optique, on n'a pu les identifier par diffraction des rayons X à cause de la faible épaisseur (couche mince) et il serait plus intéressant d'analyser ces échantillons aux X rasants.

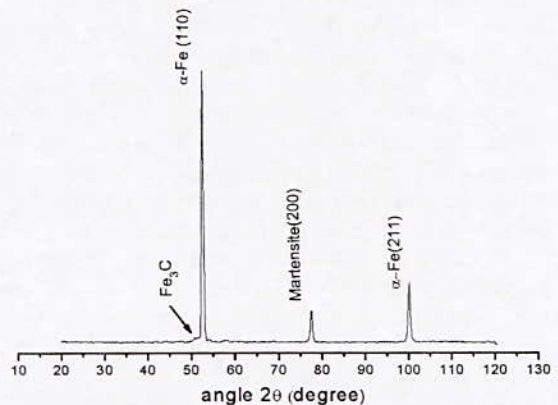


Fig. 12. Spectre de diffraction X de l'échantillon 45Si7. Puissance 60 W, vitesse de balayage 0.1mm/s, nombre de passes 3.

V. CONCLUSION

L'intérêt d'un traitement thermique superficiel par laser est d'obtenir des caractéristiques mécaniques élevées en surface au niveau des plages fonctionnelles critiques, tout en conservant à cœur une ductilité qui assure la sécurité du fonctionnement de la pièce. On peut ainsi accroître les performances des pièces sollicitées, principalement au voisinage de la surface : résistance à la fatigue notamment en sollicitations répétées non uniformes en flexion, et/ou torsion, résistance à la fatigue de surface et résistance à l'usure abrasive.

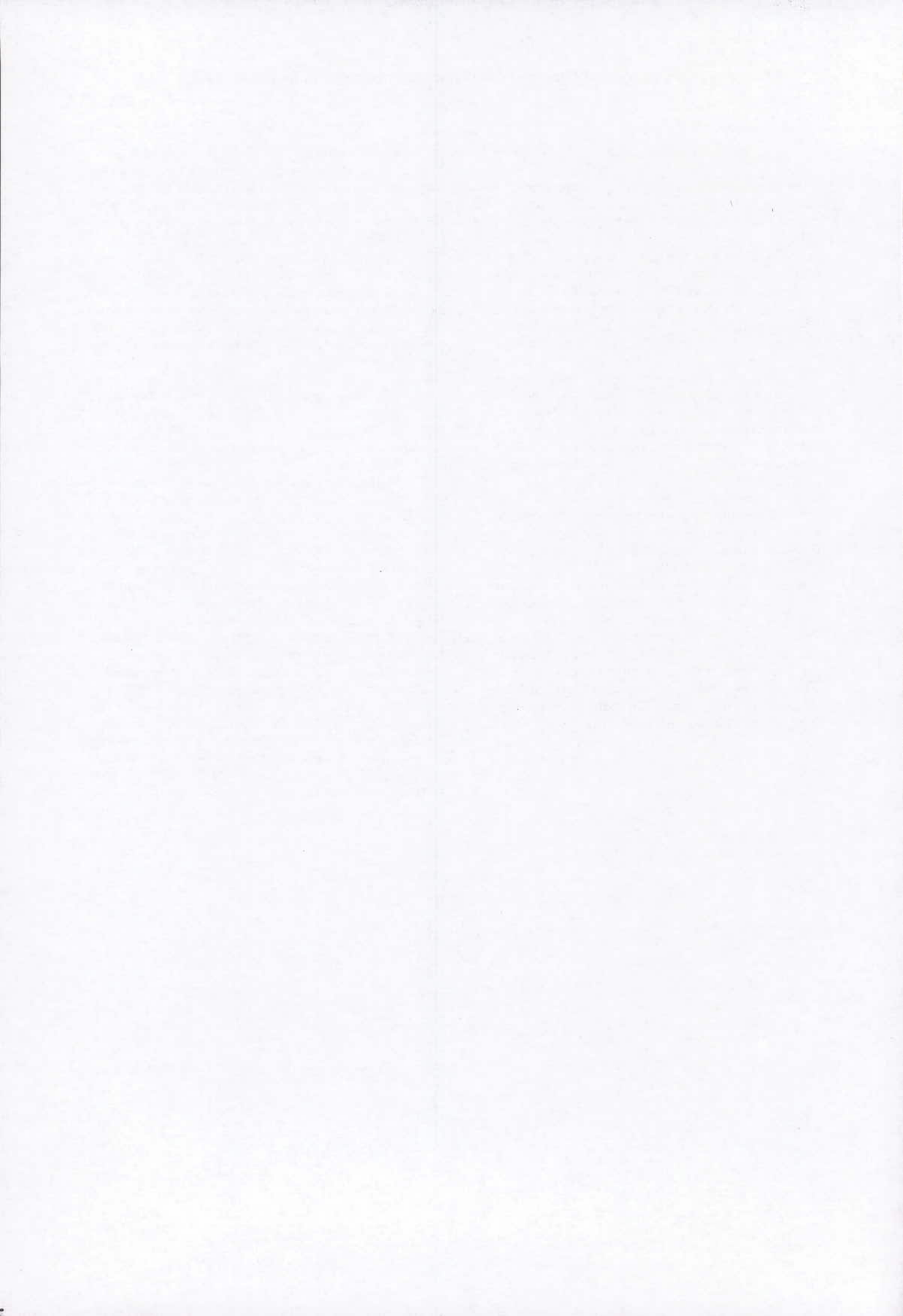
Bien que nous n'avons pas traité les potentialités de ces traitements en termes de tenue mécanique, on pense que notre étude nous a permis une meilleure compréhension des critères d'un bon traitement thermique et des phénomènes qui en découlent grâce à la compréhension de l'influence des différents paramètres et leur maîtrise. L'apprentissage des diverses techniques nécessaires à l'étude des matériaux et surfaces était indispensable et bénéfique aussi. Le tout nous a permis de converger l'aspect théorique à celui pratique bien que ce n'est pas du tout évident et souvent difficile.

Du point de vue expérimental pour permettre une meilleure absorption du faisceau laser, on applique sur les surfaces des échantillons à traiter un revêtement ou une peinture antireflechissante. En ce qui nous concerne, on a pratiqué l'attaque chimique par l'acide fluorhydrique et le graphite. Comme le graphite altère d'une façon considérable les surfaces traitées au laser, il peut diffuser de même que l'oxygène de l'air et former des oxydes.

La microdureté avoisine les 1300Hv et peut être expliquée par l'hypertrempe aggravée par la diffusion d'oxygène et le graphite, ce qui peut expliquer la formation de fissures observées lors de nos essais de microdureté. Notre étude a montré combien le nombre de passes est néfaste sur l'état du matériau, ainsi que l'influence de la vitesse du déplacement. Les différents résultats ainsi obtenus (métallographie, microdureté, MEB...) sont assez concluants. Cependant, il serait souhaitable d'approfondir cette étude par des méthodes de caractérisation plus performantes telles que les X-Rasants qui nous auraient permis d'obtenir plus d'informations et de précision sur les oxydes formés et leurs natures.

VI. REFERENCES

- [1] J. Dutta Majumdar, A. K. Nath, B. Ravi Kumar, I. Manna. *Lasers in Engineering*, Vol. 14, 2004, pp. 134-151.
- [2] Y. Desalos, F.L. Strat. Traitements thermiques superficiels des aciers, *techniques de l'ingénieur M1205*, 1999.
- [3] H. Adnani-amridjia, D. Abdi, H. Boudoukhadjabi, A. Boucenna. Corrélation entre les conditions de traitement thermique par laser CO_2 de puissance et les modifications structurales de surface d'alliage de titane TA6V. Elsevier, Paris, *Ann Chim.Sci.Mat*, Vol24, 1999, pp. 493-503.
- [4] H. Adnani-amridjia, D. Abdi, A. Boucenna. Conditions de traitement thermique de l'alliage de titane TA6V sous faisceau laser CO_2 de puissance. Elsevier, Paris, *Ann. Chim.Sci.Mat*, Vol 24, 1999, pp. 515-524..
- [5] J. Bessrou, M. Bouhafs, R. Khadrani, M. Jemmali, Modèle thermique instationnaire d'un traitement superficiel par une source Laser mobile, *International Journal of Thermal Sciences*, Vol 41, Paris, 2002, pp. 1055-1066, Elsevier.



CARACTERISATION DES MULTIMATERIAUX A BASE DU 35CD4 et AU4G REALISES PAR PROJECTION THERMIQUE

S. FERROUKHI¹, A. KAIDI¹, K. NECIB¹, A. SADKI², N. MESRATI².

¹ Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17 Borj - El - Bahri, Alger, Algérie.

² Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Nationale Polytechnique, 10 Avenue Hassen Badi, El Harrach Alger, Algérie.

RESUME

Cette étude s'intéresse aux multimatériaux à base des alliages 35CD4 et AU4G pour lesquels plusieurs variantes de dépôts par projection thermique sont réalisées. Notre attention est focalisée sur la considération de deux couches d'accrochage constituées de matériaux cohérents en terme d'autodiffusion (Al et Cu-Sn). Plusieurs combinaisons du dépôt (Cu-Sn et Acier inoxydable) sont réalisées sur les substrats choisis pour leurs aptitudes aux sollicitations particulières (frottement-usure, corrosion,...). La morphologie des dépôts, le comportement mécanique et celui des interfaces (test d'arrachement) ont été pris en considération.

Les principaux résultats corrélés aux traitements thermiques adoptés, montrent l'influence des conditions de préparation des surfaces et des dépôts choisis.

Mots clés : Projection Thermique, Multimatériaux, Adhérence, Microstructure, Fissure, Essai de Flexion, Facteur d'Intensité de Contrainte.

I. INTRODUCTION

Les pièces mécaniques qui subissent des efforts extérieurs permanents où elles perdent leurs propriétés superficielles, sont considérées comme un problème nécessitant une résolution rapide.

Malgré les caractéristiques particulières en surface, les pièces réalisées peuvent présenter en service certaines défaillances dues aux sollicitations généralement complexes auxquelles elles sont soumises. Parmi les problèmes rencontrés, figurent l'adhérence et la fissuration à l'interface.

Dans notre travail, nous avons étudié des multimatériaux élaboré par projection thermique ; réalisées par dépôt d'un acier inoxydable (acier au chrome-13% Cr) et d'un alliage Bronze au Phosphore sur les substrats : acier 35CD4 et l'aluminium AU4G.

Notre choix de dépôt a été motivé par l'importante utilisation de ces deux matériaux dans l'industrie mécanique. Le premier, de nuance industrielle 60E, est caractérisé par sa dureté et sa résistance à la corrosion. Le deuxième, de nuance industrielle 15E, est caractérisé par son bon comportement tribologique.

La caractérisation a été volontairement centrée sur le comportement des interfaces (test d'arrachement), sur la morphologie des dépôts (microscope optique et électronique à balayage) et le comportement mécanique (essais de microdureté, teste d'arrachement, essai de flexion). Les principaux résultats corrélés aux traitements thermiques adoptés, montrent l'influence des conditions de préparation des surfaces et des dépôts choisis.

II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II. 1. Matériaux utilisés

Nous avons utilisé comme matériau de substrat deux nuances ; un acier de construction mécanique 35CD4 et un alliage d'aluminium AU4G.

Les matériaux projetés sont sous forme de filaire de diamètre 1.6mm

Sur Le tableau 1 nous avons reporté la composition chimique des couches projetées (dépôt ; couche d'accrochage) :

Tableau.1. Désignation et composition chimique des couches projetées

Couche d'accrochage % poids	10E	90% Cu , 9% Al , 0.5% Fe
	75E	80% Ni, 20% Al
Dépôt % poids	60E	13% Cr
	15E	7% Sn, 92% Cu, traces de phosphore

II. 2. Elaboration du multimatériau

Les substrats choisis présentent les formes présentées sur les figures 1 et 2.

A / Pastilles cylindriques de 25 mm de diamètre et de 5mm d'épaisseur pour AU4G, 30 mm de diamètre et de 5mm pour l'acier en 35CD4.

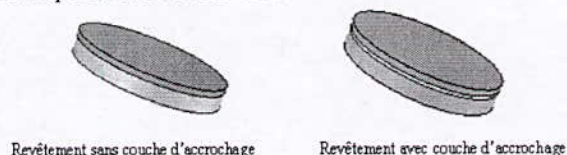


Fig. 1. Pastilles de test d'arrachement

B / Parallélépipédiques entaillées destinées aux essais de flexion 3 points.

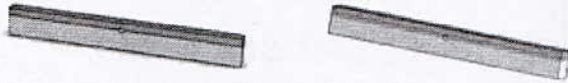


Fig. 2. Eprouvettes de flexion 3 points

L'épaisseur du dépôt est de l'ordre de 2mm, celle de la couche d'accrochage est de l'ordre de 0.2mm.

II. 3. Les paramètres de projections

Après la préparation de la surface de projection par décapage mécanique, grenaillage sous pression de 50 bars, et dégraissage, nous avons réalisé notre multimatériau selon les paramètres présentés dans le tableau 2.

Tableau. 2. Paramètres de projection thermique à l'arc électrique

Pression de projection	3 bars
Tension de générateur	30 V
Intensité de courant	100A
Distance de projection	140mm
Angle de tir	90 °
Diamètre des fils	1,6mm

III. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

III.1. Caractérisation métallographique.

III.1.1. Observation par microscope optique.

Les revêtements élaborés par projection thermique possèdent en général une structure lamellaire, caractérisée par des micro et macro fissures, de la porosité et la présence de particules infondues.

Les particules fondues s'écrasent et s'étalent sur le substrat où des particules sont déjà déposées et forment de fines lamelles qui s'adaptent aux irrégularités de la surface (figures 3 et 4).

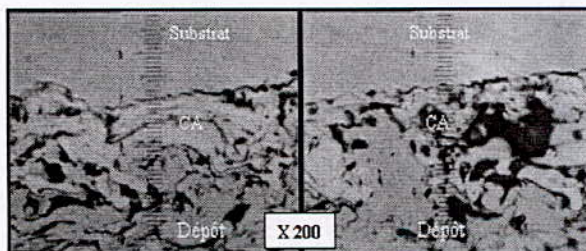


Fig. 3. Métallographie du multimatériau 35CD4 /75E/ 60 E

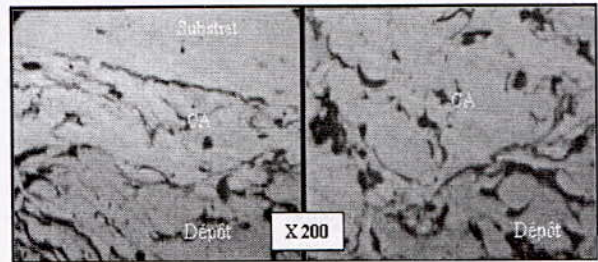


Fig. 4. Métallographie du multimatériau 35CD4/75 E /60E Post-traité à 600 C° pendant 2 heures sous vide

Les interfaces sont claires et bien définies dans tous les cas de figures. Dans le cas des échantillons ayant subi le post traitement à 600 C° pendant 2 heures, nous remarquons une diminution du taux de porosité et une distribution plus homogène des inclusions et des oxydes.

III.1. 2. Observation par microscope électronique à balayage.

Les images suivantes prises par M.E.B montrent clairement la structure non homogène de dépôt. Une structure stratifiée poreuse et oxydée d'une topographie irrégulière qui dépend fortement des conditions de projection (figures 5, 6, 7 et 8).

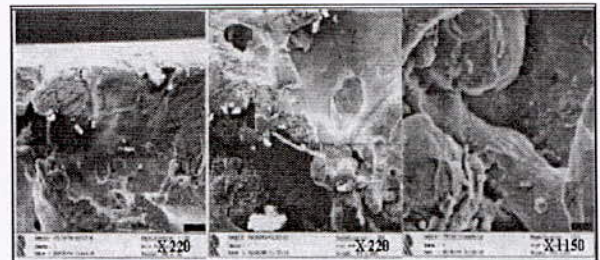


Fig. 5. Structure stratifiée du multimatériau 35CD4/ Ni -Al / Cu-Sn

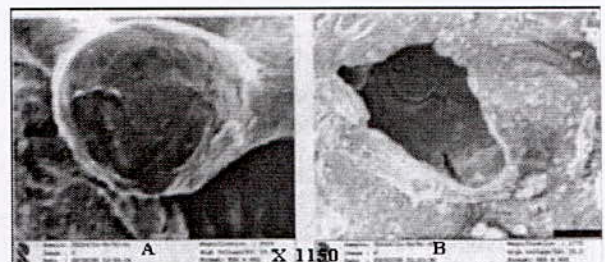


Fig. 6. Structure de dépôt : A- Particule infonduée B- Pores et microfissures

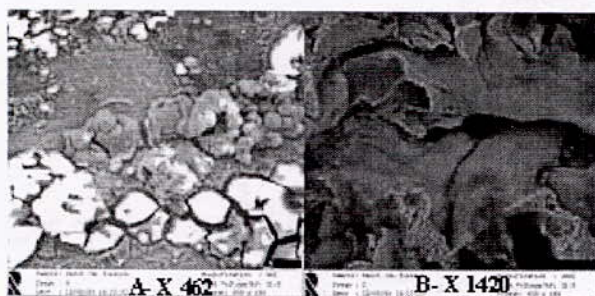


Fig. 7. Structure de dépôt : A- Particules oxydées B - Structure stratifiée (Pores et microfissures)

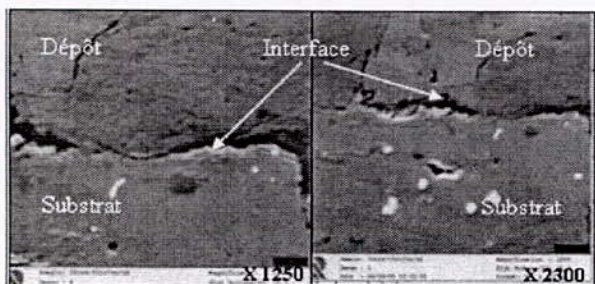


Fig. 8. Micrographie de l'interface du bimatériel 35CD4 / 15E(Photos de MEB. L.M.A.EMP-2005)

L'analyse Micrographique de l'interface montre d'une façon claire la présence de fissures et de pores dus généralement à la mauvaise préparation du substrat ainsi qu'aux impuretés présentes lors de la projection. Aussi, nous remarquons que l'orientation des fissures est suivant la ligne d'interface à cause des passes successives de la torche de projection.

III.2. Caractérisation mécanique.

III. 2. 1. Essais de microdureté.

Les résultats obtenus de microdureté pour les échantillons de l'acier 35CD4 comme substrat ont montré que la dureté du dépôt est inférieure à celle du substrat. Aussi, l'effet du post-traitement sur la microdureté est négligeable, mais par contre la structure du dépôt devient plus homogène.

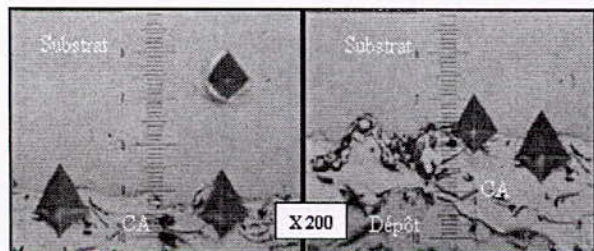


Fig. 9. Observation des empreintes après l'essai de microdureté sur le multimatériel 35CD4/ 75E / 66E

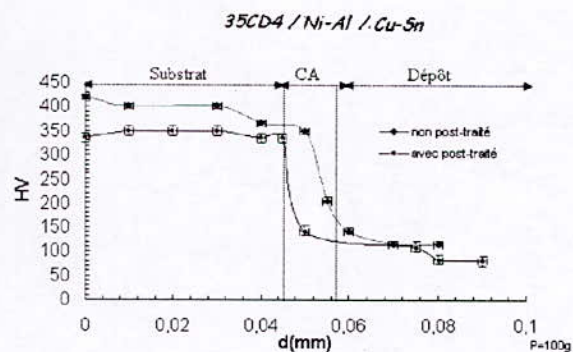


Fig. 10. Profil de la microdureté HV pour le multimatériel 35CD4/ 75E / 15E

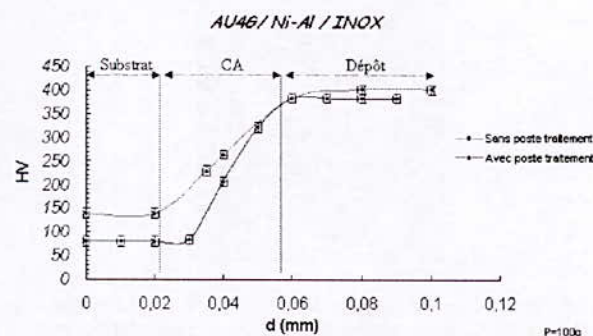


Fig. 11. Profil de la microdureté HV pour le multimatériel AU4G / 75E / 60E

Dans le cas des échantillons de l'aluminium AU4G, la dureté du dépôt et supérieure à celle du substrat, le post-traitement a diminué d'une façon considérable la microdureté du substrat, par contre elle prend les mêmes valeurs que dans le cas sans post-traitement au niveau du dépôt et de la couche d'accrochage.

III. 2. 2. Test d'arrachement.

III. 2. 3. Montage de teste d'arrachement.

Le dispositif utilisé est constitué d'une machine de traction hydraulique de type MAB, pilotée par un micro-ordinateur muni d'un logiciel spécifique MERLIN INSTRON.

Pour effectuer les essais, nous avons réalisé les deux supports porte échantillon de nuance 30CD12. Pour éviter lors de l'essai d'arrachement l'allongement des supports qui auraient faussé alors les résultats, on les a trempé à l'huile après un maintien de 15mn à une température de 900°C dans un four sous atmosphère contrôlée. La dureté des pièces obtenue après la trempé est de 45 Hv.

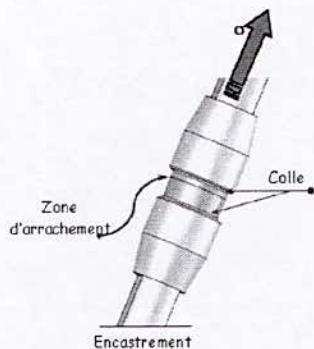


Fig. 12. Principe du test d'arrachement

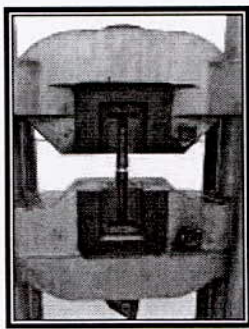


Fig. 13. Système de fixation des supports porte échantillon (Photo prise lors de l'essai d'arrachement L.M.A.EMP-2005)

Le diagramme suivant présente les différentes valeurs de contrainte nécessaire pour décoller les couches de revêtement :

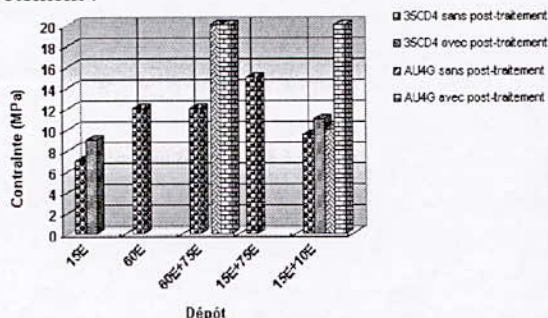


Fig. 14. Variation des valeurs de l'adhérence pour différents types du multimatériau.

Le diagramme ci-dessus représente les différentes valeurs de la contrainte nécessaire pour décoller les couches du revêtement :

- le décollement de dépôt est total pour la majorité des échantillons,
- pour les échantillons qui ont une couche d'accrochage, le décollement se fait toujours au niveau de l'interface dépôt- couche d'accrochage,
- l'utilisation de la couche d'accrochage 75E est plus favorable que celle à base du 10E pour l'obtention d'une bonne adhérence,

- augmentation importante de l'adhérence suite au post-traitement,
- l'aluminium présente un effet très favorable sur l'adhérence, grâce à sa présence dans la composition chimique des couches d'accrochage ou dans celle du substrat,
- l'effet des autres phénomènes d'adhérence autre que l'encrage mécanique peut être expliqué par les approches éventuellement moléculaire et thermodynamique ;
- pour les échantillons suivants :
 - 60E / 75E / AU4G avec post-traitement,
 - 60E / 75E / AU4G sans post-traitement,
 - 15E / 10E / AU4G avec post-traitement.

On note une bonne résistance traduite par une adhérence supérieure à celle de la colle (20 MPA).

III. 2. 2. Essais de flexion en 3 points.

III. 2. 2. 1. Calcul du facteur d'intensité de contrainte

L'essai de flexion trois points a été effectué sur des éprouvettes en acier 35CD4 et en aluminium AU4G avec un dépôt en bronze au phosphore et une sous couche d'accrochage en bronze aluminium.

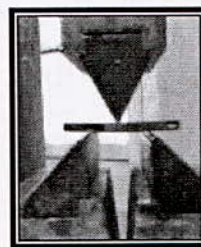


Fig. 15. Dispositif de flexion à trois points (Photo prise lors de l'essai de flexion trois points L.M.A.EMP-2005).

Pour l'acier 35CD4, une fois la charge appliquée pour des déplacements imposés, la propagation de la fissure se fait le long de l'interface jusqu'à une certaine longueur limite à partir de laquelle elle change de direction et devient transversale par rapport au dépôt.

Pour l'aluminium AU4G, on a constaté que le dépôt reste adhérent au substrat et cela pour les différents déplacements "di" imposés jusqu'à une valeur limite ensuite on note la formation à partir de l'entaille d'une fissure transversale qui se dirige vers le dépôt (Les fissures longitudinales sont observées lorsqu'on a une rupture totale de l'éprouvette). Ci-joint, les différentes étapes observées lors de l'essai de flexion trois points.

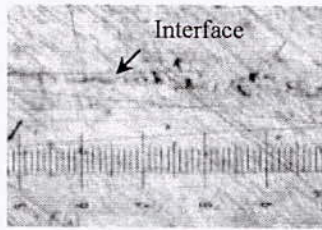


Fig. 16. L'état de l'interface avant l'essai de flexion trois points 35CD4/10E/15E

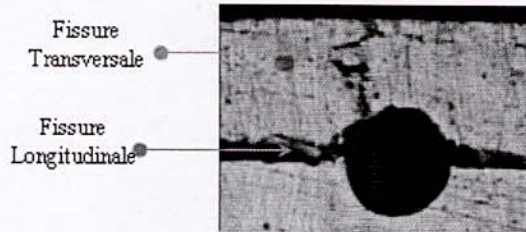


Fig. 17. Différentes fissures observées après l'essai de flexion trois points 35CD4/10E/15E.

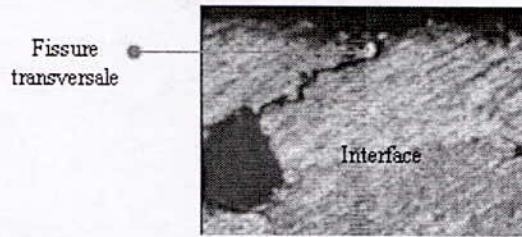


Fig. 18. Fissure transversale observée après l'essai de flexion trois points AU4G/10E/15E.

Pour calculer le facteur d'intensité de contrainte, nous avons utilisé le paramètre J pour les fissures longitudinales et une méthode analytique pour les fissures transversales.

Concernant l'acier 35CD4, les fissures qu'on va caractériser sont longitudinales. Après l'obtention des courbes charge appliquée en fonction du déplacement, on a calculé l'énergie de déformation U qui correspond à l'aire de la surface limitée par le tracé de la courbe et l'axe des abscisses (fig.19). Ainsi, on a obtenu un diagramme donnant U en fonction de a (figure 20).

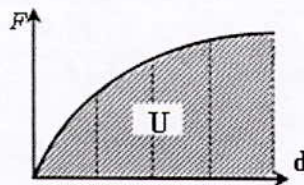


Fig. 19. Détermination de la valeur de l'énergie U.

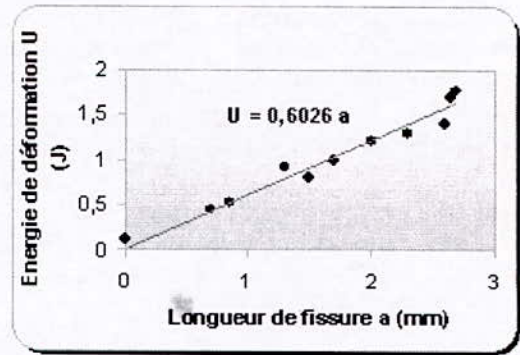


Fig. 20. L'énergie de déformation en fonction de la longueur de fissure.

D'après la figure 14, on tire la valeur de J telle que :

$$J = -\frac{1}{e} \frac{\partial U}{\partial a} \quad (1)$$

K_I étant relié avec J par la relation suivante :

$$J = \frac{K_I^2}{E} \Rightarrow K_I = \sqrt{JE} \quad (2)$$

Néanmoins, on doit calculer le module de Young E pour le multimatériau 35CD4 (15E/10E). Comme le volume de la couche d'accrochage est très petit, on peut le négliger dans le calcul du module de Young équivalent.

Pour un bimatériau le module de Young équivalent est donné par la relation suivante :

$$E_e = E_s \left[\frac{1}{(1-V_d) + \frac{E_s}{E_d} V_d} \right] \quad (3)$$

Avec :

$$V_d = \frac{\text{Volume de dépôt}}{\text{Volume total}}$$

- E_e : Module d'élasticité équivalent.
- E_s : Module d'élasticité du substrat.
- E_d : Module d'élasticité du dépôt.
- $E_s(35CD4) = 208 \text{ GPa}$
- $E_d(15E) = 110 \text{ GPa}$

$$V_d = \frac{275}{775} = 0.3548$$

Doù: $E_e = 158 \text{ GPa}$

D'où $K_I = 195.15 \text{ MPa} \sqrt{m}$

La valeur de K_I trouvée pour la fissure longitudinale est considérée comme la valeur du facteur d'intensité de contrainte critique pour la fissure transversale. C'est à dire, pour $K_I \geq K_{Ic} = 195.15 \text{ MPa} \sqrt{m}$, on a une rupture du dépôt.

Pour l'aluminium AU4G, les fissures sont transversales (fig. 18-21) et pour les caractériser, on a utilisé une méthode analytique qui va nous donner la valeur du facteur d'intensité de contrainte K_I :

$$K_I = \frac{3PL}{2b^2e} \sqrt{\pi a} f\left(\frac{a}{b}\right) \quad (4)$$

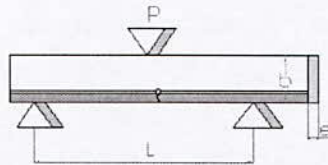


Fig. 21. Fissure transversale du multimatériau AU4G/10E/15E.

$f\left(\frac{a}{b}\right)$: Facteur de correction qui dépend du rapport $\frac{L}{b}$

Pour $\frac{L}{b} = 4$

$$f\left(\frac{a}{b}\right) = 1,090 - 1,735 \frac{a}{b} + 8,20 \left(\frac{a}{b}\right)^2 - 14,18 \left(\frac{a}{b}\right)^3 + 14,57 \left(\frac{a}{b}\right)^4$$

$b = 6,2 \text{ mm}$

$e = 2,5 \text{ mm}$

$a_0 = 0.2 \text{ mm}$ (la longueur de fissure critique pour laquelle on a une propagation brutale)

$L = 4 b = 24.8 \text{ mm}$

$P = 4.6 \text{ KN}$

D'où : $K_I = 3289 \sqrt{a}$

Pour $a = a_0$ on a :

$$K_{Ic} = 46.51 \text{ MPa} \sqrt{m}$$

D'après les résultats trouvés, on peut dire que le multimatériau 35CD4/10E/15E possède le meilleur facteur d'intensité de contrainte et que la rupture de dépôt se fait après avoir atteint la valeur de $K_{Ic} = 195.15 \text{ MPa} \sqrt{m}$.

Par contre, pour le multimatériau AU4G/10E/15E malgré une bonne adhérence à l'interface, la rupture du dépôt se fait pour une valeur de $K_{Ic} = 46.51 \text{ MPa} \sqrt{m}$.

III. 2. 2. Observation des faciès de rupture

Les faciès de rupture observés sont ceux du multimatériau AU4G/10E/15E. Obtenus lorsque qu'on a une rupture totale de l'éprouvette de flexion.



Fig. 22. Faciès de rupture du dépôt, du substrat et de l'entaille.



Fig. 23. Faciès de rupture du multimatériau AU4G/10E/15E pour une fissure transversale.

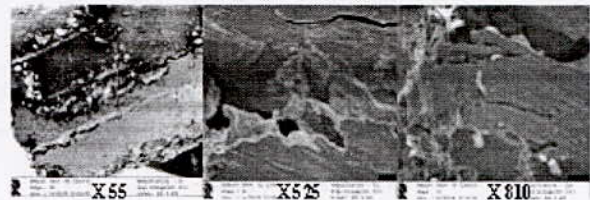


Fig. 24. Faciès de rupture du multimatériau AU4G/10E/15E pour une fissure longitudinale (à l'interface).

IV- CONCLUSION

La plupart des revêtements métalliques en particulier ceux réalisés par la projection thermique, permettent d'adapter des solutions efficaces aux problèmes variés et souvent complexes faisant appel aux moyens de protection. En effet, dans le cas de la protection des pièces contre l'agressivité de l'environnement, il apparaît que l'utilisation de cette technique est d'un intérêt remarquable dans le sens qu'elle permet plusieurs améliorations d'ordre technique, économique et écologique.

Notre étude a pour objectif :

- La réalisation des multimatériaux élaborés par projection thermique à arc électrique

- Une caractérisation physicochimique et mécanique basée principalement sur une caractérisation métallographique, une étude de dureté, des tests d'adhérence des dépôts sur le substrat et une étude de la fissuration à l'interface.

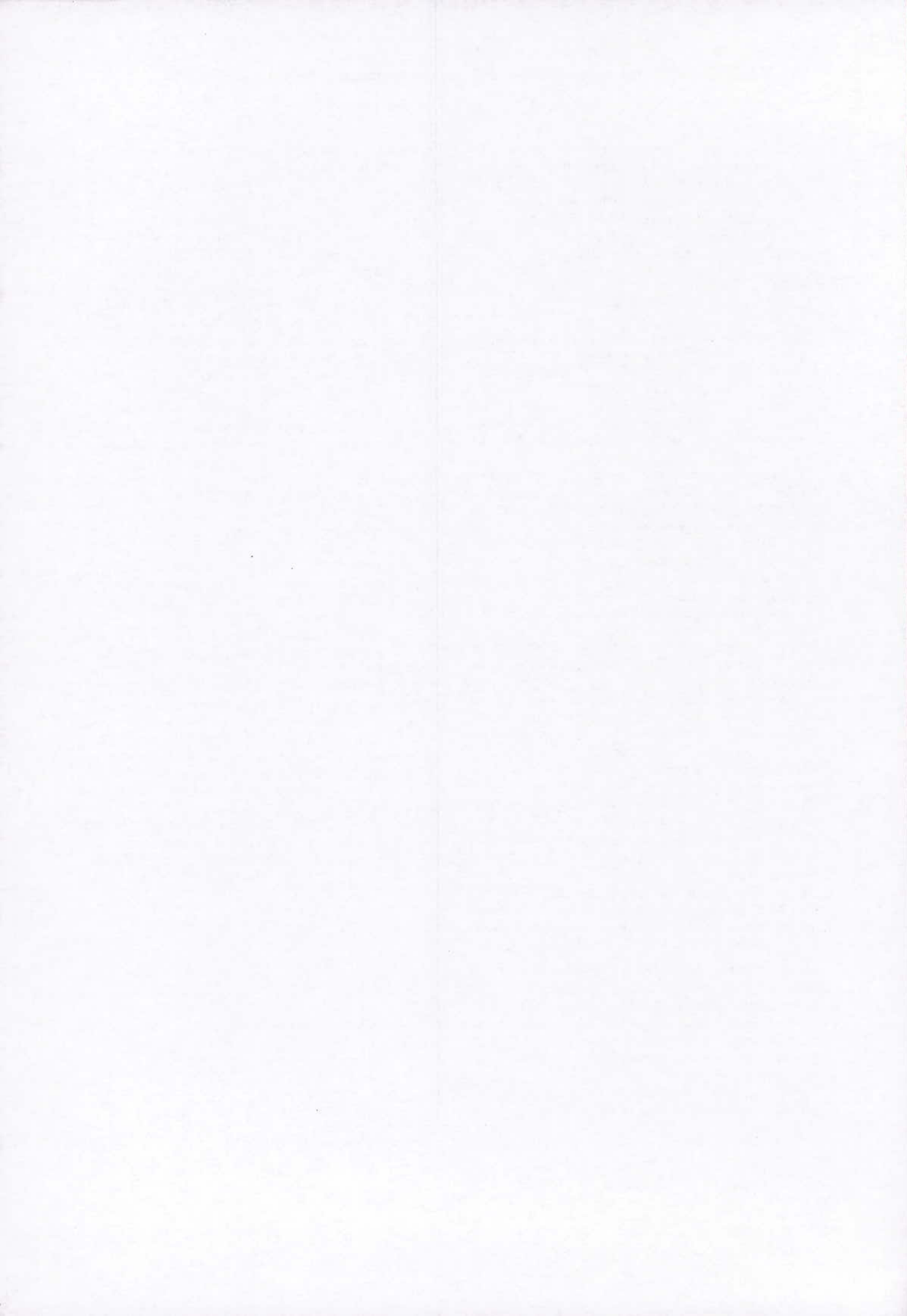
Au vu des résultats obtenus, on peut dire que :

- L'étude métallographique nous a permis de visualiser la structure des multimatériaux et de l'interface. Nous avons constaté que les dépôts sont stratifiés et poreux, ils comportent des inclusions telles que des oxydes ou encore d'autres matériaux provenant de l'environnement du travail, des particules non fondues et de la présence de microfissures à l'intérieur des dépôts,
- Dans le cas des échantillons ayant subi un post-traitement, on remarque une diminution du taux de porosité, ainsi une distribution plus homogènes des inclusions et des oxydes,
- Les mesures de microdureté ont montré que pour l'acier 35CD4 la dureté du dépôt est inférieure à celle du substrat, par contre pour l'aluminium AU4G la dureté du dépôt est supérieure à celle du substrat,
- Les dépôts de l'acier inoxydable 60E ont une bonne dureté de l'ordre de 400-450Hv même si le post-traitement a permis de réduire celle-ci à 350Hv,
- La dureté des dépôts de l'alliage de Bronze au Phosphore avec ou sans post-traitement avoisine les 100-200Hv,
- Pour l'adhérence, on a constaté que la contrainte de rupture varie de 6 MPa à plus de 20MPa (limite de résistance de la colle),
- Le décollement du dépôt est total pour la majorité des échantillons et dans le cas de l'utilisation d'une couche d'accrochage, le décollement est toujours au niveau de l'interface dépôt- couche d'accrochage,
- L'utilisation de la couche d'accrochage 75E est plus favorable que celle 10E concernant l'adhérence.
- Augmentation remarquable de l'adhérence après le post-traitement,
- L'effet positif de l'aluminium sur l'adhérence soit par sa présence dans la composition des couches d'accrochage soit dans le substrat,
- L'essai de flexion trois points sur le multimatériau 35CD4/10E/15E a provoqué des fissures à l'interface (longitudinales) et à travers le dépôt (transversales). Cela est dû au changement de la configuration du chargement.
- Pour une valeur de $K_I \geq 195,15 \text{ MPa} \sqrt{m}$, on a un arrêt de la propagation de la fissure longitudinale dans le multimatériau 35CD4/10E/15E et l'initiation de la fissure transversale. Par contre, pour le multimatériau AU4G/10E/15E l'essai de flexion trois points a provoqué seulement une fissure transversale (On note une bonne adhérence dépôt/substrat).
- D'après les valeurs obtenus du facteur d'intensité de contrainte, on peut dire que le dépôt du multimatériau

35CD4/10E/15E résiste mieux à la rupture que celui du multimatériau AU4G/10E/15E.

IV. REFERENCES

- [1] N. MESRATI, D. NGUYEN, D. TREHEUX. *Revue de Métallurgie - CIT/Science et Génie des matériaux*, Vol.12, 1993, pp. 1673-1680.
- [2] M. LARIBI. Caractérisation et modélisation métallurgique et mécanique de matériaux à gradients fonctionnels réalisés par projection thermique, *Thèse de doctorat*, ENP, 2003.
- [3] S. BENIMAM. Adhérence et rupture d'un bimatériau Mo/42CD4 réalisé par projection thermique, *Thèse de Magister*, Blida, 2001.
- [4] S. NOUROUZI. Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive, *Thèse de doctorat*, Université de Limoges, France 2004.
- [5] S. AUDISIO, M. CAILLET, A. GALERIE, H. MAZILLE. Traitements de surface et protection contre la corrosion, *Ecole d'été*, Aussois, 1987.
- [6] Y. ADDA, J. M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE. Eléments de métallurgie physique 3, Alliages – défauts. CEA, INSTN, *Collection d'enseignement*, 1990.
- [7] A. ZEGHLOUL. *Concepts fondamentaux de la Mécanique de la rupture*, Université de Metz, Metz 2003.
- [8] B. BARTHELEMY. Notions pratiques de mécanique de la rupture, *Editions EYROLLES*, Paris, 1980.
- [9] J. F. LAMÈTHE. Etude de l'adhésion de composites thermoplastiques semi cristallins ; Application à la mise en œuvre par soudure, *Thèse de doctorat*, l'Université Paris VI- Pierre et Marie Curie, 2004.
- [10] M. R. KABIRI. Fissuration des aciers à haute température : effet de la géométrie sur la transférabilité des lois de propagation, *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.



DE L'OBSERVATION A LA COMPREHENSION : APPROCHE DES MECANISMES D'USURE DANS LES REACTEURS A EAU SOUS PRESSION

D. HERTZ

FRAMATOME ANP 10 rue Juliette Récamier F-69456 Lyon Cedex 06,
Ecole Centrale de Lyon, LTDS, 36 Av Guy de Collonges BP 163 F-69134 Ecully Cedex

RÉSUMÉ

L'usure des composants peut affecter la faculté d'un composant à assurer la fonction qu'il doit assurer. Pour tout concepteur ou utilisateur, il est raisonnable d'envisager la possibilité d'apparition d'usure dès que des pièces sont en mouvement relatif. Il est moins immédiat d'étendre cette éventualité aux cas de mouvements de faibles ou de très faibles amplitudes et charges. Cependant, force est de constater que ces cas existent. La détermination des mécanismes d'usure devient alors une nécessité pour prévoir la durée de vie des composants et la date optimale de leur remplacement ou remédier définitivement à ces dégradations. A cet effet, une pratique courante et largement acceptée fait appel à la réalisation d'essais sur simulateurs.

Le cas des grappes de commande et des cliquets des mécanismes qui permettent leur déplacement sont des exemples de composants exposés à de tels phénomènes. Effectivement, des usures ont été constatées sur des pièces réelles mais les premiers essais sur simulateurs ont montré des écarts avec le comportement en réacteur.

L'examen comparatif des faciès d'usure de pièces réelles ayant fonctionné en réacteur ou simulateurs, tant crayons de grappe de commande que cliquets de mécanismes, a été le point de départ essentiel d'une nouvelle démarche d'analyse. L'expertise a permis de mettre en évidence l'importance de l'environnement en révélant que l'usure comportait une composante importante liée à la corrosion assistée par le frottement. En intégrant cet aspect de tribocorrosion, il est devenu possible d'accéder à la compréhension des mécanismes et de rendre compte des usures constatées en réacteur et sur simulateurs.

Des essais complémentaires sur simulateurs ont alors permis de vérifier l'importance des processus de tribocorrosion en milieu eau pressurisée. L'analyse du comportement physico-chimique des remèdes à l'usure (tels que nitruration ionique des aciers inoxydables) permet aussi d'expliquer pourquoi ces modifications de surface limitent ou remédient aux dégradations par usure, ce qui permet de rendre compte du très bon comportement de plus de 4000

grappes de commande dont les crayons nitrurés ne présentent aucune usure quantifiable dans les zones

Mots clés : Usure, nitruration ionique, méthodologie de développement, composants de réacteurs nucléaires traitées.

I. INTRODUCTION

Dès la décision, au milieu des années 70, de généraliser en France la production d'électricité à partir d'un parc nucléaire, il s'est avéré que le concept à eau pressurisée présentait des avantages économiques par rapport au concept graphite -gaz, mais surtout que les réacteurs électronucléaires devaient permettre d'adapter l'offre de courant électrique à la demande. Suivi de charge et téléajustage ont donc été intégrés très tôt dans le cahier des charges des centrales françaises. Faute de pouvoir assurer entièrement ce type de fonctionnement par le pilotage de la teneur en bore du circuit primaire, il est apparu nécessaire de faire participer les grappes de commande au pilotage des réacteurs.

Ainsi le pilotage en mode G a-t-il intégré la mobilité des grappes en fonctionnement. De ce fait, les concepteurs ont pris en compte dans leur développement l'éventualité d'une usure des grappes et la nécessité d'adapter des solutions préventives. C'est pourquoi des guides de grappe peu plaquants et des traitements de surface (tels que nitruration ionique) des crayons ont été envisagés dès 1975.

Au-delà du simple développement de remèdes à l'usure et de leur validation, la question clef demeure celle de la durée de vie des composants. C'est pourquoi essais de simulation et d'usure, modélisations de mouvement et calculs de tenue mécaniques doivent aller de pair.

Pour permettre de situer les composants dont il sera question), la figure 1 présente un schéma d'un réacteur à eau pressurisée avec les grappes de commande et les cliquets des mécanismes de commande des grappes.

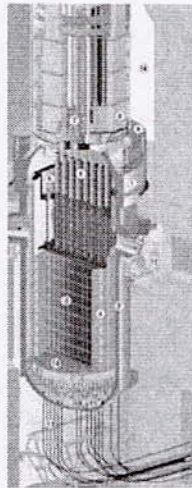


Fig.1 : schéma d'un réacteur à eau pressurisée : les mécanismes de commande des grappes sont en 7, les guides de grappe en 6.

La figure 2 présente les guidages continu et discontinu (cartes) d'une grappe de commande.

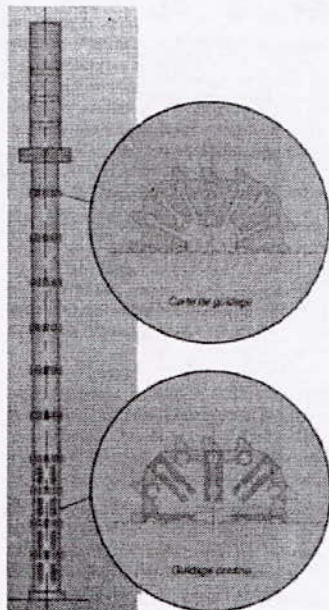


Fig. 2 : les guidages continu et discontinu (cartes) d'une grappe de commande.

La figure 3 présente une grappe de commande et le détail d'un crayon de grappe.

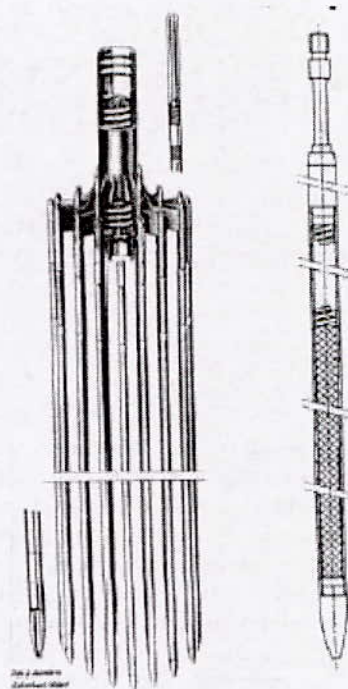


Fig. 3 : grappe de commande et crayon de grappe

La figure 4 présente des cliquets de mécanismes de commande en positions ouverte et fermée sur la tige de commande.

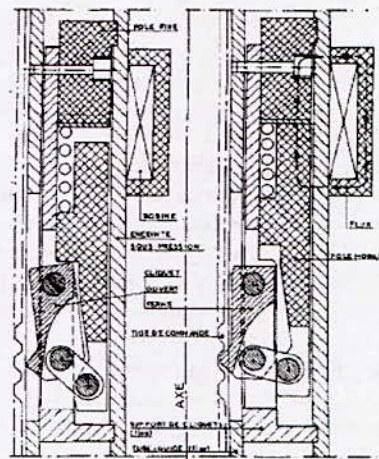


Fig. 4 : cliquets de mécanismes de commande en positions ouverte et fermée sur la tige de commande.

II. HISTORIQUE DE VALIDATION DES REMEDES A L'USURE

II.1 Les prémices

Afin de valider les concepts développés, des essais d'usure ont été réalisés dès 1978-79 dans la boucle d'essai SUPERBEC. Celle-ci comprenait une section verticale de chaudière nucléaire comportant 4 assemblages de combustible, 2 mécanismes de commande de grappe avec leur grappe et leur guide et pouvait fonctionner en eau pressurisée. Mettant en oeuvre des composants réels, fonctionnant en milieu primaire avec des mouvements réels, cette boucle d'essais accélérés était considérée comme représentative et donc apte à réaliser les validations souhaitées.

Par la suite, les essais d'usure ont été poursuivis sur le simulateur FROTTEAU au CEA. Fonctionnant aussi en eau pressurisée, il simulait le contact entre un crayon de grappe et le guidage continu. Les essais menés entre 1985 et 1988 ont permis de démontrer le bien fondé des revêtements et traitements de surface pour remédier à l'usure par glissement et parmi ceux-ci la supériorité du traitement de nitruration ionique [1]. La figure 5 présente ces résultats.

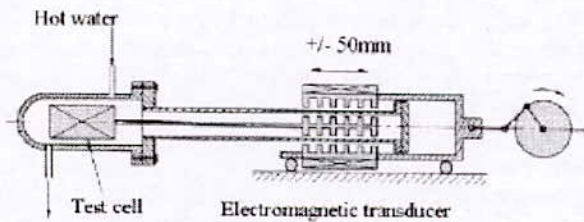


Fig. 5a : Schéma du simulateur FROTTEAU (320°C, 150 bars, 2.5Hz)

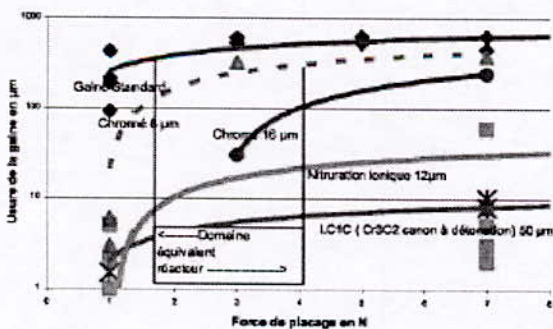


Fig. 5b : profondeur usée pour un essai de 15 km en fonction de la force de placage

Les forces de placage réelles et celles à mettre en oeuvre dans des essais FROTTEAU avaient été calculées

préalablement à partir de la géométrie des composants et des flux hydrauliques correspondant.

Toutefois, en 1983 aux Etats Unis puis en 1986 en France, sont apparues des usures de crayons de grappe au droit des cartes de guidage, principalement sur les grappes d'arrêt qui ne subissaient qu'un faible nombre de mouvements pas à pas. Cette nouvelle forme d'usure, appelée initialement "usure par battement", semblait remettre en question l'estimation des modes de dégradation des crayons de grappe qui avait conduit à ne retenir que l'usure en frottement longitudinal. Le développement des remèdes à l'usure s'est donc orienté dans quatre nouvelles directions:

- développer un simulateur qui permette effectivement de mesurer les mouvements des crayons afin de valider les calculs et les paramètres des simulateurs d'usure

- valider par des essais d'usure par vibration que le traitement de nitruration ionique permettait aussi de lutter contre cette forme d'usure

- développer une solution hydraulique à ce mode d'usure en augmentant le placage des crayons

- développer un moyen de contrôle de l'état d'usure des grappes en réacteur.

C'est pourquoi, la boucle MAGALY de Framatome ANP a été construite pour étudier, en eau froide, les déplacements des différents crayons d'une grappe sous l'effet des différents flux hydrauliques. Elle met en oeuvre une grappe et un guide de grappe réel ainsi que l'extrémité supérieure d'un assemblage de combustible [2]. Les mesures ont permis, dès 1992, de constater effectivement que certains crayons vibraient dans les cartes de guidage suivant un mouvement composé d'un lent balancement auquel se superpose une vibration à plus haute fréquence. Par ailleurs, des essais d'usure par vibration en eau pressurisée ont été menés au CEA dans le simulateur VIBREAU I. Les conditions d'essai retenues ont été celles qui permettaient d'obtenir une usure significative sur gainage en acier non traité dans la durée de l'essai. Appliquées à des tubes nitrurés, ces conditions ont permis de vérifier que la tenue du tube nitruré était sans faille. En revanche, il s'est avéré que la pièce antagoniste voyait son usure croître d'un facteur important. Cet élément, transposé très hâtivement au cas réel, a toujours laissé planer le doute sur la tenue réelle des cartes de guidage en face de grappes nitrurées, voire revêtues (1997-98). En fait, il est apparu que ces essais ne pouvaient pas être jugés représentatifs puisqu'ils conduisaient aussi à une ovalisation sensible des gaines, ovalisation qui n'a jamais été constatée lors des très nombreux contrôles de grappe en réacteur.

Pour pallier le manque de représentativité du simulateur VIBREAU, EDF et le CEA ont développé d'autres installations telles que VIBRATEAU et VIBREAU III puis se sont équipés de machines AECL instrumentées. De son côté Framatome ANP a, dès cette époque, développé et mis en oeuvre une série de simulateurs AURORE (à mouvements orbitaux de glissement pur,

d'impact pur ou d'impact glissement) dont la dernière génération permet de contrôler à tout moment la dynamique des mouvements, les forces d'impact et de contact ainsi que de mesurer le coefficient de frottement et l'usure totale des partenaires.

Par ailleurs Framatome ANP a aussi développé une installation similaire, instrumentée elle aussi en forces et déplacements, permettant de représenter le contact des crayons dans le guide continu en mouvement longitudinal (FANI).

II.2 Expertises de grappes standard usées

Des usures rapides de grappes standard (grappes ne comportant pas de traitement contre l'usure), constatées au premier contrôle de grappe après 3 cycles et conduisant à un percement de crayon, ont conduit EDF à expertiser en laboratoire chaud des crayons de grappe usés sous carte [3]. Les traces d'usure apparaissent très lisses, exemptes de toute couche d'oxyde (comparativement aux zones adjacentes) et sans marques d'écrouissage. Le faciès "à cupules" incite à penser que l'usure au droit des cartes n'est pas due à un martelage (par impact) ou à un polissage (par frottement) de la surface mais pourrait être liée à un mode d'usure-corrosion. La figure 6 présente un exemple du faciès d'usure rencontré.

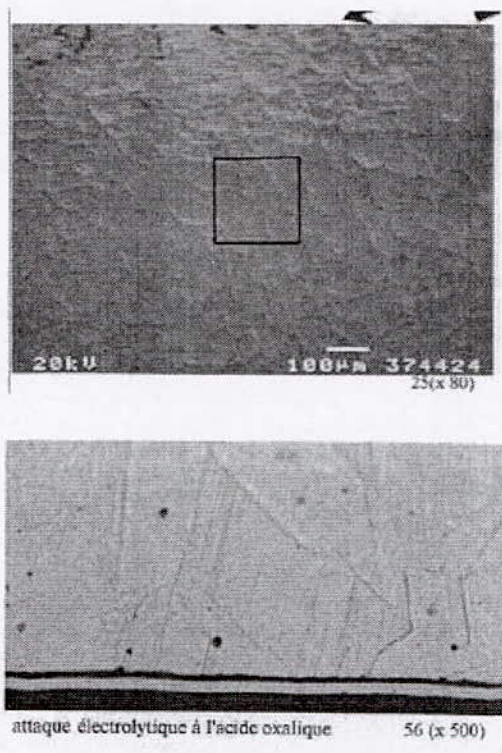


Fig. 6 Aspect de surface et coupe (avec enrobage de nickel) d'une zone usée de crayon de grappe

La modélisation a priori de l'usure s'est donc avérée un échec : tous les phénomènes qui pouvaient rentrer en jeu n'avaient pas été correctement appréhendés.

C'est donc avec une certaine humilité que les essais d'usure se sont alors orientés tant au CEA que chez EDF et Framatome ANP vers la recherche de conditions qui, sous faibles charges (pour ne pas provoquer d'écrouissage), permettraient cependant de conduire à un enlèvement de matière important (-150 mm en 10000h). A ce stade de l'historique, il apparaît donc essentiel, dans une démarche logique de compréhension des phénomènes d'usure, d'admettre que la progression dans la compréhension des phénomènes d'usure doit davantage s'appuyer sur la caractérisation poussée des composants usés que sur l'application incertaine d'une théorie ou l'application brutale de codes de calcul.

III. CAS DES CLIQUETS DES MECANISMES E COMMANDE DE GRAPPE

III.1 Constats et hypothèses

Plus récemment a été soulevée la question de l'usure des dents des cliquets en Stellite (alliage à base de cobalt et de carbures présentant des caractéristiques électrochimiques en milieu primaire similaires à celles des aciers inoxydables austénitiques des crayons de grappe). Il s'est avéré que les cliquets des mécanismes de commande des grappes semblent s'user 4 fois plus en réacteur qu'en boucle. Et pourtant les boucles utilisées comprenaient de vrais mécanismes dans un environnement d'eau pressurisée tout à fait similaire et avaient cumulé un nombre de mouvements identique.

La mise en place d'un groupe de travail multidisciplinaire et multi-entreprises (EDF, Jeumont Industrie et Framatome ANP) a permis d'analyser les phénomènes et de proposer des hypothèses [4]. La figure 7 présente un cliquet usé vu en coupe macroscopique, en surface et en coupe microscopique.

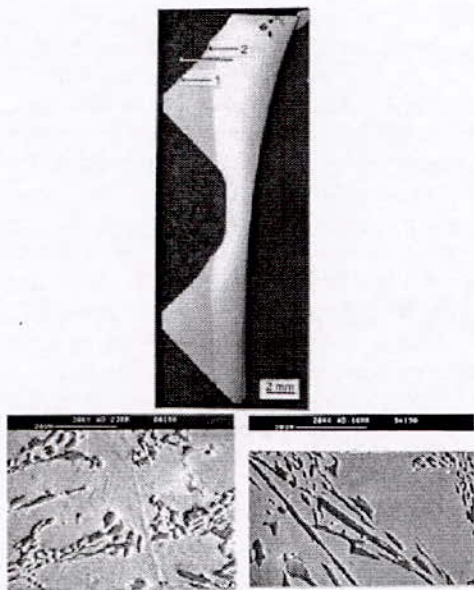


Fig. 7 : Coupe macroscopique, vue de la surface et coupe microscopique d'un cliquet usé

L'hypothèse avancée pour rendre compte des différentes observations (surface polie, absence de marques d'écaillage, ...) fait appel à un mécanisme de tribocorrosion : dégradation, lors du frottement des cliquets sur la tige de commande, de la couche passive développée sur Stellite puis dissolution de la matrice métallique appauvrie en chrome et re-formation d'une couche passive à base d'oxyde de chrome. A nombre de sollicitations équivalent, la perte de matière sera d'autant plus importante que la durée entre deux mouvements sera plus importante et laissera donc aux phénomènes de corrosion (dissolution et passivation) le temps de se développer. Le modèle de corrosion de Ford [5] décrit l'évolution d'un courant de corrosion après une dépassivation :

$i = i_0(t/t_0)^{-n}$ soit en quantité de courant (où t est le temps de latence, i_0 et t_0 sont des constantes dépendant de la nature et de la surface dépassivée, n un paramètre dépendant du milieu corrodant) soit en masse corrodée $m = k (t/t_0)^{1-n}$

En considérant une valeur réaliste $n = 0.7$, une valeur moyenne des temps de latence pour les essais en boucle de 0.92 s et pour les réacteurs ayant subi le plus de mouvements pas à pas de 100 s, on retrouve bien le facteur 4 constaté dans la réalité des usures de cliquets entre essais en boucle et mesures sur site ($100^{0.3} = 3.98$ et $0.92^{0.3} = 0.98$).

III.2 Validation expérimentale

Des essais menés sur Stellite, dans un premier temps en milieu H_2SO_4 1N (Ecole Centrale de Paris) puis en eau pressurisée (Framatome ANP, boucle AURORE) ont permis de montrer qu'effectivement des frottements en continu conduisaient à une usure

moindre de la Stellite que des frottements discontinus avec temps de latence. Dans ces différents milieux, l'usure de la Stellite suit la loi de Ford avec des valeurs d'exposant de cette loi puissance de -0.8 dans l'eau déminéralisée froide, 0.3 dans H_2SO_4 1N et 0.7 dans l'eau pressurisée. Les différences entre ces coefficients peuvent être imputées à celles des caractéristiques des couches d'oxyde et des vitesses de dissolution du métal. Il est cependant remarquable de constater que la même loi s'applique, ce qui induit que les phénomènes peuvent être considérés comme similaires.

De nombreuses questions demeurent cependant sur les mécanismes réels, notamment la dégradation de la couche passive lors d'un frottement.

IV. MISE EN EVIDENCE EN SIMULATEUR DES PHENOMENES DE TRIBOCORROSION DES GRAPPES DE COMMANDE

L'intégration de l'approche tribocorrosion, établie dans le cas des cliquets des mécanismes de grappes de commande, au cas des grappes de commande a permis de réaliser des progrès significatifs. La transposition d'un matériel à l'autre s'est appuyée sur le fait que l'usure concerne dans les deux cas un matériau passivable et que les faciès d'usure présentent de fortes similitudes.

La figure 8 présente le principe de la machine d'essai AURORE, instrumentée en forces et déplacements et pilotée par l'action d'électro-aimants agissant sur des pièces en acier doux solidaires du support du tube. Les mouvements possibles (impacts purs, glissement pur ou impact-glissement-décollement) sont figuratifs du contact d'un crayon avec une carte de guidage par exemple où le point de contact sur chacun des partenaires peut subir à chaque cycle une interaction avec le milieu.

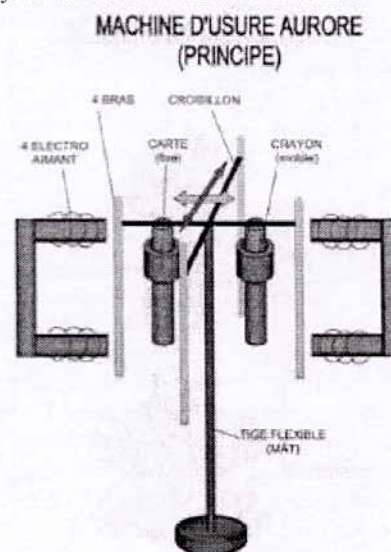


Fig. 8 Principe de la machine d'usure AURORE

L'application dans le simulateur AURORE de Framatome ANP des paramètres de pression de contact et cinématique issues des dépouillements des essais MAGALY a permis de reproduire les modes d'usure rapide observés en réacteur. Les faciès et cinétiques d'usure sont tout à fait comparables [6] comme le montre le faciès présenté sur la figure 9.



Fig. 9 : Faciès d'usure d'acier AISI 304L en sollicitations d'usure par impact-glissement décollement

Il s'avère que les impacts n'engendrent pas d'usure, le glissement continu induit une faible usure (mais le faciès à cupules n'est pas rencontré), les sollicitations d'impact-glissement (-décollement) conduisent à une usure représentative en faciès et cinétique. Des résultats plus complets sont présentés par D. Kaczorowski [6, 7].

Dans le cas d'un contact entre deux pièces en acier simulant le contact crayon - carte de guidage, les faciès et cinétiques sont de même nature pour les deux partenaires. Le tableau 1 rend compte des résultats observés avec tubes non-traités et tubes nitrurés.

Dans le cas d'un contact entre un tube nitruré et une bague en acier, on constate bien que l'usure du tube est nulle mais celle de l'antagoniste reste du même ordre et n'apparaît pas modifiée d'un facteur significatif.

Tableau 1 : Résultats de test AURORE, 300°C, 154 bar, carte en AISI 304 L, mouvement orbital (impact-glissement), force de contact : 15 N, 10 Hz

Tube	AISI 304 L	AISI 304 L	AISI 304 L	AISI 316 L nitruré
Durée en h	8	70	150	160
Profondeur totale usée en mg	/	14	47	30
Perte de masse tube en mg	1.09	26.55	60.99	0.03
Perte de masse carte en mg	0.46	5.72	11.41	12.24

Il en ressort que la résistance à l'usure des tubes nitrurés, dans un mode de tribocorrosion, n'est sans doute pas due uniquement au durcissement superficiel mais bien à l'amélioration à la tenue en corrosion de la matrice austénitique. La diffusion d'azote se traduit en effet par un renforcement de l'inoxidabilité du matériau, visible par l'augmentation du potentiel d'abandon. Certes, la zone superficielle et celle des joints de grains peuvent apparaître comme sensible à la corrosion localisée mais cela n'est pas le reflet du comportement global. Cette hypothèse est renforcée par les essais présentés par Lee [8] sur la dégradation de la tenue à l'usure en eau salée d'acier inoxydable nitruré dans des conditions classiques, c'est-à-dire présentant une démixtion de l'austénite chargée en azote, en nitrures de chrome et ferrite pauvre en chrome.

Par ailleurs des essais d'usure en contact longitudinal ont été menés dans la boucle FANI de Framatome ANP dont le principe est présenté sur la figure 10. Un vérin hydraulique imprime des mouvements de va et vient à un crayon rempli d'une masse magnétique et plaqué contre le guidage par des électro-aimants. L'ensemble baigne dans

de l'eau pressurisée en circulation. Dans le mouvement de glissement, on peut considérer que le point de contact sur le tube peut subir une interaction avec le milieu alors que celle-ci est plus limitée sur la zone de contact du guide.

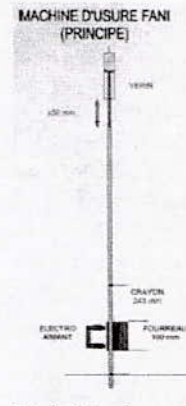


Fig. 10 : Principe de fonctionnement du simulateur FANI

Les essais menés entre gainages de crayons de grappe (nitrurés ou non) et tronçons de guidage (en acier ou Zircaloy) ont conduit aux résultats présentés dans le tableau 2.

Tableau. 2. Tests d'usure FANI, glissement continu 10 km
285°C, 100 bar, force de contact 3N, vitesse 0.2 m/s

Tube	Guide	Coefficient d'usure tube (10-12Pa 1)	Coefficient d'usure guide (10-12 Pa)
AISI 304 L	AISI 304 L	1.1	1.3
AISI 316 L nitruré	AISI 304 L	0.013	0.056
AISI 304 L	Tube guide Zircaloy 4	0.19	3.0
AISI 316 L nitruré	Tube guide Zircaloy 4	0.044 *	0.3

* Distance glissée : 5.27 km seulement

On constate que, dans ce cas, le traitement de nitruration réduit d'un facteur significatif l'usure de chacun des deux partenaires de frottement. Ce résultat diffère nettement de la tendance observée sur les essais AURORE.

Du fait de différences de forme et de matériaux, les essais sur tube guide en Zircaloy 4 et sur acier ne peuvent être tout à fait comparés entre eux. En revanche l'effet de la modification de l'état de surface du tube n'engendre pas de modifications propres à perturber les comparaisons. La représentativité des faciès ne pourra cependant être pleinement établie qu'après observation des zones de crayons de grappe usées au contact du guidage continu ou au droit des tubes-guides d'assemblage. Toutefois la vraisemblance des mouvements et force de placage ainsi que la concordance des effets de la nitruration sur l'usure des crayons incitent à penser que ces résultats sont réalistes.

V. HYPOTHESES SUR LES MECANISMES D'USURE

Les résultats précédemment présentés tendent à valider l'importance des phénomènes de tribocorrosion dans l'usure des composants en métaux passivables baignant dans l'eau pressurisée des réacteurs nucléaires.

Cependant des questions restent en suspens telles que l'origine de la dégradation des couches passives et les différences de comportement en mouvements d'impact, de glissement ou d'impact-glissement.

En outre l'évolution de la tenue à l'usure des partenaires lors de la nitruration d'un des composants reste à approfondir (statu quo ou amélioration d'un facteur très significatif?).

A partir des constats sur les composants réels usés et des résultats obtenus sur simulateurs instrumentés (forces normale et tangentielle, mouvements et vitesse, potentiel électrochimique, ...), des hypothèses sur les mécanismes peuvent à nouveau être avancées, qui devront être validées par des essais complémentaires.

V.1 Dégradation des couches passives

Il apparaît peu réaliste de considérer qu'une couche passive, de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur appliquée sur une surface dont la rugosité est d'un autre ordre, puisse être dégradée uniquement par effet mécanique lié au frottement. De ce fait, issue des travaux concernant le frottement des céramiques et leur incidence sur l'apparition de charges électriques à la surface des composants [9], l'hypothèse de la formation à la surface des matériaux d'un réseau de charges électriques commence à voir le jour. La figure 11, proposée par Nakayama [10], illustre les différents effets que peut induire le frottement de deux pièces l'une sur l'autre.

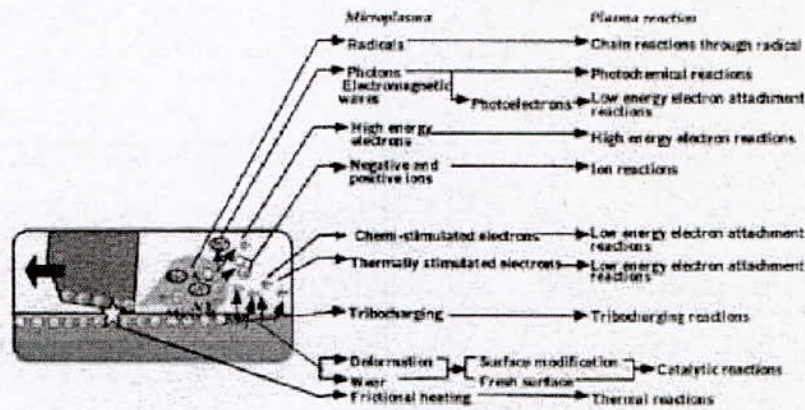


Fig. 11 Phénomènes tribo-électro-magnétiques et tribochimie [10]

Certes, les phénomènes associés à un microplasma ne sont guère vraisemblables en milieu liquide, mais la production de charges électriques, leur mobilité à la surface conductrice d'un métal ou, au contraire, leur faible mobilité à la surface d'un oxyde peu conducteur sont des phénomènes plausibles. Les charges électriques produites par le frottement ne sont pas stables dans la durée. Elles pourraient retrouver un état d'équilibre stable par annihilation mutuelle (ceci étant facilité par le frottement lui-même), ou en cas de décollement des composants par réactions électrochimiques de dissolution des espèces métalliques ou de réduction des oxydes. Les essais de frottement avec suivi du potentiel montrent en effet que le potentiel constaté est d'autant plus faible que la vitesse de déplacement est plus élevée (ce qui peut être aussi le signe d'une plus grande surface dépassivée) et que les couches passives peuvent disparaître même en dehors de la trace de frottement.

La dégradation de la couche passive (quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres) pourrait donc être liée à un phénomène de déstabilisation des oxydes du fait de réactions électrochimiques induites par le retour à l'équilibre de charges électriques induites par le frottement et peu mobiles sur une surface non-conductrice.

La polarisation induite à faible distance par de telles charges pourrait aussi rendre compte de la modification de la sensibilité ultérieure des surfaces usées.

Au delà d'un effet lié à la dépassivation, cette hypothèse de charges en équilibre métastable sur les surfaces en frottement peut rendre compte de différences de comportement entre mouvement de glissement seul ou impact-glissement-décollement. En outre, elle pourrait expliquer les évolutions de comportement lors du traitement d'un des composants, présentés dans les paragraphes suivants.

Cependant, il reste encore à établir les facteurs-clés du phénomène d'usure (pression, charge, surface, vitesse,

milieu, matériaux, ...) et de formuler un modèle du même type que la loi d'Archard applicable pour l'usure par abrasion. Des résultats de tribocorrosion ont été modélisés en une loi, présentée par Mischler [11], liant l'usure par tribocorrosion aux paramètres de longueur frottée l , de fréquence de dépassivation f , de densité de charges requises pour repassiver la surface de la trace de frottement q , la force normale F_n et la dureté H en N/mm^2 :

$$U = k.l.f.q (F_n/H)^{0.8}$$

Cependant, cette loi ne rend pas compte des résultats des essais menés dans le contexte de l'usure des grappes et mécanismes de commande. Elle ne peut donc être considérée comme universelle.

V.2 Différences de cinétiques d'usure entre glissement et impact-glissement

La génératrice de contact acier/acier dans les essais AURORE orbitaux de glissement pur est renouvelée sur chacun des composants lors des mouvements. A l'inverse dans les essais FANI, elle est partiellement renouvelée sur le tube mais pas sur le guide. De ce fait la régénération du milieu peut induire des différences significatives en repassivation et dissolution des surfaces mises à nu. En outre, les charges électriques générées par le frottement pourraient donc mieux s'écouler dans le contact continu des essais FANI que dans celui, discontinu, des essais AURORE.

Ainsi lors d'un frottement discontinu s'ajouteraient aux effets mécaniques de l'usure, des effets de tribocorrosion du premier ordre (liés à la re-formation d'un film passif après dégradation de celui-ci) et des effets électrochimiques liés au retour à l'équilibre (par dissolution du métal et repassivation) des charges électriques créées par le frottement, à mobilité réduite sur des surfaces. C'est ce deuxième effet tribocorrosion, induit par le décollement des deux composants, qui expliquerait que les mouvements d'impact-glissement-

décollement seraient plus usants que le glissement seul. C'est ce qui est effectivement révélé par des essais AURORE en impact-glissement-décollement ou en glissement orbital pur, pour des longueur glissées et force de contact équivalentes.

V.3 Evolution du comportement de l'antagoniste lors de la nitruration d'un des composants

On a remarqué que dans un essai de glissement pur (FANI ou AURORE) le fait de nitrurer le tube induisait une diminution de l'usure de l'antagoniste (cf tableau 2). En revanche dans un mouvement d'impact-glissement, la nitruration n'induit pas de réduction flagrante de l'usure de l'antagoniste (cf tableau 1). La transposition de ces résultats à la réalité n'est pas aisée car celle-ci intègre aussi d'autres effets tels que le rodage des surfaces qui peut induire une augmentation des efforts de plaquage dans le guidage continu.

Enfin, on peut considérer que la nitruration peut modifier la densité de charges électriques créées par le frottement sur acier. L'usure électrochimique de chacun des partenaires du contact sera fonction de la densité de

charges électriques, de leur mobilité et leur mode de neutralisation. Mais la nitruration n'affectera guère le comportement du tube nitruré par ce qu'il est plus résistant à la corrosion.

Ces interprétations sont tout à fait cohérentes avec le retour d'expérience sur les grappes HARMONI les dégradations par usure des crayons ont été réduites de façon drastique sans induire de conséquences notables sur l'usure des guides, dont les effets auraient été visibles sur l'évolution des temps de chute.

VI. DISCUSSION SUR LA DEMARCHE D'ANALYSE DES MODES D'USURE

Indépendamment des résultats d'essais et des hypothèses sur les mécanismes d'usure, il reste intéressant de considérer la démarche qui a conduit à les obtenir.

Faute de pouvoir instrumenter le système réel, d'en connaître parfaitement tous les paramètres, on utilise des tribomètres pour approcher ces phénomènes. Deux voies se présentent alors, qui se différencient par les facteurs présentés dans le tableau 3.

Tableau 3. Méthode d'analyse de l'usure à deux approches

	Simulateur	Tribomètre
Système	- Non instrumentable - Global	- Instrumenté - Spécifique
Composants	Réels	Taillés dans des pièces réelles
Essais	Coûteux et lourds	Simplifiés et moins onéreux
Expertises	Onéreuses et limitées	Variées
Sollicitations	Réelles (ou censées l'être), complexes	Connues (chargements, fréquences, déplacements, ...)
Constats	Observés en fin d'essai - Evolution du glissement - Usure	Suivis en cours d'essai - Usure, transfert de matière - Coefficient de frottement
Exemples (cas des grappes de commande)	Réacteur Boucles SUPERBEC, IERMES	MAGALY, AURORE, FANI Tribomètre pion-disque

En fait aucune de ces approches ne peut primer sur l'autre. La recherche des modes d'usure fait intervenir l'une puis l'autre.

Dans un premier temps, il est essentiel de pouvoir observer des pièces usées issues de la réalité ou d'un système très proche ; cela permet de sélectionner les modes de dégradation les plus probables.

Il apparaît ensuite essentiel de rechercher les conditions exactes des mécanismes d'usure rencontrés et de les isoler. Les essais réalisés sur différents tribomètres devront, pour être représentatifs du mode d'usure effectivement activé, présenter des cinétiques et des faciès d'usure similaires (y compris en forme et dimensions).

Les essais sur simulateur seraient beaucoup trop lourds

pour réaliser cette étude "paramétrique" et déterminer les lois d'usure réalistes. En revanche, ils sont appréciables pour disposer des cinétiques et faciès d'usure (à condition d'être sûr de leur représentativité) et pour consolider les conclusions partielles précédentes lors d'un essai global,

VII. CONCLUSIONS

La compréhension des mécanismes d'usure est une démarche à multi-facettes. La composante liée à la corrosion doit désormais être un facteur à prendre en compte systématiquement dans l'analyse des phénomènes d'usure en milieu REP.

L'activation du (voire des deux) mécanisme qui conduit à des usures élevées dépend du domaine de

sollicitations, ce qui implique qu'un essai ne sera représentatif que si le mode d'usure est le même que celui du cas réel.

L'observation de pièces réelles très usées est une phase importante pour repérer ces mécanismes privilégiés parmi tous ceux qu'il est possible de rencontrer.

Un simulateur global est souvent nécessaire pour déterminer les sollicitations appliquées lors des contacts usants ou non.

L'introduction de ces conditions d'usure dans des tribomètres adaptés permet d'étudier les modes d'usure et d'en déterminer les lois. Pour juger de leur représentativité, il convient de comparer à minima les cinétiques d'usure (en ayant statué sur leur linéarité) et les faciès qui portent la signature des modes d'usure.

Ce n'est en fait qu'à ce stade que les lois d'usure, paramétrées par les essais en simulateur et validées par la comparaison au réel, peuvent être introduites dans des codes de calcul. Ainsi, l'estimation de la durée de vie des composants pourra être améliorée.

En tout état de cause, il convient de garder en mémoire qu'un essai d'usure ne représente pas la réalité: il est conçu pour représenter le mécanisme le plus sévère qu'on puisse rencontrer. Dans la réalité, ce mode d'usure sévère peut être inhibé ou masqué par d'autres facteurs.

Dans le cas des grappes par exemple, il est connu que seuls certains crayons s'usent alors qu'ils sont tous soumis à des sollicitations semblables. Quelques crayons peuvent ainsi suivre des évolutions telles que celles révélées par les essais AURORE mais très nombreux sont ceux qui sont en glissement plus permanent et sont donc représentés par la configuration d'un essai type FANI.

Des conclusions sur l'usure des guides de grappes ne peuvent directement être tirées des résultats d'essais car ceux-ci n'intègrent pas l'ensemble des phénomènes réels. Cependant l'excellent retour d'expérience confirme le bien fondé des grappes nitrurées.

Au delà de l'usure des cliquets ou des crayons de grappe de commande, cette approche ouvre de nouvelles perspectives sur le suivi de l'usure d'autres composants, tels que les doigts de gant du système d'instrumentation neutronique du coeur. De façon plus large encore, cette approche propose de nouvelles bases pour l'interprétation des données d'usure issues du retour d'expérience et la conduite d'essais d'usure accélérés.

VIII. REFERENCES

- [1] D. Hertz, M. Monchanin, *RGN6* (1993) 398-402.
- [2] S. de Perthuis *et al*, *Kerntechnik* 57/2 (1992) 90-96.
- [3] R Cauvin *et al*, *Fontevraud IV* (1998) 1289-1299.
- [4] E. Lemaire, M. Le Calvar, *Wear* 249(2001) 338-344.
- [5] F.P. Ford *et al*. *Proceeding of the Third International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Water Reactors. Traverse City, MI, 30 August-3 September 1987*, pp 789-800.
- [6] D. Kaczorowski *et al*. *C.R. Acad. Sci. Paris, t.2, Série IV* (2001) 739-47.
- [7] D. Kaczorowski *et al*, *Fontevraud V* (2002)
- [8] C.K. Lee and H.C. Shih, *Corrosion Science*, 50-11 (1994) 848-856.
- [9] C. Guerret-Piecourt *et al*. *C.R. Acad. Sci. Paris, t.2, Série IV* (2001) 761-774.
- [10] K. Nakayama : *Conf. Limits of Lubrication 2001*, 10^h-13^h July 2001 London.
- [11] S. Mischler, S. Debaud, D. Landolt, *J. Electrochem. Soc.* 145(3) (1998), p 750-758.

ETUDE COMPARATIVE ENTRE LE COMPORTEMENT ELECTROCHIMIQUE DU ZINC ALGERIEN ET LE ZINC PRELEVE D'UNE ANODE SACRIFICIELLE

M. BOUNOUGHAZ¹, E. SALHI²

¹ Université de Boumerdès- Faculté des Sciences/Dept. Chimie

² Ecole Nationale Polytechnique d'Alger

RESUME

Pour valoriser le zinc algérien produit par l'unité d'électrolyse de Ghazaouet (désigné par matériau A) en tant qu'anode sacrificielle dans la protection intérieure des bacs de stockage, une étude de caractérisation électrochimique et métallurgique est réalisée. Les analyses chimiques, les observations métallographiques et le comportement électrochimique ont été comparés à une anode sacrificielle en zinc provenant du commerce (matériau B). Les essais de polarisation, les mesures du potentiel de corrosion et des diagrammes d'impédance ont été réalisés dans une eau de purge prélevée d'un bac de stockage.

L'analyse chimique a montré que le matériau A est moins riche en éléments d'additions par rapport au matériau B. Le potentiel de corrosion du matériau A est plus électronégatif. Les mesures d'impédance réalisées aux potentiels de corrosion montrent que le matériau A est plus résistant. Les résistances aux transferts de charge augmentent en fonction du temps d'immersion et diminuent après suite aux détachements des produits de corrosion.

Mots clés : zinc, protection cathodique, métallographie, impédance, polarisation, revêtement Epoxy, acier au carbone.

I. INTRODUCTION

En général, le pétrole brut acheminé dans les bacs de stockage contient des quantités non négligeables en eau. Les eaux décantées sont, le plus souvent, contaminées par les bactéries sulfatoréductrices (BSR). Bien que les fonds des bacs de stockage en acier au carbone soient revêtus de résine époxyde, la corrosion est initiée dans les imperfections du revêtement et elle est accélérée par les BSR [1-2]. Cette corrosion conduit à la perforation des fonds des bacs de stockage et provoque par la suite la pollution du site. Pour remédier à cette situation, nous proposons d'améliorer la protection des fonds de bacs de stockage par l'utilisation des anodes sacrificielles en zinc. Le couplage des anodes sacrificielles en zinc à la structure en acier au carbone déplace le potentiel de corrosion de l'acier vers des valeurs cathodiques [3, 4]. L'acier au carbone passe dans son domaine d'immunité et

n'est plus corrodé. La consommation de l'anode sacrificielle en zinc dépendra des surfaces à protéger et de la qualité du revêtement époxyde

L'aluminium, le magnésium et le zinc sont utilisés comme anodes sacrificielles pour la protection des structures métalliques immergées. Ces métaux sont caractérisés par des potentiels très négatifs. Le couplage galvanique entre la structure métallique à protéger et ces anodes (Al, Mg ou Zn) favorise la corrosion (dissolution) de cette anode. La quantité de courant nécessaire à la protection de la structure métallique détermine la masse de l'anode sacrificielle à utiliser. Le courant de couplage galvanique dépend aussi du potentiel de protection désiré pour arrêter la corrosion à un niveau toléré. La densité de courant est fonction également de nombreux facteurs tels les conditions hydrodynamiques, la température, la concentration en oxygène dissous, l'activité bactérienne et la qualité du revêtement appliqué [5-6].

Une structure protégée cathodiquement favorise l'augmentation de la réduction d'oxygène qui conduit à la formation d'ions hydroxydes. Le milieu proche de la structure devient plus alcalin. La solubilité des carbonates de calcium et de magnésium diminue avec l'augmentation de l'alcalinité du milieu et cause la précipitation de dépôts. Ceci favorise la réduction de la quantité de courant de protection et permet aussi de réduire la consommation en anodes sacrificielles [7-8]. La répartition des anodes sacrificielles sur toute la surface à protéger doit être bien étudiée. La structure métallique éloignée de l'anode sacrificielle ne reçoit pas une protection adéquate alors que les surfaces métalliques proches de l'anode reçoivent un excès de courant de protection. Cette surprotection conduit à la détérioration du revêtement provoquée par le dégagement de l'hydrogène [9-11].

II. METHODES EXPERIMENTALES

L'analyse chimique des échantillons de zinc a été réalisée par la méthode de fluorescence X. La composition chimique est donnée dans le tableau 1.

Tableau 1. Composition chimique des alliages en zinc

Eléments (en %)	Matériau A	Matériau B
Al	1.06	0.58
S	0.008	< 10 ppm
Ti	0.0066	0.0078
Fe	< 10 ppm	0.073
Pb	<10 ppm	0.016
Zinc	98.6	99.2

Les électrodes de travail destinées aux mesures électrochimiques sont circulaires de 10 et de 8 mm de diamètre respectivement pour le matériau A et le matériau B. Sur l'une des extrémités, un fil électrique est soudé. Le tout est enrobé dans une résine thermodurcissable. Les électrodes de travail sont ensuite polies mécaniquement, sous jet d'eau, sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (120, 240, 620, 800 et 1200 mesh). Après le polissage, les électrodes sont lavées à grande eau, rincées à l'acétone et utilisées immédiatement.

Les mesures électrochimiques (potentiel de corrosion, voltampérométrie et spectroscopie d'impédance électrochimique) sont réalisées à température ambiante dans une eau de purge prélevée d'un bac de stockage pétrolier. La composition chimique de cette eau est présentée dans le tableau 2.

Tableau 2. Composition chimique de l'eau de purge

Elément	Conc. En m.équi.gr./l
Ca ²⁺	230.83
Mg ²⁺	45.00
Fe ²⁺	7.00
Na ⁺	400.1
K ⁺	7.67
SO ₄ ²⁻	2.08
Cl ⁻	400.17
NO ₂ ⁻	3.08

L'équipement utilisé dans les mesures électrochimique est composé d'un potentiostat/galvanostat EGG(PAR 273A) et d'un analyseur de fréquence (Solartron1255). L'acquisition et le traitement des données sont effectués par les logiciels Zplot, Zview de Solartron et M352 d'EGG.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Analyse chimique et métallographique

Les résultats obtenus de l'analyse chimique des matériaux A et B sont consignés dans le tableau 1. Ces résultats montrent que le matériau A est constitué de deux éléments importants à savoir le zinc à 98,8 % et

l'aluminium à 1.06 %. Le fer, dans le matériau A, est à l'état de traces, sa concentration est inférieure à 10 ppm et elle est de 0.073 % dans le matériau B. La concentration en plomb dans le matériau B est de 0.016% et elle est à l'état de traces dans le matériau A (<à 10 ppm). Le zinc, dans le matériau B, représente 99.2%. Dans les anodes sacrificielles en zinc, le fer joue un rôle important dans l'activité galvanique. Ce dernier engendre la formation d'une couche d'oxyde qui ne bloque pas totalement la conduction électrique et régule de ce fait la dissolution anodique du zinc. L'anode sacrificielle doit posséder la dualité de faible auto corrosion et de non-passivité¹³. Une forte corrosion provoque la dissolution rapide de l'anode. Quant à la passivité, elle risque de rendre le système de protection non fonctionnel. Les microstructures obtenues des deux matériaux sont présentées dans la figure 1.

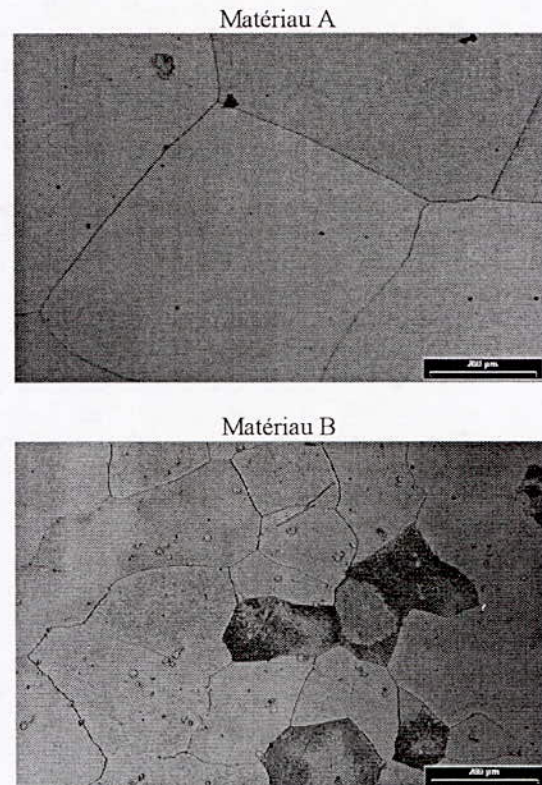


Fig. 1. Microstructures des matériaux A et B

III. 2. Mesure du potentiel de corrosion

Le milieu est constitué d'une eau de purge dont la composition est donnée dans le tableau 2. La figure n° 2 présente l'évolution du potentiel de corrosion des matériaux A et B en fonction du temps. Le potentiel de corrosion du matériau A est initialement de -1070 mV/ECS, il augmente en fonction du temps d'immersion et il se stabilise après 4000 secondes d'immersion. Le potentiel atteint est de l'ordre de -1046 mV/ECS. Le

matériau B montre un comportement différent de celui obtenu sur le matériau A. En effet, au début de la mesure, le potentiel est légèrement plus cathodique, il est de -1083 mV/ECS. Il atteint une valeur de -1053 mV/ECS après 4000 secondes. En effet, nous remarquons, aux temps courts, que le potentiel de corrosion du matériau A est plus anodique que celui du matériau B. Aux temps longs, les potentiels de corrosion sont voisins.

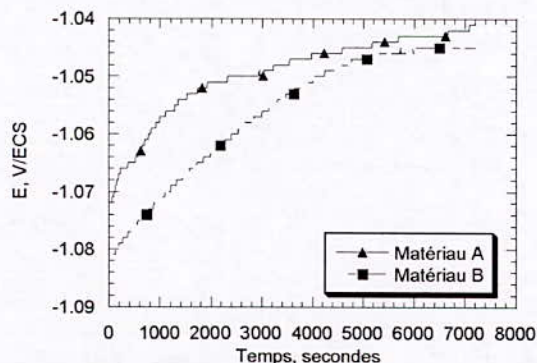


Fig. 2. Evolution du potentiel de corrosion des matériaux A et B en fonction du temps d'immersion.

Pour un même rapport de surface, le couplage du matériau A à une structure métallique permet d'obtenir un potentiel de protection analogue à celui obtenu en présence du matériau B.

III. 3. Mesures de voltampérométrie

Les courbes de polarisation potentiodynamique obtenues avec ses électrodes en zinc sont présentées dans les figures 3 et 4. La figure 3 montre qu'à partir du potentiel de corrosion et jusqu'aux valeurs de potentiels anodiques, le voltampérogramme du matériau A présente deux caractéristiques. La première étant la faible polarisation de l'électrode dans la plage du potentiel situé entre -1000 et -500 mV et pour des densités de courant inférieures à $0.4 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. La deuxième caractéristique est que la densité de courant de dissolution du matériau A est indépendante du potentiel imposé, dans le domaine du potentiel situé entre -500 et 500 mV, et que la densité de courant limite atteinte est voisine de $0.5 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$.

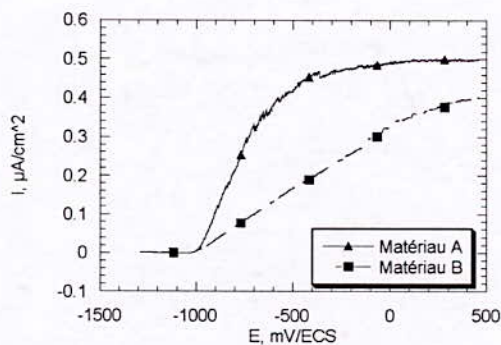


Fig. 3. Voltampérogrammes en représentation linéaire du matériau A et du matériau B, obtenus dans une eau de purge.

La surface de l'électrode se recouvre d'une couche de produits de corrosion. Les voltampérogrammes du matériau B ($I = f(E)$) représentés dans les figures 3 et 4 sont caractérisés par une augmentation linéaire et plus importante de la polarisation dans la plage du potentiel situé entre -1000 et 0 mV et pour des densités de courant inférieures à $0.3 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. Pour tout le domaine du potentiel utilisé, la densité de courant, enregistrée pour le matériau A, est plus élevée que celle enregistrée en présence du matériau B (fig. 4).

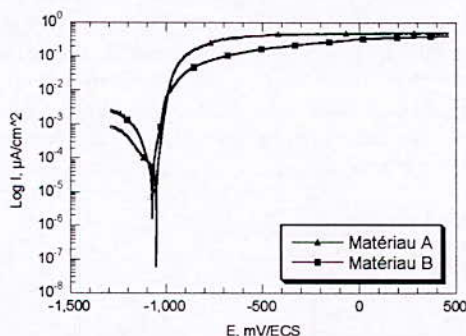


Fig. 4. Voltampérogrammes en représentation semi-logarithmique du matériau A et du matériau B obtenue dans une eau de purge.

Les électrodes de travail en zinc (matériaux A et B) ont été polarisées à un potentiel légèrement anodique par rapport au potentiel de corrosion, soit $+10$ mV/Ecorr. L'évolution de la densité de courant d'oxydation en fonction du temps d'immersion, est illustrée sur la figure 5. Les caractéristiques observées dans les figures 3 et 4 sont confirmées par les résultats des graphes de la figure 5.

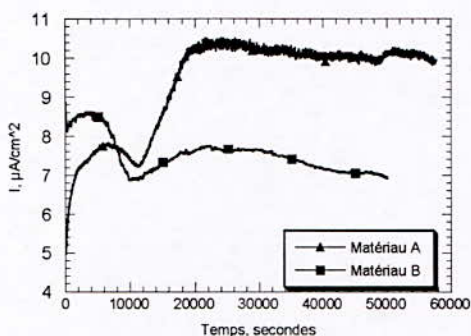


Fig. 5. Evolution de la densité de courant en fonction du potentiel appliqué.

$E_{app} = E_{corr} + 10mV$ (domaine anodique).

Aux courtes durées ($t < 8000$ s), le matériau B possède une activité supérieure à celle du matériau A. Aux durées plus longues, le matériau A possède une activité supérieure. Le courant moyen d'oxydation du matériau A est supérieur à $10 \mu A.cm^{-2}$ et celui de B est voisin de $7 \mu A.cm^{-2}$.

Dans le but de tester le comportement du processus de dissolution de l'électrode de zinc ; des mesures de polarisation cyclique ont été réalisées sur chaque échantillon. Pour chaque vitesse de balayage de potentiel, un nombre de 100 cycles a été opéré. Les figures 6 et 7 représentent les courbes de polarisation cyclique obtenues à une vitesse de balayage du potentiel de 5 mV/s et réalisées sur des électrodes en zinc (matériaux A et B).

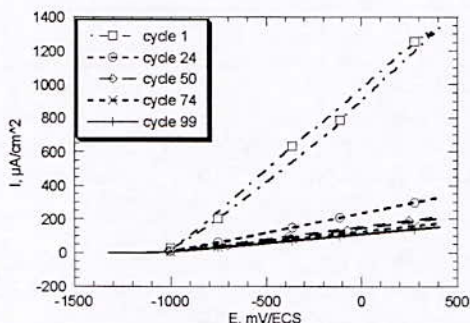


Fig. 6. Courbes de polarisation cyclique en fonction du nombre des cycles opérés. Vitesse de balayage de potentiel = 5 mV/s. Electrode de travail constituée du matériau A

La densité de courant de dissolution des branches anodiques diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. La branche retour de la courbe de polarisation ne se superpose pas sur la branche allée et elle est placée en dessous. Le processus de dissolution du zinc pour les deux matériaux est irréversible. La diminution de la densité de courant avec le nombre de cycles dépend de la

nature chimique et structurale des deux matériaux. Elle pourrait être due à l'accumulation des produits de dissolution à la surface active du zinc (produits de corrosion). Il faut noter que la densité de courant de dissolution est plus importante pour le matériau A.

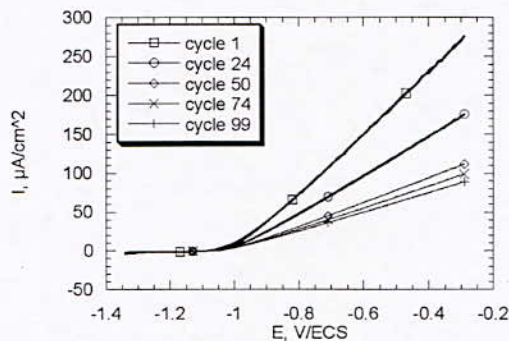


Fig. 7. Courbes de polarisation cyclique en fonction du nombre de cycles opérés. Vitesse de balayage de potentiel = 5 mV/s. Electrode de travail constituée du matériau B.

La figure 8 donne une représentation linéaire du cycle 1 des courbes de polarisation cycliques mesurées pour les matériaux A et B à la vitesse de balayage de potentiel de 5 mV/s. On remarque que la densité de courant de dissolution dans le cas du matériau B est plus importante.

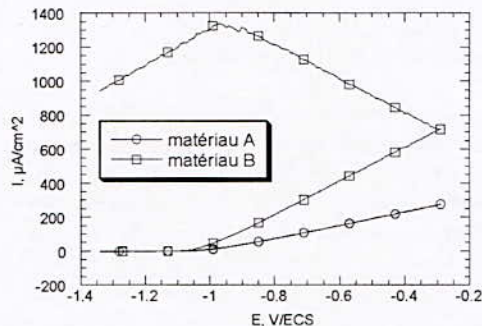


Fig. 8. Densité de courant obtenue des courbes de polarisation cycliques (cycle 1) obtenue sur les deux matériaux

III.4. Mesures d'impédance

L'interface zinc/milieu a été caractérisée par des mesures d'impédance électrochimique. Les mesures sont réalisées au potentiel de corrosion et au potentiel légèrement positif, soit $+10 mV/E_{corr}$. L'amplitude du courant alternatif appliqué est de 10 mV. Les diagrammes d'impédance en représentation de Nyquist et de Bode sont donnés dans les figures 9 et 10. Les données obtenues des diagrammes d'impédance, au potentiel de corrosion, montrent que le matériau A est plus résistant à

la corrosion. Avec le temps d'immersion, on constate une diminution dans les demi cercles du diagramme de Nyquist. Ceci serait lié à une augmentation de la surface active (détachement des produits de corrosion).

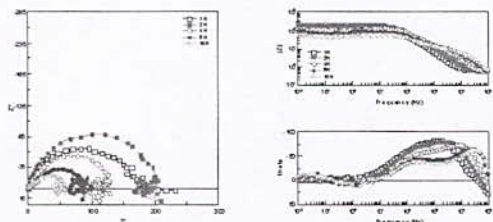


Fig. 9. Diagrammes d'impédance, en représentation de Nyquist et de Bode. Mesures effectuées au potentiel de corrosion et en fonction du temps d'immersion du matériau A.

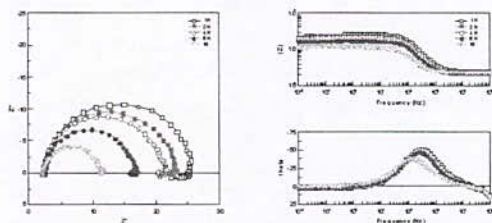


Fig. 10. Diagrammes d'impédance, en représentation de Nyquist et de Bode. Mesures effectuées au potentiel de corrosion et en fonction du temps d'immersion du matériau B.

Les figures 11 et 12 prise au MEB en électrons secondaires montrent les photographies obtenues sur les matériaux A et B, après 16 heures d'immersion. On remarque clairement la formation de dépôts sur ces électrodes. La morphologie des dépôts est différente. Elle serait liée à la composition chimique de chaque matériau et à leur microstructure.

Les courbes simulées et expérimentales sont portées sur la figure 18 mettant en évidence les résistances et les capacités.



Fig. 11. Matériau A. Micrographie MEB après 16 heures d'immersion au potentiel de corrosion. (G. 500)



Fig. 12. Matériau B. , Micrographie MEB après 16 heures d'immersion au potentiel de corrosion. , (G. 500)

Au potentiel légèrement positif par rapport au potentiel de corrosion, soit +10mV/E_{corr}. Les diagrammes d'impédances obtenues montrent un rapprochement dans leur allure. Aux fréquences élevées, les demi cercles sont décalés. Les boucles inductives sont présentes dans l'ensemble des diagrammes d'impédance obtenue pour les deux matériaux. Ces diagrammes en représentation de Nyquist et de Bode sont présentés dans les figures 13 et 14.

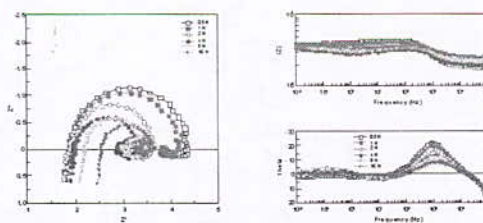


Fig. 13. Matériau A - Diagrammes d'impédance en fonction du temps d'immersion. Représentation de Nyquist et de Bode. - Mesures effectuées au potentiel imposé $E = E_{corr} + 10 \text{ mV}$.

Les essais de simulation réalisés sur les données de l'impédance électrochimique ont permis de sélectionner le circuit électrique équivalent. Le circuit électrique équivalent pour le matériau A, après 8 heures d'immersion au potentiel de corrosion, est présenté dans la figure n° 15. Les diagrammes de Nyquist expérimental et simulé correspondant à la figure 15 sont représentés par la figure 16. Concernant le matériau B, le circuit électrique équivalent est représenté dans la figure 17. Les

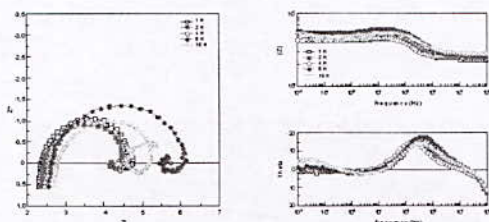


Fig. 14. Matériau B - Evolution des diagrammes d'impédance en fonction du temps d'immersion. Représentation de Nyquist et de Bode. Mesures effectuées au potentiel imposé $E = E_{corr} + 10 \text{ mV}$.

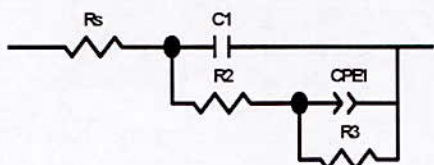


Fig. 15. Matériau A - circuit électrique équivalent.

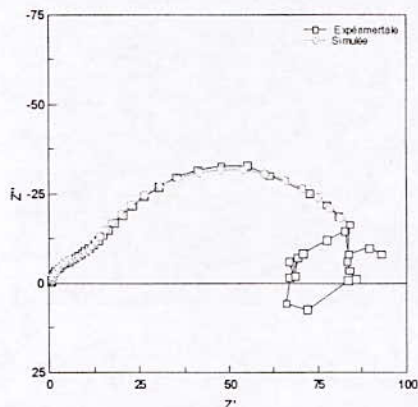


Fig. 16. Matériau A - Diagrammes d'impédance expérimental après 8 heures d'immersion et simulé.

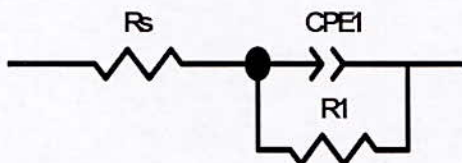


Fig. 17. matériau B - circuit électrique équivalent.

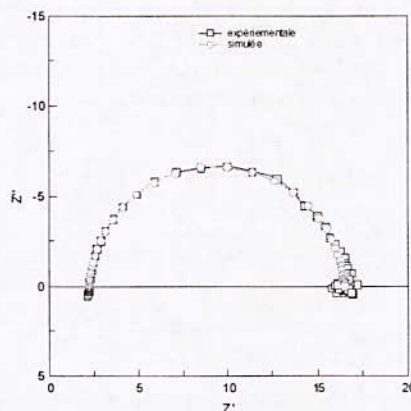


Fig. 18. Matériau B - Diagrammes d'impédance expérimental après 8 heures d'immersion et simulé

IV. CONCLUSION

Les mesures de polarisation cyclique et potentiodynamique montrent que le matériau A est plus facile à dissoudre. Le potentiel de corrosion du matériau A est plus électro-négatif. Les densités de courant observées sur les voltampérommes sont plus importantes pour le matériau A. Les branches retour des courbes de polarisation cyclique du matériau A sont trop écartées des branches aller. La présence du fer dans le matériau A à l'état de traces (< 10 ppm) pourrait être responsable de cette activité¹³.

On remarque qu'avec le temps d'immersion, la résistance de la couche protectrice diminue pour les deux matériaux et elle demeure plus grande dans le cas du matériau A, même après 16 heures d'immersion. Cette diminution est probablement en relation avec les dépôts formés (fig. 11 et 12).

A la lumière de ces résultats, il est possible d'admettre que le matériau A puisse être utilisé comme anode sacrificielle pour la protection des fonds de bacs de stockage contre la corrosion.

V. REFERENCES

- [1] Rapport Sonatrach CRD, 1987
- [2] Rapport Sonatrach CRD, 1988
- [3] R. Brouseau, « Protection cathodique contre la corrosion des armatures d'aciers », Construction Canada, 35(5), sept.-oct. 1992, pp. 29-33.
- [4] J. Perkin, W. H. Luebke, J. K. Graham and J. M. Todd, "Anodic corrosion of zinc alloys in seawater", Journal of Electrochemical Society, Vol. 124 n° 16, 1977, pp. 819 - 826.
- [5] R. J. Kessler and R. G. Pouwers, "Zinc metallizing for galvanic cathodic protection of steel reinforced concrete in marine environment", Corrosion 90, paper n° 324.

- [6] K. P. Fisher, "Cathodic protection in saline mud containing sulfate reducing bacteria", *Materials Performances*, Oct. 1981, pp.41 – 46.
- [7] K. P. Fisher, « Hot riser in the north sea : A parametric study in Cp and corrosion characteristics of hot steel in cold seawater », 15th annual OTC in Houston, Texas, may 2-5, 1983., pp. 451 – 457.
- [8] R. U. Lee and J. R. Ambrose, " Influence pf cathodic protection parameters on calcareous deposit formation", *Corrosion*, Vol. 44 n° 12, 1988, pp. 887 – 891.
- [9] W. H. Hartt and S. Chen, " Galvanic anode cathodic polarisation of steel in seawater: Part III – Retrofit cathodic protection of offshore structures", *Corrosion*, Vol. 55 n° 6, 1999, pp. 596 – 605.
- [10] E. Schaschl and G. A. Marsh, " Placement of reference electrode and impressed current anode effect on cathodic protection of steel in long cell", *Materials Performance*, june 1974, pp. 9 – 11.
- [11] T. J. Barlo, "Field testing the criteria for cathodic protection of buried pipelines, *Pipeline Technology*, Vol. 5, ASME 1995, p. 285 –301.



COMPORTEMENT DE CERTAINS ACIERS INOXYDABLES FERRITIQUES AUX HAUTES TEMPERATURES

Y. MADI¹, E. SALHI², A. GALERIE³

¹Département de Science Des Matériaux, LSGM, USTHB, BP 32, EL ALLIA, Alger

²Département de métallurgie, LSGM, Ecole Nationale Polytechnique d'El Harrach, Algérie.

³Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques, Institut National Polytechnique de Grenoble, France

RESUME

Le développement de l'industrie dans le monde ne cesse de s'accroître en entraînant avec lui une importance capitale de l'impact de la température à savoir les systèmes industriels tels que les réacteurs chimiques, les centrales électriques, l'aéronautique, l'automobile, etc. Dans ces différents secteurs, les aciers inoxydables sont utilisés à grande échelle. Notre objectif est de faire une étude de caractérisation de trois aciers inoxydables ferritiques à leur état de livraison, du point de vue analyse chimique et métallographique, ainsi qu'après oxydation à haute température, par une analyse ponctuelle et une analyse globale sur des micrographies prises aux MEB. Nous avons mis en évidence le rôle du chrome et la température.

MOTS CLES : Oxydation, Chrome, Titane, MEB, EDS, DRX, Adhérence, Thermogravimétrie, Ecaillage.

I. INTRODUCTION

L'effet de l'oxydation à haute température va être étudié sur trois nuances d'aciers inoxydables ferritiques (tableau). Le cycle de traitement qu'a subi le lingot obtenu de ces coulées est le suivant :

- ✓ Laminage à chaud ;
- ✓ Recuit intermédiaire en bain de sels fondus à 750°C pendant 6 heures ;
- ✓ Laminage à froid ;
- ✓ Recuit final en bain de sels fondus à 750°C pendant 5 heures.

Le produit final est sous forme de tôles d'épaisseur de 1 mm et 0,15 mm, dont on a découpé nos échantillons. Il y a lieu de noter que seul les tôles d'acier AISI 430 ont été laminées jusqu'à 0,15 mm pour étudier l'influence de l'épaisseur du substrat.

Parmi les éléments d'alliage, on note la présence du silicium à une teneur de 0,3% pour les nuances AISI 430

La plupart des métaux et alliages sont considérés comme instables du point de vue thermodynamique, c'est à dire qu'ils ont tendance à produire des combinaisons métalliques (métal + oxyde). Cette transformation non voulue du métal en une combinaison d'ions métalliques représente le processus de base de la corrosion. Ceci signifie la destruction lente et progressive du métal. Suivant l'environnement où se produit ce processus, on peut distinguer la corrosion sèche à haute température dans un mélange gazeux.

Partant de ces considérations, l'objectif de notre étude est d'appréhender le mécanisme d'oxydation des aciers inoxydables ferritiques, dans une atmosphère d'oxygène sec. Nous cherchons à mettre en évidence le rôle de quelques éléments d'alliages, connus pour améliorer la tenue à haute température du matériau. Ce qui nous permet de connaître les propriétés chimiques de ces aciers pour pouvoir arriver à les utiliser dans de meilleures conditions.

II. PROCEDURE EXPERIMENTALE

II. 1. Matériau étudié

1). Ces derniers sont issus d'une coulée au laboratoire du Centre de Recherche d'Ugine Savoie Imphy. et 430_{Ti} et de 0,5% pour la nuance AISI 409. Cet élément favorise la résistance à l'oxydation en formant une couche barrière de silice à l'interface métal/oxyde [1-2]. La teneur en soufre a été minimisée (<0,001%), parce qu'il est considéré comme élément néfaste pour l'adhérence des couches d'oxydes et la résistance à l'oxydation thermique [3].

Le titane est un élément alphasé et stabilisateur de la ferrite. Cet élément est présent dans l'une des nuances que nous allons étudier. Celui-ci induit des modifications dans la cinétique d'oxydation, dans la microstructure et dans la nature des couches d'oxydes qui se forment à haute température [4]. Il est donc important d'apporter éventuellement un complément sur l'effet du titane. Pour cette raison nous avons effectué notre étude sur deux

nuances ferritiques qui portent la même configuration d'éléments d'alliages, l'une stabilisée au titane (AISI 430Ti) et l'autre nuance (AISI 430) non stabilisée. Une autre nuance ferritique (AISI 409) est présente parmi les aciers que nous allons étudier. Cette dernière est pauvre en chrome par rapport aux deux autres mais avec une faible augmentation en silicium. Cette nuance est choisie pour étudier l'effet du chrome en faisant une comparaison entre sa tenue à l'oxydation et celle du AISI 430 qui est plus riche en chrome mais avec une teneur plus faible en silicium.

Tableau. 1. Composition chimique en pourcentage massique des éléments d'alliages

	Grade 430 _{Ti}	Grade 430	Grade 409
Cr	15,98	16,59	11,54
Si	0,312	0,330	0,531
Mn	0,409	0,431	0,207
Ti	0,387	0,007	0,179
Ni	0,114	0,109	0,072
C	0,025	0,037	0,009
Nb	<0,002	<0,002	-----
Mo	0,013	0,105	0,005
S	0,0013	0,001	0,0052
P	-----	-----	0,016
Al	0,037	0,047	0,007
N	0,013	0,034	0,01

II. 2. Techniques d'oxydation et de caractérisation

Les échantillons sont oxydés sous oxygène sec qui est dilué dans de l'argon afin d'obtenir la pression de gaz oxydant voulue. Nous avons veillé à ce que notre atmosphère oxydante ne soit pas polluée par d'autres gaz ; c'est pourquoi l'argon et l'oxygène sont des gaz de laboratoire. Pour une étude spécifique visant à étudier l'influence de la température, nous avons choisi de la faire varier en prenant les valeurs suivantes : 850°C, 900°C et 950°C. Ces températures sont choisies à partir de cas réels au niveau des tuyaux d'échappements.

II. 2.1. Observation sous MEB des couches d'oxydes

La caractérisation chimique et morphologique des couches d'oxydes formées sur les différentes nuances d'aciers a été réalisée par diffraction des rayons X, par EDS et par microscopie électronique à balayage (MEB). Les spectres EDS sont présentés en insert dans les micrographies correspondantes, obtenues par le MEB.

La microscopie électronique à balayage et l'analyse par spectrométrie X à sélection d'énergie (EDS) associées ont été utilisées afin de caractériser les oxydes formés, tant au niveau de leur morphologie que de leur

composition. Les observations ont été faites sur des sections transversales de deux aciers inoxydables (AISI 430 et AISI 409) oxydés à 900°C sous 150 mbar d'O₂.

La figure 1-a met en évidence la morphologie de la couche d'oxyde formée sur la nuance AISI 430. On remarque que la couche ainsi formée se présente sous une forme ondulée suivant le profil de l'interface avec une épaisseur qui n'est pas uniforme. On observe aussi des cavités localisées à proximité de l'interface métal/oxyde. Ces cavités sont le résultat d'une oxydation interne issue à partir de joints où une analyse chimique localisée a été effectuée par EDS (figure 1-b).

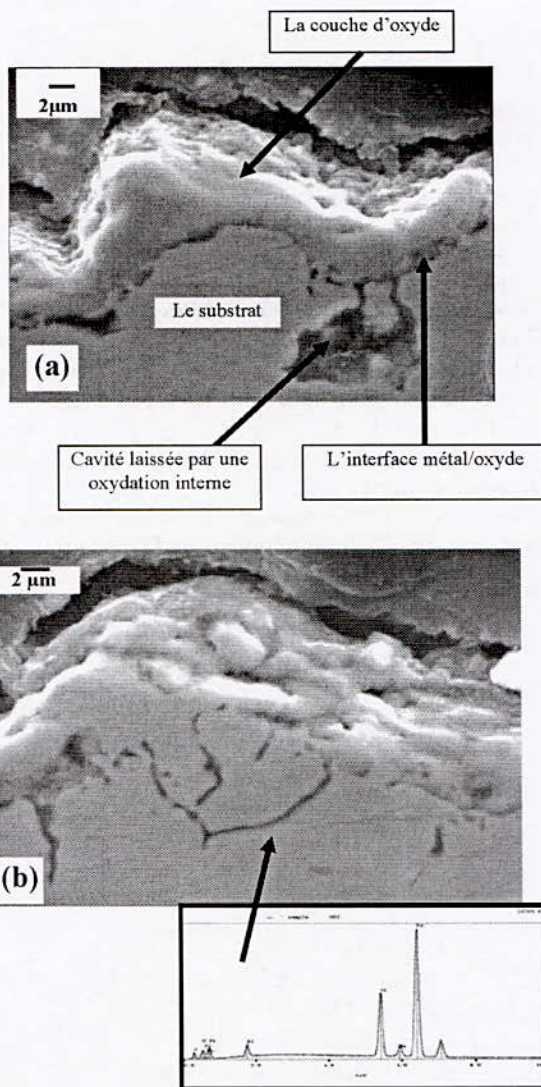
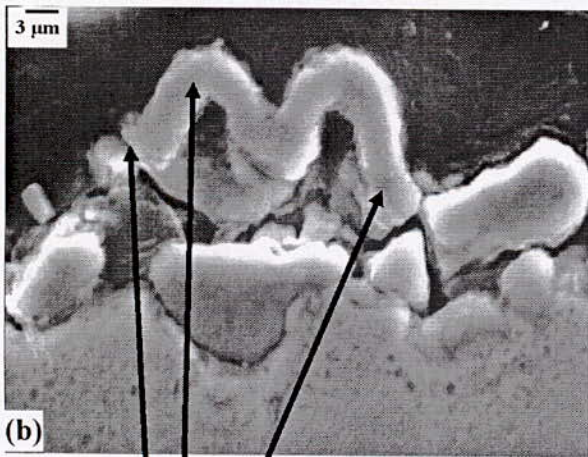
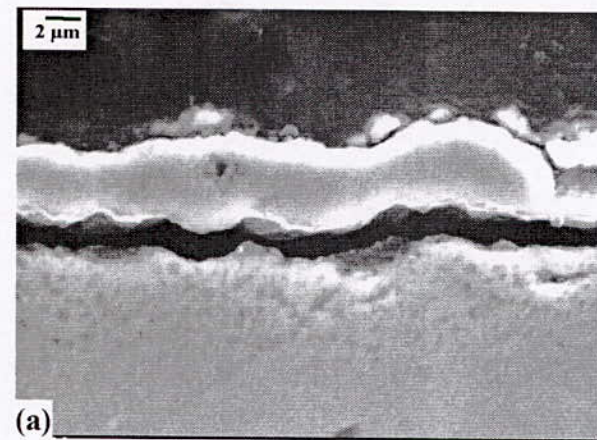


Fig. 1. Couche d'oxyde généré sur l'acier inoxydable AISI 430 à 900°C sous 150 mbar d'O₂

- a) morphologie de la couche d'oxyde ;
- b) spectre EDS au niveau d'un joint

Les oxydes générés sur le grade AISI 409 présente une couche plus épaisse que celle formée sur l'acier AISI 430 avec une uniformité plus ou moins marquée (fig. 2-a). Cette couche d'oxyde comporte plusieurs cassures, généralement observées au niveau des ondulations et qui semblent être le site privilégié des écailles (fig. 2-b). Une oxydation interne a été détectée à travers les joints de grains et dans la partie sous-jacente à l'interface métal/oxyde. Cette partie du métal présente des précipités tout au long de l'interface (fig. 2-a et b), dont le spectre d'une analyse par EDS est présenté en insert à la micrographie.



Une écaille d'oxyde dans un endroit ondulé. Présence de plusieurs cassures de la couche d'oxyde sur les bordures de l'écaille.

Fig. 2. Observation microstructurale d'une couche d'oxyde généré sur l'acier inoxydable AISI 409 à 900°C sous 150 mbar d'O₂

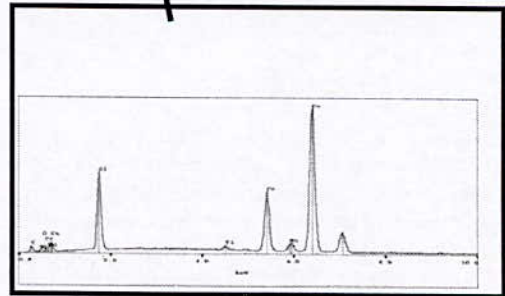
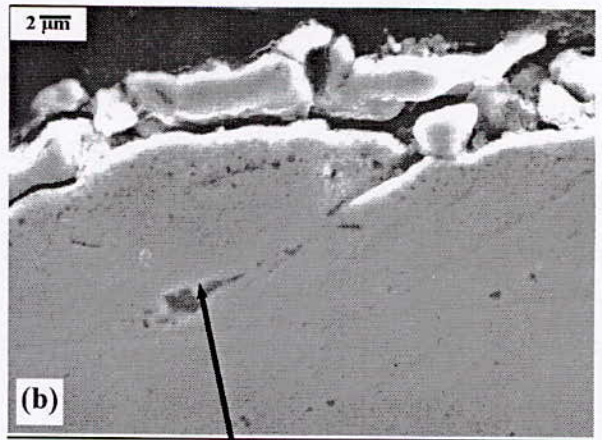
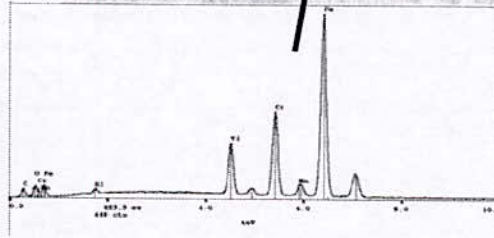
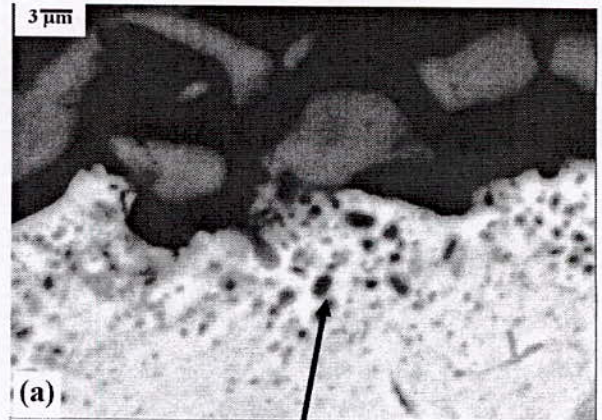


Fig. 3. Couche d'oxyde générée sur l'acier inoxydable AISI 409 à 900°C sous 150 mbar d'O₂

II. 2. 2. Nature de l'ensemble des oxydes formés en surface

L'étude par diffraction des rayons X nous a révélé, pour la nuance AISI 409, que l'oxyde majoritaire détecté est l'hématite (Fe_2O_3) avec quelques traces de ($\text{CrMn}_{1,5}\text{O}_4$) comme illustré par le spectre de diffraction de la figure 4. Il y a lieu de noter que la couche d'oxyde formée sur cette nuance est fragile et la plus sensible à l'écaillage par rapport aux deux autres nuances AISI 430_{Ti} et AISI 430. Cette fragilisation est distinguée au cours des manipulations quand on déplace les échantillons avec la pince vers la pesée ou vers une autre analyse.

Les oxydes présents dans la couche obtenue sur le grade AISI 430 sont élucidés par la figure 5. Nous avons déterminé la présence d'hématite (Fe_2O_3) et nous voyons également apparaître des oxydes mixtes fer/chrome et chrome/manganèse respectivement de type ($\text{Cr}_{1,3}\text{Fe}_{0,7}\text{O}_3$) et ($\text{CrMn}_{1,5}\text{O}_4$).

L'analyse du spectre de diffraction de la nuance AISI 430_{Ti} (figure 21) a révélé la présence des oxydes suivant : $\text{Cr}_1, 3\text{Fe}_0, 7\text{O}_3$, $\text{CrMn}_{1,5}\text{O}_4$, TiO_2

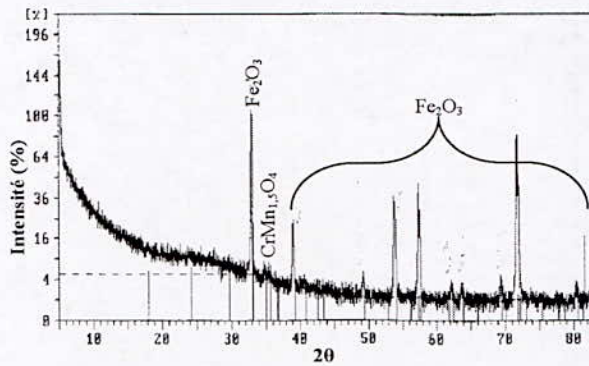


Fig. 4. Spectre de diffraction de RX de l'acier inoxydable grade 409 oxydé à 900°C sous 150 mbar d'O₂ pendant 25h

La couche d'oxyde qui contient des oxydes de titane est mieux adhérente [5]. Il semblerait donc que le titane, présent dans la composition de cette nuance, favorise l'encrage de la couche d'oxyde avec le métal de base ; ce qui se traduit par un ralentissement de l'oxydation, d'où une résistance à l'oxydation meilleure que AISI 430 et AISI 409. Ceci est dû à la présence simultanée de taux élevés en Cr et Ti.

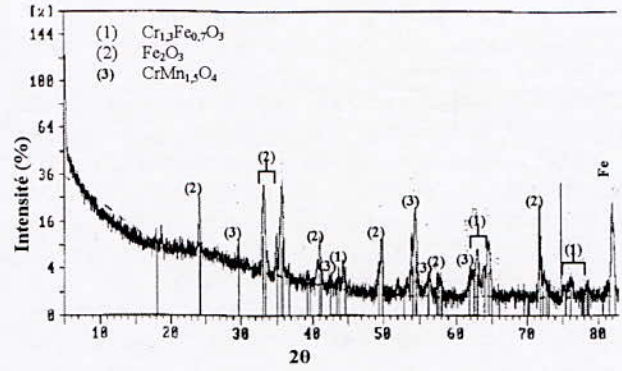


Fig. 5. Spectre de diffraction de RX de l'acier inoxydable grade 430 oxydé à 900°C sous 150 mbar d'O₂ pendant 25h

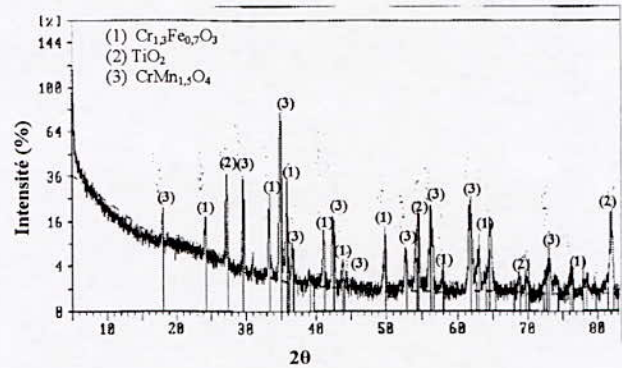


Fig. 6. Spectre de diffraction de RX de l'acier inoxydable grade 430Ti oxydé à 900°C sous 150 mbar d'O₂ pendant 25h

III. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LA CINÉTIQUE D'OXYDATION DU AISI 430

Les cinétiques d'oxydation, ainsi déterminées pour la nuance AISI 430 aux différentes températures (850, 900 et 950 °C), sont récapitulées sur la figure 7, présentant l'évolution de la masse en fonction du temps.

Sur toutes les courbes, nous distinguons trois domaines différents :

- Premier domaine : Le gain de masse augmente d'une façon très accentuée. Cette zone correspond à une période d'oxydation activée.
- Deuxième domaine : Durant cette période d'oxydation, nous constatons un ralentissement dans la vitesse d'oxydation.
- Troisième domaine : On remarque une oxydation catastrophique caractérisée par une montée très rapide de la vitesse d'oxydation.

La température en effet, favorise la croissance de la vitesse d'oxydation des aciers. Ceci est bien illustré sur la figure 7 surtout vers les hautes températures. On

remarque ainsi qu'il n'y a pas une grande différence entre les deux températures (850°C et 900°C), où on compte une différence de 0,26 mg/cm² au bout de 32 heures d'oxydation. Alors qu'à la température de 950°C, on remarque une différence plus accentuée, où on a trouvé une différence de 2,65 mg/cm² par rapport à 900°C.

Ainsi, nous recommandons que la température d'utilisation ne doit pas dépasser 900°C, même pour l'acier AISI 430_{Ti} qui est plus résistant.

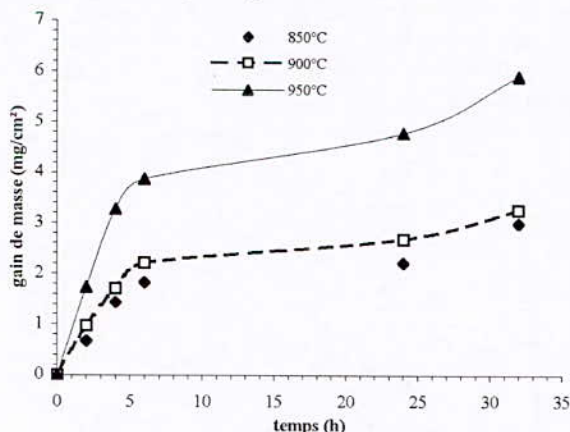


Fig. 7. Influence de la température sur la cinétique d'oxydation de l'acier AISI 430 sous un débit d'oxygène de 113ml/min.

Le tracé des courbes du taux d'écaillage en fonction du temps, pour les deux températures (fi.g. 8), nous permet de remarquer que le taux d'écaillage à 900°C est plus important qu'à 950°C. Ceci est dû à une deuxième couche d'oxyde qui s'est générée à 950°C là où la première couche s'est décollée; alors qu'à 900°C la cinétique d'oxydation est tellement moins faible que la seconde couche n'a pas eu lieu.

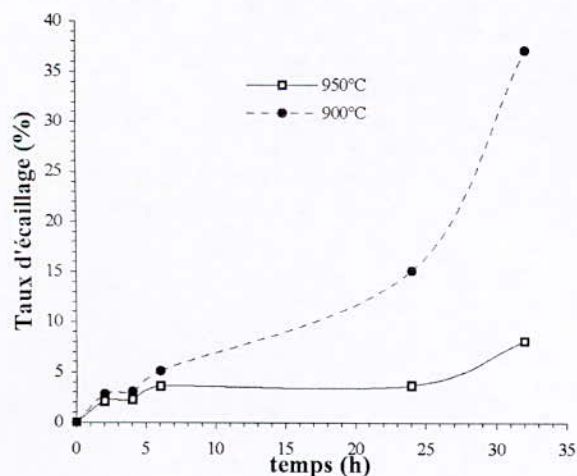


Fig. 8. Effet de la température sur le taux de la surface écaillée de l'acier AISI 430, oxydée sous 150 mbar d'O₂

A titre d'illustration, la figure 9 montre l'état de surface après oxydation à 900°C où on remarque une grande surface du métal nue sans qu'on enregistre la formation d'une deuxième couche d'oxyde à la place de la première.

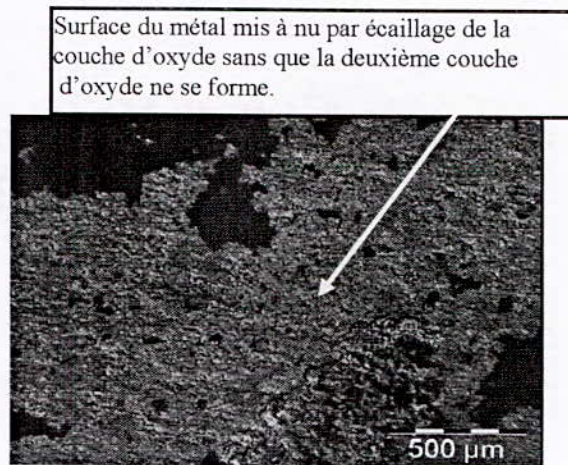


Fig. 9. Etat de surface oxydé de l'acier AISI 430 à la température de 900°C pendant 32 heures

Pour ce qui est de la figure 10, on constate un début d'écaillage de la première couche avec une oxydation apparente qui n'a pas encore eu lieu. Ce qui explique que le taux de la surface écaillée à 950°C est plus faible que celle de 900°C particulièrement pour une durée de 32 heures.

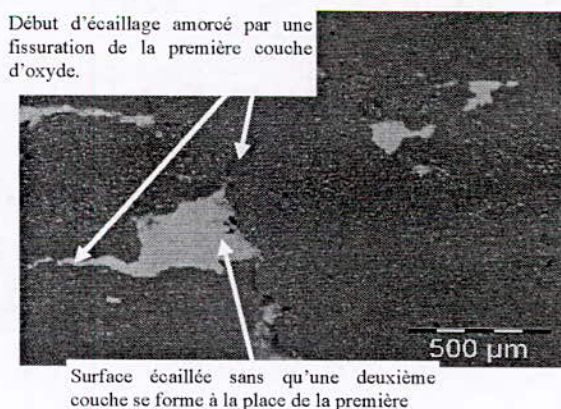


Fig. 10. Etat de surface oxydé de l'acier AISI 430 à la température de 950°C pendant 32 heures.

Nous avons pu mettre en évidence l'évolution de la microstructure du AISI 430 après 32 heures d'oxydation aux températures de 900°C et 950°C (figures 11 et 12). Comme illustré sur les deux figures, nous remarquons qu'il existe un grossissement du grain aux deux températures. Le grossissement du grain est beaucoup plus important à la température de 950°C qu'à 900°C. En

comparaison avec l'état de livraison dont le diamètre moyen est de 2,5 μm alors qu'à la température de 900°C et 950°C les diamètres moyens sont respectivement de 70 μm et de 85 μm . sachant bien qu'il existe une hétérogénéité dimensionnelle de différentes plages.

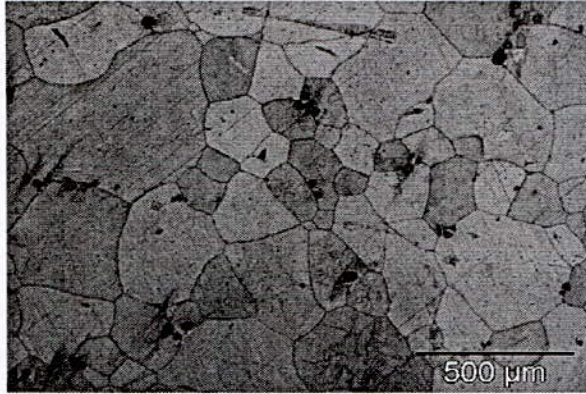


Fig. 11. micrographie de l'acier AISI 430 après oxydation à 900°C pendant 32 heures.

Pour des durées de 32 heures à la température de 950°C certains grains prennent des dimensions exagérées et à travers leur joint de grains compressent les autres grains, les empêchant ainsi de grossir de façon identique. Les joints de grains sont plus apparents.

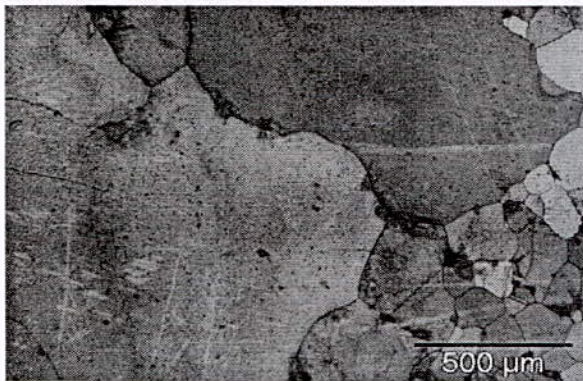


Fig. 12. micrographie de l'acier AISI 430 après oxydation à 950°C pendant 32 heures

IV. INFLUENCE DU CHROME SUR LA CINÉTIQUE D'OXYDATION

L'effet de cet élément est mis en évidence en faisant une comparaison entre les courbes de cinétiques du AISI 430 et 409 à la température de 900°C. Ces deux aciers contiennent une légère différence concernant l'ensemble des éléments d'alliages à part le chrome où la nuance

AISI 430 contient 16,59 % Cr et l'autre nuance (AISI 409) contient 11,54 % Cr.

D'après la figure 13, nous constatons pour le grade AISI 409 que le taux d'oxydation présente un écart accentué par rapport à l'acier AISI 430, surtout pour des durées plus longues. De plus, les oxydes formés dans les deux aciers sont de nature différente. L'acier AISI 430 présente une couche protectrice formée majoritairement d'oxyde de chrome avec quelques traces de fer et de manganèse ($\text{Cr}_{1,3}\text{Fe}_{0,7}\text{O}_3$ et $\text{CrMn}_{1,5}\text{O}_4$); tandis que les oxydes formés sur l'acier AISI 409 sont essentiellement constitués de fer (Fe_2O_3 et $\text{CrMn}_{1,5}\text{O}_4$), et qui sont moins protecteurs.

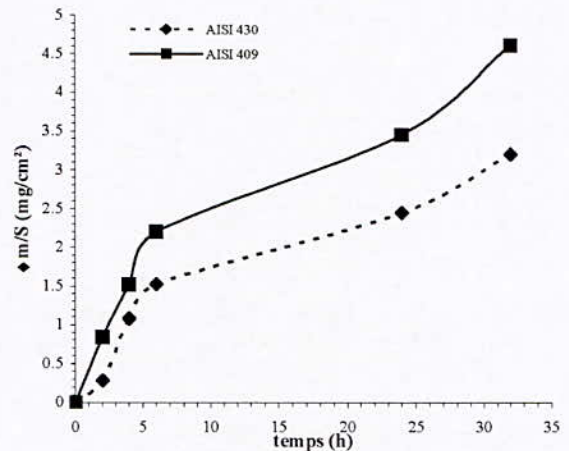


Fig. 13. Cinétique d'oxydation de l'acier AISI 430 et 409 à 900°C sous 150 mbar d'O₂

En plus de l'intérêt que porte le chrome sur la cinétique d'oxydation, nous avons pu mettre en évidence son effet sur l'adhérence de la couche d'oxyde ainsi formée. Cet effet est élucidé par le tracé de la courbe du taux de la surface écaillée en fonction du temps pour les deux nuances (fig. 13). Le taux d'écaillage pour la nuance AISI 430 est plus faible que pour l'acier AISI 409. Cela est dû à la nature de la couche d'oxyde. Pour ce qui est de la couche d'oxyde formée sur l'acier AISI 409 elle est essentiellement composée de fer (Fe_2O_3) qui est beaucoup plus fragile qu'une couche d'oxyde de chrome [4].

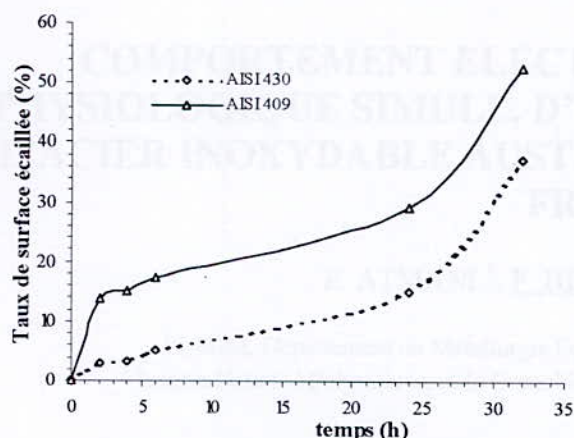


Fig. 14. Détermination au refroidissement le taux de surface écaillée des deux aciers AISI 430 et 409, oxydés à 900°C sous 150 mbar d'O₂

Cependant la figure 15 illustre l'évolution progressive de la perte de métal en relation avec le taux d'écaillage où nous remarquons, pour les deux nuances, que le taux d'écaillage évolue en même temps que le gain de masse de l'échantillon.

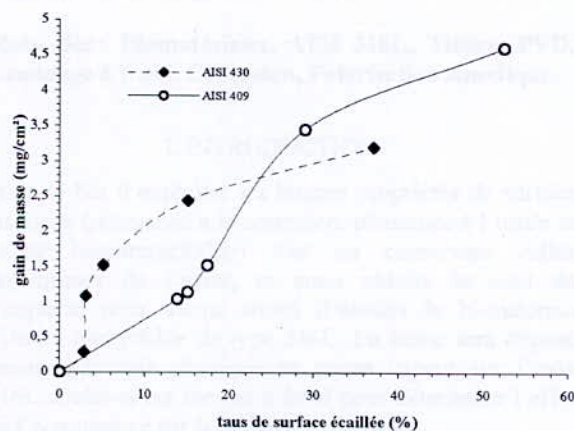


Fig. 15. Influence de la masse d'oxyde sur le taux de surface écaillée pour les deux aciers (AISI 430 et 409)

V. CONCLUSION

Cette étude nous a permis de mettre en lumière l'évolution de la cinétique d'oxydation ainsi qu'un certain nombre de phénomènes.

Nous avons montré le rôle que joue le chrome à différentes températures en faisant diminuer le taux d'oxydation. Cette constatation est mise en évidence après une comparaison entre les deux aciers inoxydables ferritique AISI 430 et AISI 409.

1) La couche d'oxyde générée sur la nuance AISI 430 comporte moins d'écaillés que celle générée sur l'acier AISI 409.

2) Aux différentes températures de travail (850°C, 900°C et 950°C) nous avons remarqué que la cinétique d'oxydation de la nuance AISI 430 est beaucoup plus accentuée vers les hautes températures (950°C), alors qu'entre 850°C et 900°C il n'y a pas une grande différence.

3) L'étude micrographique a détecté un grossissement du grain après les tests d'oxydation à 900°C et 950°C pendant 32 heures. Ce grossissement engendre une ségrégation chimique aux joints de grains et sous forme de précipités.

4) Cette ségrégation chimique est mise en évidence :

✓ Aux joints de grains par la présence de SiO₂ et Cr₂O₃ pour l'acier AISI 430

✓ Sous forme de précipité par la présence de TiO₂, SiO₂ et Cr₂O₃ pour la nuance AISI 409 ;

5) En coupe transversale les couches d'oxydes formées sur les deux nuances possèdent une forme ondulée qui suit le profil de l'interface. Ces derniers comportent des cassures surtout au niveau du contour des écaillés ce qui facilite le décollement partiel de la couche d'oxyde ;

6) La couche d'oxyde générée sur l'acier AISI 430 est bien adhérente que celle générée sur la nuance AISI 409 ;

7) La nature des oxydes formés. Pour la nuance AISI 409, montre l'existence de l'hématite (Fe₂O₃). Cet oxyde est connu par sa fragilité et sa qualité non-protectrice, ce qui se traduit par l'augmentation de la vitesse d'oxydation par rapport aux deux autres nuances ;

8) La couche d'oxyde formée sur la nuance AISI 430 est formée essentiellement des oxydes suivant :

* Fe₂O₃, Cr_{1,3}Fe_{0,7}O₃, CrMn_{1,5}O₄

10) L'analyse du spectre de diffraction de la nuance AISI 430_{Ti} a révélé la présence des oxydes suivant :

[1] Cr_{1,3}Fe_{0,7}O₃, CrMn_{1,5}O₄, TiO₂

VI. REFERENCES

- [2] K. PROTIVA, Importance of stainless steels for chemical industry, 30^{ème} journées du Cercle d'Etude des Métaux, Lyon, 6, 1991.
- [3] S. A. BRADFORD, Fundamentals of corrosion in gase, *metals handbook*, Vol. 13, 3rd printing, USA, 1990, pp.61-76.
- [4] J. BENARD, J. MOREAU, *L'oxydation des métaux - Tome II*: Monographies, ed. GAUTIER-VILLARS, Paris, 1964.
- [5] J. ROBERTSON, M. I. MANNING, Limits to adherence of oxide scales, *Mater. Sci. Technol.* Vol. 6, 1990, pp. 81-91.
- [6] J. MOUGIN, Tenue mécanique de couche d'oxyde thermique générées sur le chrome et sur quelques aciers inoxydables ferritiques : étude des contraintes et de l'adhérence, *Thèse de doctorat*, INPG, 2001.

III.COMPORTEMENT MECANIQUE.

La caractérisation de l'adhérence du dépôt a été effectuée par arrachement et par mesure de la microdureté (fig. 4).

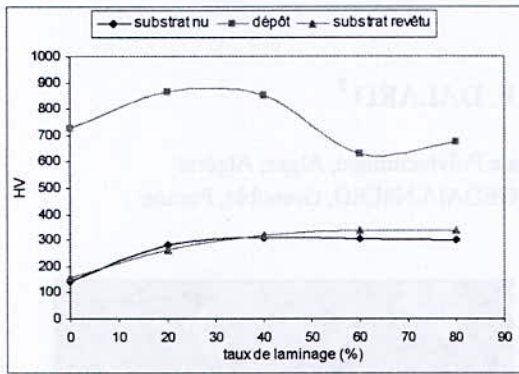


Fig. 4. Evolution de la microdureté en fonction de taux de laminage [2].

Le substrat en acier durcit au fur et à mesure que le laminage est important, ce qui est à rattacher à l'écroutissage associé. Le dépôt de titane montre, lui, une grande dureté, même si celle-ci diminue à partir de 40% de laminage. Le dépôt permet ainsi de répondre à une utilisation en usure et en frottement. Enfin, il est à noter un durcissement de l'acier à l'interface, que l'on peut expliquer par la formation de contraintes internes lors de la déposition.

IV.COMPORTEMENT ELECTROCHIMIQUE.

D'après les résultats de la voltamétrie (tableau 1), nous avons, pour le 316L sans dépôt, une petite diminution de potentiel en fonction du taux de laminage jusqu'à 40%.

L'écroutissage associé se traduit par une augmentation de la densité des dislocations [3] qui sont des sites de dissolution anodique. En outre, une transformation partielle de l'austénite en martensite [4-5] peut entraîner la formation de micropiles locales entre la martensite et l'austénite.

Tableau 1: $E_{abandon}$, E_{corr} , I_{corr} et R_p à différents taux de laminage.

		$E_{abandon\ 8\ h}$ (V / ECS)		E_{corr} (V / ECS)		I_{corr} ($\mu A / cm^2$)		R_p ($10^6 / cm^2$) Ω	
		Sans dépôt	Avec dépôt	Sans dépôt	Avec dépôt	Sans dépôt	Avec dépôt	Sans dépôt	Avec dépôt
Polissage automatique	0 %	0.291	0.267	0.263	0.216	0.43	0.43	0.08	0.07
	20 %	0.265	0.343	0.234	0.320	0.46	0.50	0.03	0.06
	40 %	0.261	0.340	0.232	0.331	0.53	0.45	0.07	0.07
	60 %	0.265	0.342	0.238	0.316	0.34	0.4	0.08	0.09
	80 %	0.282	0.280	0.253	0.256	0.43	0.42	0.08	0.07
	Ti	0.374	0.346	0.346	0.346	0.89	0.89	0.03	0.03

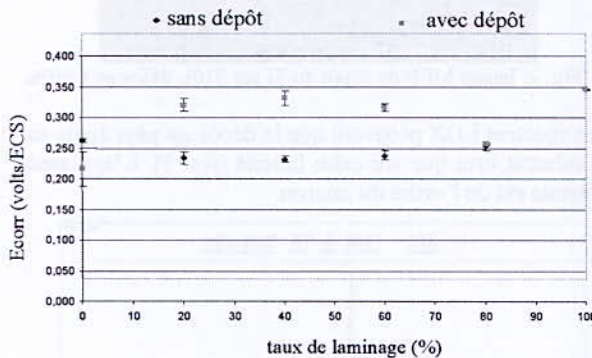


Fig. 5. Evolution du potentiel de corrosion du substrat nu, du dépôt et du titane massif en fonction du taux de laminage.

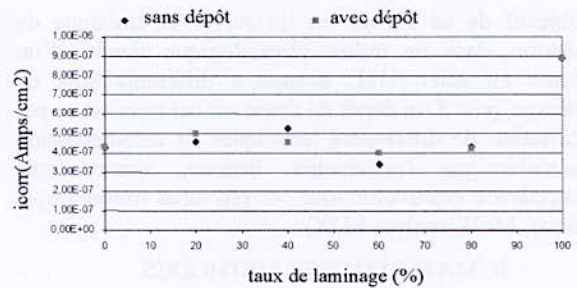


Fig. 6. Evolution du courant de corrosion (calculé par la technique de Tafel) du substrat nu, du dépôt et du titane massif en fonction du taux de laminage.

Pour les taux de laminage supérieurs à 40%, nous avons une petite augmentation de potentiel, qui est due au réarrangement, sous l'effet des contraintes appliquées, de la structure des dislocations et des défauts de structures existants. Cette explication est confirmée par les résultats de la microdureté [2].

Pour le 316L avec dépôt, si celui-ci est de même microstructure que le titane massif, son potentiel en serait proche. Comme le potentiel du substrat, revêtu et non laminé, est inférieur à celui du substrat nu, cela peut s'expliquer par la formation de couples galvaniques entre le titane et le fer de l'acier. Le dépôt du titane peut s'accompagner localement d'une destruction du film passif spontané et très mince (2 à 5 nm) formé sur l'acier et par conséquent mettre en contact le titane et le fer.

Pour les échantillons laminés jusqu'à 20%, 40% et 60% puis revêtus, nous avons des potentiels plus grands que celui de l'acier seul, donc il apparaît que le dépôt adhère bien et protège ainsi le substrat. Dans cet intervalle de taux de déformation nous avons une densité de dislocations croissante, d'où leur émergence sous forme de marches à la surface de l'acier laminé. L'état de surface s'en trouve modifié et peut favoriser de meilleures germinations et croissances du titane lors de son dépôt en phase vapeur.

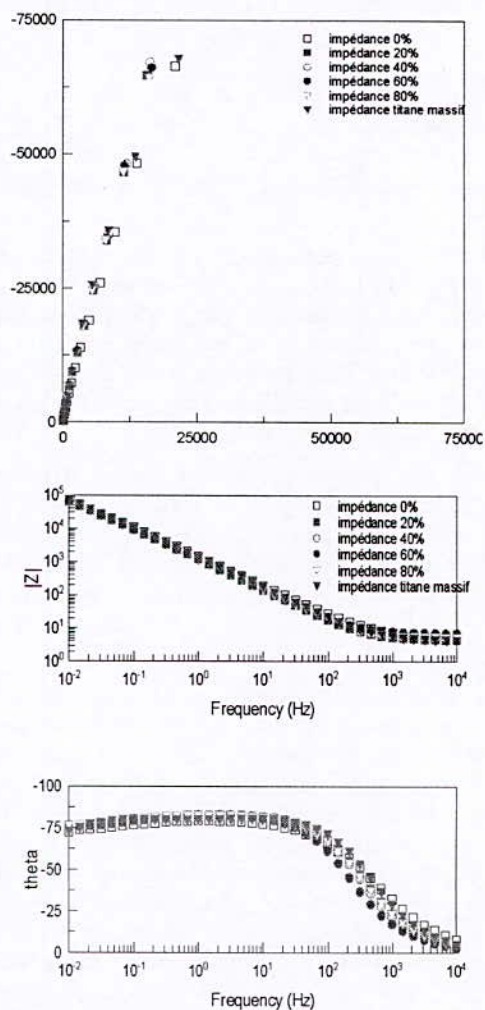
Par contre, au-delà de 60% de déformation, le potentiel chute jusqu'à ce qu'il se rapproche de celui de l'acier sans dépôt. La qualité d'adhérence de dépôt dans ce cas est moins bonne parce que dans cette étape il y a réarrangement des dislocations en une structure différente.

Nous avons corrélé ces résultats aux résultats de la microdureté. Il apparaît la microdureté des dépôts évolue de la même manière que les potentiels de corrosion, pour les faibles taux de déformation. Les résultats de mesure de la microdureté du substrat nu et du substrat revêtu nous permettent de conclure que le dépôt engendre des contraintes résiduelles à l'interface avec le substrat. Pour les fortes déformations de l'acier, le film de titane bien que restant dur, semble avoir moins d'influence sur le substrat. Une explication possible serait une décohésion au niveau de l'interface.

Les tests d'impédance ont été réalisés en prenant une perturbation sinusoïdale (amplitude) de 60mV, et un balayage en fréquence de 10000HZ jusqu'à 0.01HZ. Les spectres obtenus (fig. 7) ont été traités à l'aide du logiciel Z-View qui permet de simuler le comportement électrochimique de nos échantillons :

- La partie haute fréquence permet de connaître la résistance de l'électrolyte R_e et la capacité du film d'oxyde formé.

- La partie basse fréquence donne des indications sur la résistance à la polarisation et la capacité



des films formés.

Fig. 7. Spectre d'impédance de substrat revêtu, au différents taux de déformation et de titane. a) diagramme de Nyquist, b) diagramme de Bode.

Notre cas d'étude peut ainsi être représenté par le modèle de circuit équivalent de la figure 8.

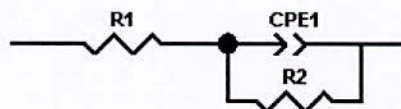


Fig. 8: Circuit équivalent au système Ti/316L.

Les résultats de la spectroscopie d'impédance électrochimique montrent cependant la difficulté d'interpréter les signaux de tension obtenus, alors qu'elle est souvent dévolue à l'étude des revêtements.

V. CONCLUSION

Ce travail a permis de montrer l'effet de l'écroutissage par laminage à froid sur la déposition du titane sur l'acier inoxydable austénitique 316L et sur son comportement électrochimique en milieu physiologique simulé.

La caractérisation microstructurale du dépôt de titane montre qu'il est homogène et qu'il épouse le relief de polissage, et ce quelque soit le degré de déformation du substrat. Son épaisseur a été estimée à environ 1 µm. Les analyses par EDX montrent que le dépôt est plus important sur le substrat déformé que sur le substrat non déformé.

Le suivi du potentiel d'abandon du substrat nu au différents taux de laminage a permis de conclure que l'écroutissage ne provoquait pas un changement important de la nature du film passif. Le potentiel de corrosion évolue de la même manière que le potentiel à l'abandon (8h) lorsque nous avons effectué à nos échantillons une polarisation anodique.

Par contre pour le potentiel de corrosion des dépôts sur le 316L à différents taux de laminage, nous avons une évolution non homogène. Nous observons une augmentation de potentiel de corrosion jusqu'à 20% de déformation, puis le potentiel se stabilise entre 20 et 60% de déformation. A partir de ce taux de déformation, le potentiel chute jusqu'à qu'il devienne égal au potentiel de substrat nu. Le courant de corrosion et la résistance à la polarisation ne sont pratiquement pas modifiés, que ce soit pour les substrats nus ou les substrat revêtus et ce, pour tous les taux de déformation appliqués.

Pour conclure, nous pouvons dire que le meilleur comportement électrochimique, en milieu physiologique simulé, du système acier inoxydable austénitique 316L revêtu en phase vapeur par du titane (avec nos conditions expérimentales) a été observé lorsque l'acier était laminé en dessous de 60%.

VI. REFERENCES

- [1] N. Djellit, Caractérisation de dépôts PVD de Titane sur Inox, DEA, Mécanique-Matériaux-Structures-Procédés, METZ, Juillet 2003.
- [2] H. Sedjal, Caractérisation mécanique du dépôt de titane sur l'acier inoxydable 316L élaboré par la méthode PVD», mémoire de magister en génie mécanique Université de Bejaia, septembre 2004.
- [3] A. Cigada, B. Mazza, R Pedferri, D. Sinigajria, Influence of cold plastic deformation on critical pitting potential of AISI 316L and 304L steels in an artificial physiological solution simulating the aggressiveness of the human body. *J.Biomed-mater. Res.* Vol. 11, 1977, pp. 503-512.
- [4] A. Bouzina, C. Brahim, J. Ledion. Ecroutissage superficiel et tenue à la corrosion sous contrainte d'un acier austénitique Z3CND17-12 (AISI316L), *la revue de Métallurgie*, CIT/science et Génie des Matériaux. Décembre 1998.
- [5] U. Kamachi Mudali, P. Shankar, S. Ningshen, R. K. DAYAL, On the pitting corrosion resistance of nitrogen alloyed cold worked austenitic stainless steels, *Corrosion science*, Vol. 44, 2002, pp. 2183-2198.
- [6] F. Navaï, O. Debbouz, AES study of passive film formed on a type 316 austenitic stainless-steels in a stress field, *Journal of Material Science*, Kluwer Academic Publisher, 1999, pp. 1073-1079.

L'ENSEIGNEMENT DE L'ENTREPRENEURIAT EN ECOLES D'INGENIEURS ENJEUX, ET PERSPECTIVES

Le cas de l'Ecole Centrale de Lyon

M. DAOUZLI

Professeur Associé à l'Ecole Centrale de Lyon

I. SOMMAIRE

Le contexte : un monde en profonde mutation
rendant nécessaire l'évolution de l'enseignement
Un peu de terminologie
L'Entrepreneuriat et la formation des Ingénieurs : le
contexte Français
L'exemple de l'Ecole Centrale de Lyon
Conclusion

II. PREAMBULE

La réunion du conseil Européen de Lisbonne en 2 000 avait pour objet la définition des objectifs à l'horizon 2 010 en termes d'emploi et de réforme économique et sociale. Dans son rapport, l'Union fait ressortir la nécessité de « devenir l'économie de la connaissance la plus compétitive et la plus dynamique du monde, capable d'une croissance économique durable (...) ». L'accent a été mis sur la création d'emploi en termes quantitatifs et qualitatifs.

C'est sur cette directive que la Commission Européenne a initié un certains nombres d'actions de promotion des PME et de la démarche Entrepreneuriale, (cf les différentes publications de la DG – Entreprises), actions qui ont abouti en janvier 2 003 à la production d'un Livre Vert* intitulé « L'esprit d'Entreprise en Europe ».[1]

C'est dire l'importance qui est accordée aujourd'hui par les plus grandes instances Européennes à la question de l'Entrepreneuriat et de son enseignement.

Dans ce document, les auteurs positionnent, dès l'introduction, l'esprit d'entreprise comme un défi pour l'Europe : « l'Europe se doit de stimuler davantage la dynamique de l'esprit d'entreprise. Il lui faut plus d'entreprises nouvelles (...) ». Les auteurs font de plus ressortir que « les petites entreprises nouvellement créées, et non les grandes entreprises, sont de plus en plus celles qui créent les nouveaux emplois ».

* « Le document aborde deux questions clés pour l'Europe. Pourquoi si peu d'Européens créent-ils une entreprise alors qu'ils sont relativement nombreux à être tentés par cette expérience ? Pourquoi si peu d'entreprises sont-elles orientées vers la croissance et pourquoi les taux de croissance sont-ils si modestes ? »

** Qui se rapporte à la structure, à l'organisation ou au fonctionnement de la société.

Dans ce contexte, le rôle des ingénieurs est primordial, ainsi que le soulignent les auteurs du « Rapport sur la Formation Entrepreneuriale des Ingénieurs » [2] adressé au Secrétaire d'Etat Français à l'Industrie en octobre 1 998:

« Dans ce nouveau contexte, le métier de l'ingénieur change et se diversifie. (...) Maintenant il faudra, beaucoup plus qu'auparavant, compter sur eux pour créer des entreprises (ou en tout cas des activités). A leur formation technique doit donc s'ajouter une culture d'innovation, d'esprit d'entreprendre et de réseaux ».

La formation des ingénieurs à l'Entrepreneuriat est donc, incontestablement, un problème d'actualité et dont les enjeux sont à la fois économiques, sociaux et sociétaux **.

III. UN PEU DE TERMINOLOGIE

Dans le livre vert sur « L'esprit d'Entreprise en Europe », les auteurs en donnent la définition suivante :

« L'esprit d'entreprise désigne un état d'esprit ainsi que le processus de création et de développement de l'activité économique par la combinaison de la prise de risque, de la créativité et/ou de l'innovation et d'une saine gestion, dans une organisation nouvelle ou existante ».

Nous proposons deux autres définitions :

« « Discipline » qui décrit l'environnement et le processus de création de richesse et de construction sociale, à partir d'une prise de risque individuelle »

« Ensemble des activités et des démarches qu'implique la création et le développement d'une entreprise et plus généralement la création d'activité ».

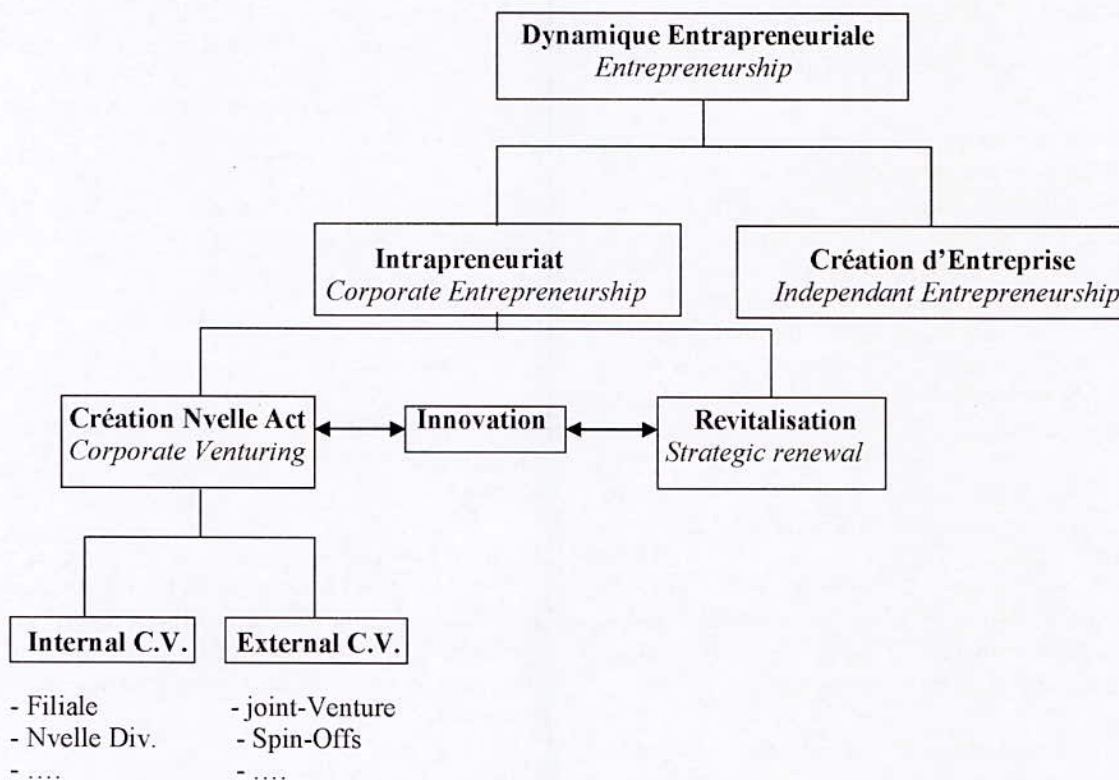
La création d'activité quant à elle englobe :

- La création d'une entreprise indépendante,
- La création d'une filiale,
- La reprise (ou réactivation) d'une entreprise,
- La création d'un nouveau produit ou nouveau service,
- La création d'un nouveau site ou centre de profit.

L'Intrapreneuriat se définit comme l'action d'entreprendre au sein de l'entreprise. Olivier Bassot [3] nous propose une typologie des significations de l'Intrapreneuriat :

Notons que l'innovation, souvent à la base de la création, est un processus qui conduit à une idée de produit ou de service et ne se termine qu'à sa commercialisation réussie. L'innovation se distingue ainsi de l'invention. La création innovante débouche, surtout dans le domaine de la haute technologie, sur des entreprises ou nouvelles activités à fort potentiel de croissance et donc d'emploi.

Dans la suite, on ne fera pas de distinction entre Esprit d'Entreprise et Entrepreneuriat.



IV. ENTREPRENEURIAT : PROBLEMATIQUE ET ENJEUX

Sous la pression des évolutions technologiques et de la mondialisation de l'économie, les bases de la prospérité économique changent radicalement [2]. Des signaux d'alerte sont apparus depuis quelques décennies, parmi eux :

- La crise de l'emploi et la remise en cause du salariat à vie, phénomène lié à la mondialisation et la pression sur les coûts, et le cortège de mesures

qui en découlent (fusions / acquisitions, filialisations, délocalisations, ...),

- Les mutations industrielles et technologiques qui ont pour conséquence notamment une évolution significative des métiers et donc de l'emploi,

- Une part plus significative des PME/PMI dans la Valeur Ajoutée et l'emploi, même si B. Girard conteste l'idée largement admise que les petites entreprises sont le premier moteur de l'emploi [4].

Ainsi le nouveau contexte économique favorise la constitution de petites entreprises mobiles, adaptables et organisées en réseaux ainsi que la filialisation de certaines activités pour encourager le développement de nouveaux produits et services.



Selon l'APCE (*), seul ment un ingénieur sur 16 créera une entreprise au cours de sa carrière, une valeur très en deçà de ce qui est observé à l'étranger, et 1 à 2 % des entrepreneurs ont une formation d'ingénieur. Toujours selon l'APCE 24 % des ingénieurs déclarent envisager de créer une entreprise contre 31 % des diplômés des écoles de commerce et 41 % des diplômés des facultés de gestion.

En outre, le taux de « déperdition » entre les personnes ayant un projet précis de création d'entreprise, ceux ayant l'intention de créer dans les dix huit mois et ceux ayant créé est de l'ordre de 85 % ! Un facteur important est la faible proportion de ceux qui vont au bout de leurs idées et non le manque de créativité et d'idées.

Développer l'esprit entrepreneurial des Etudiants Ingénieurs et par voie de conséquence encourager dans une certaine mesure la création d'entreprise à

la sortie de l'Ecole ou en cours de carrière suppose, compte tenu de la vocation de ces formations, une focalisation sur l'innovation et la technologie. Dès lors, se pose aussi la question de la valorisation de la recherche qui constitue aussi une voie privilégiée pour la création d'entreprises innovantes créatrices de valeurs.

En juillet 1999, et à l'initiative du Ministère de l'Education Nationale, de la recherche et de la Technologie, a été promulguée une loi sur l'Innovation et la Recherche** Celle-ci favorise, par un ensemble de dispositions, le transfert de technologies de la recherche publique vers l'économie et la création d'entreprises innovantes.

Cette loi se présente en 4 volets :

- La mobilité des hommes et des femmes de la recherche vers l'entreprise
- Les collaborations entre la recherche publique et les entreprises
- Le cadre fiscal pour les entreprises innovantes
- le cadre juridique pour les entreprises innovantes

Il faut toutefois signaler que la mise en oeuvre d'une telle loi reste un projet de longue haleine en raison de la très forte culture qui règne dans la recherche publique et de la « réticence » naturelle et compréhensible à laisser partir dans le domaine privé les résultats de recherches publiques.

V. LA FORMATION EN ENTREPRENEURIAT EN ECOLE D'INGENIEURS : QUELS OBJECTIFS ?

Il est clair que former à l'Entrepreneuriat n'est pas la vocation d'une Ecole d'Ingénieurs. L'expérience montre toutefois qu'une très grande majorité de jeunes créateurs (et moins jeunes) regrettent de n'avoir jamais été sensibilisés et formés à l'esprit et aux techniques d'entreprises, voire avoir pu bénéficier d'un soutien lors du processus de création. Si les ingénieurs sont rares à créer à la sortie de l'Ecole, il n'en demeure pas moins que le potentiel existe et que ces quelques étudiants par promotion ont besoin de formation et d'accompagnement.

Citons en exemple le cas de l'entreprise CRYOLOG***, créée par un jeune Centralien de Lyon et qui a pu bénéficier d'une formation en 3^e année à l'Ecole Centrale de Paris (filiale

* Agence Pour la Création d'Entreprise. Voir son très bon site : www.apce.fr

** Loi n° 99-587 du 12 juillet 1999 parue au Journal Officiel du 13 juillet 1999

*** Voir son site : www.cryolog.com

Entrepreneuriat) ainsi que de l'incubateur de l'Ecole. De nombreux autres exemples pourraient être cités.

Aujourd'hui, de nombreuses Ecoles d'Ingénieurs et de Commerce ont créé une option, filière, Mastère Spécialisé, ... en Entrepreneuriat.

Citons :

- Les Mastères Spécialisés « HEC Entrepreneur », « EMLyon Entrepreneur », Ecoles des Mines,
- Les filière « Entrepreneuriat » des Ecoles Centrales de Paris et de Lille, de l'INSA et à l'étranger :
- Le MBA de Cranfield (GB)
- Le « MIT Entrepreneurship Center », ...

Mais que faut-il comprendre par « Former à l'Entrepreneuriat » et quels en sont les objectifs ?

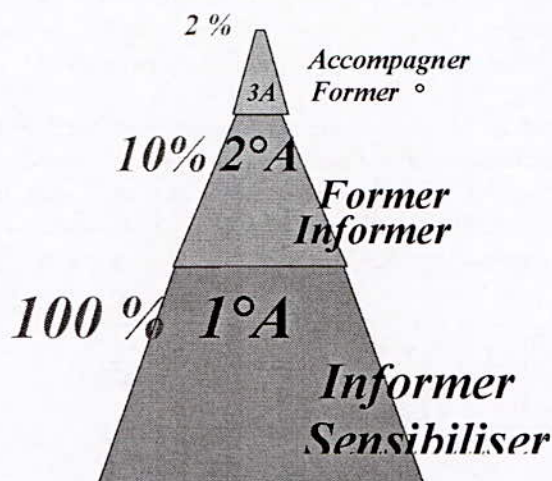
Une réponse nous est proposée par la « DG Entreprises »* [6]

- un concept élargi de l'enseignement des attitudes et compétences entrepreneuriales, qui englobe le développement des certaines qualités personnelles et qui n'est pas directement axé sur la création de nouvelles entreprises ;
- un concept plus spécifique de formation à la création d'entreprise.

Pour l'école Centrale de Lyon l question s'est posée ainsi : où placer le curseur ?

- Sensibilisation
- Information ?
- Formation ? ou
- Accompagnement ?

Notre réponse a été : nous voulons développer l'esprit entrepreneurial de l'ensemble de nos étudiants et « repérer » et aider les porteurs d'idées et de projets dans une démarche de création à court ou moyen terme. Le schéma ci-contre montre la démarche d'ensemble et fait ressortir la nécessité d'un ensemble coordonné et cohérent.



V. L'EXEMPLE DE L'ECOLE CENTRALE DE LYON

A partir de 2 002 et en collaboration avec l'Association Vouloir Entreprendre (AVE**), la direction de l'école et la direction des études ont inscrit l'entrepreneuriat comme un axe nouveau à développer dans le dispositif d'enseignement de l'Ecole. C'est ainsi que depuis le premier semestre 2 003 est mis progressivement en place un programme d'actions de sensibilisation et de développement de l'esprit entrepreneurial. Ce dispositif vient en cohérence et en complémentarité de ceux déjà existants, comme par exemple l'apprentissage par projets.

Ainsi les objectifs associés au dispositif que nous mettons en place se résument comme suit [5] :

- Promouvoir le développement des qualités personnelles telles que la créativité, l'initiative, la maîtrise des risques, la responsabilité,
- Sensibiliser à l'activité indépendante ou en PME/PMI (innovantes) qui peuvent être vues comme une option (voire une opportunité) de carrière,
- Développer chez l'élève des compétences techniques et managériales nécessaires pour démarrer une entreprise ou une nouvelle activité ou encore développer un nouveau produit.

Cette vision a orienté nos actions en 2 003 et 2 004. Rappelons que l'esprit d'entreprendre et la création d'entreprise sont le fil conducteur de notre démarche qui tient par ailleurs compte des actions

*De la Commission Européenne

** Structure mise en place par la région Rhône Alpes et chargée de développer la sensibilisation à l'entrepreneuriat dans les grandes écoles et universités de la région.

déjà existantes dans l'école et qui procèdent d'un même objectif : préparer les élèves à *la prise d'initiative et à l'autonomie* en entreprise. On citera à titre d'exemple l'apprentissage par projets et les stages (1^o et 2^o année ainsi que les Projets de Fin d'Etude qui peuvent se faire en milieu de création : Start-Up,)

Les actions suivantes ont été mises en œuvre :

V.1. Sensibilisation

Conférences/Témoignages : sur les thèmes de la création, l'innovation technologique et la recherche d'idées.

Une conférence « Phare » pour les élèves de première année a été instituée et rencontre visiblement un grand succès. Son but est d'« interpellier » les élèves dès leur rentrée à l'Ecole sur le métier d'entrepreneur et l'intérêt de travailler dans des petites structures et les informer les dispositifs mis en place pour les aider à définir et construire un parcours d'entrepreneur.

Deux conférences sont organisées à l'intention des doctorants sur les thèmes de la propriété intellectuelle et des incubateurs. Sont été invités des chercheurs/créateurs pour témoigner et faire part de leur expérience ainsi que des représentants de l'INPI* et de CREALYS (incubateur de la ville de Lyon dédié aux projets de création adossés à des laboratoires de recherche). Ces conférences ont fait ressortir le besoin d'orientation, voire d'accompagnement, de certains doctorants pour les préparer à leur insertion dans la vie professionnelle voire dans une démarche de création. On estime à 85% la part des docteurs qui n'intègrent pas un laboratoire de recherche public !

Projets en partenariat avec EM Lyon : Chaque année (depuis 3 ans) nous mettons en relation quelques groupes de Projets d'Etude de 1^o et 2^o année dont l'action porte sur le développement d'un nouveau produit avec des groupes de projets de création d'entreprise (fictive) de l'EM Lyon. L'objectif est d'amener ces groupes d'Elèves Centraliens, dont le projet a démarré en 1^o année et dont l'étude de conception est achevée, à engager une réflexion et une étude sur les aspects marché, économie et finances. Le bilan annuel fait ressortir une grande satisfaction tant des élèves de l'EM Lyon que de l'ECL, en raison notamment des

rapprochements de cultures, de raisonnement, et d'approches.

Campus Création : Un concours, piloté par l'AVE et auquel participent les grandes écoles universités de la Communauté Urbaine de Lyon, est ouvert chaque sur un thème lié à l'innovation ou au développement d'un pôle Technologique et Scientifique.

Stages 2^oA : nous encourageons les élèves à effectuer leur stage de 2^o année dans des petites structures de type « Start-Up » ou dans des sociétés de conseil et études en développement de nouveaux produits. Une aide et une information spécifique est fournie à cette occasion.

V.2. Formation

Modules d'enseignement : Nous avons introduit en février 2004 un module de 12 heures intitulé « Le parcours du Créateur ». Ce module est offert à 24 élèves de 2^o année auxquels se joignent quelques doctorants. Il passera en 2006 à 20h. Un module sur les brevets (et plus largement la propriété intellectuelle) est introduit cette année en lien avec l'INPI.

Jeu MIMÉ : Il s'agit d'une initiation à la gestion et au développement d'entreprise. Ce jeu présente l'avantage de ne pas être informatisé et donc d'être très interactif, avec une introduction progressive des concepts du management. Les élèves sont amenés à négocier les ressources qu'ils doivent mobiliser pour le développement de leur entreprise (auprès du banquier, des fournisseurs, des clients, ...).

V.3. Accompagnement

La possibilité est donnée aux étudiants ayant un projet de création d'entreprise de faire leur 3^o année dans une option ou filière « Entrepreneuriat ». Actuellement, ces étudiants sont envoyés à l'Ecole Centrale de Paris ou à l'INSA de Lyon. Une telle option sera ouverte à l'Ecole Centrale de Lyon en septembre 2006.

VI. CONCLUSION

Sensibiliser et former à l'Entrepreneuriat est incontestablement une nécessité dans les institutions de formation supérieure. Ainsi que nous l'avons vu, les enjeux sont importants à l'échelle de toute nation

* Institut National de la Propriété Industrielle

puisqu'ils concernent l'emploi et le positionnement dans l'arène mondiale marquée par la mondialisation, la concurrence et la technologie.

* Institut National de la Propriété Industrielle

Pour les écoles d'ingénieurs, il nous semble que la question essentielle est de trouver une juste place aux enseignements connexes aux SPI et encourager et aider ceux qui pourront contribuer à la création de valeur dans une dynamique entrepreneuriale basée sur la technologie.

Auteur

MARWANE DAOUZLI est Professeur Associé à l'Ecole Centrale de Lyon depuis 1999. Après une formation scientifique en Mathématique et en Informatique et une carrière industrielle en Algérie (SONACOME et Ministère de l'Industrie) puis comme consultant indépendant en France, il intègre l'Ecole Centrale pour créer une option en Production/Logistique. Depuis 2002, en charge de l'enseignement de l'Entrepreneuriat.

Il intervient depuis 1994 en temps que Professeur Associé à l'Ecole de Management de Lyon.

VII. REFERENCES

- [1] COMMISSION EUROPEENNE, (2003), « Livre vert de l'esprit d'Entreprise en Europe »
- [2] J. BERANGER, R. CHABBAL., DAMBRINE F., (1998), « Rapport sur la formation entrepreneuriale des ingénieurs », Rapport à M. le Secrétaire d'Etat à l'industrie
- [3] O. BASSOT., (2004), « L'Intrapreneuriat », *Economica*
- [4] B. GIRARD, (2001), « Les PME sont-elles responsables du faible contenu en emploi de la croissance ? », *Gérer et Comprendre (Annales des Mines)*, N° 70, pp 15-23
- [5] Publications - DG Entreprises, (2004), « Vers la création d'une culture entrepreneuriale – Promouvoir des attitudes et des compétences entrepreneuriales au travers de l'éducation – Guide de bonnes pratiques », Commission Européenne
- [6] L. CACHOT, I. SERVAIS, G. COPIN, (2001), « L'esprit d'entreprendre, étude définissant les valeurs et aptitudes qui caractérisent l'esprit d'entreprendre », Etude réalisée à la demande de l'Interprofessionnelle Rhône Alpes
- [7] T. VOLERY., (2004), « Entrepreneurship and Enterprise Education in Europe : what must be learnt and what can be taught », *EntreNews*, Issue 2 / 2004, The newsletter of efmd's (*) Entrepreneurship, Innovation and Small Business Network, p.2

Influence des traitements thermiques sur la structure et la dureté de l'acier austénitique de type 304L, soudé par procédé TIG

K.LAZAZI¹, N.OUBABAS¹, Z.SELLIDJ¹, K.ABADLI¹, K.RAHOUMA², M.BOUABDALLAH¹.

¹ Département de Métallurgie, École Nationale Polytechnique d'Alger.

10, avenue de Hassen Badi EL harrach Alger (Algérie).

² Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC),
Chéraga Alger (Algérie).

RESUME

Les aciers inoxydables sont utilisés dans des conditions de fonctionnement particulières pour leur tenue et leur résistance à la corrosion élevées. Les aciers austénitiques de type 304L sont caractérisés par une bonne soudabilité. Cependant ils peuvent être sujets à des problèmes lors du soudage telle que la fissuration à chaud. Les traitements thermiques sont depuis de nombreuses années appliqués dans l'industrie afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des pièces métalliques. Dans le présent travail, nous présentons les résultats de l'étude de l'influence des différents paramètres de traitement thermique sur les propriétés de l'acier type 304L, nous présentons aussi les résultats d'une étude comparative de deux joints soudés d'un acier 304L dont l'un a été traité préalablement à haute température sur l'évolution de la dureté et l'épaisseur de la ZAT (zone affectée thermiquement) pour ce même acier.

Mots clés : acier inoxydable austénitique 304L, soudage TIG, zone affectée thermiquement (ZAT), ferrite (δ).

I. INTRODUCTION

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. L'augmentation sensible de l'utilisation de ces matériaux depuis une quarantaine d'années est liée à un ensemble de propriétés de mise en oeuvre et d'emploi permettant d'obtenir des pièces de forme souvent complexe avec une bonne fiabilité industrielle. Les aciers inoxydables sont très utilisés pour les constructions nécessitant des applications particulières de tenue à la corrosion (aciers inoxydables austénitiques, austéno-ferritiques), et même dans certains cas des caractéristiques mécaniques élevées (aciers inoxydables martensitiques et/ou à durcissement structural). La diversité de ces applications nécessitent l'utilisation de procédés de

soudage très divers tels que les procédés de soudage à l'arc, les procédés de soudage à haute densité d'énergie et même des procédés de brasage [1, 2, 3].

La diversité des aciers inoxydables existants nécessite une bonne connaissance de leur soudabilité métallurgique afin de choisir le procédé de soudage le plus adapté et les conditions de soudage les plus adéquates. Les aciers inoxydables austénitiques sont connus pour leur bonne soudabilité métallurgique. Cependant ils peuvent poser des problèmes de fissurations à chaud, lors du soudage. Un choix adéquat des procédés et des procédures de soudage peut éviter de nombreux problèmes [4].

Dans notre travail, nous étudions l'influence des différents paramètres de traitement thermique : température, temps de maintien, vitesse de refroidissement sur la structure, la taille des grains et la dureté de l'acier 304L (nous essayons d'établir une loi expérimentale régissant l'évolution de la taille des grains austénitiques de l'acier type 304L), ainsi que l'influence d'un traitement thermique préalable de l'acier sur la qualité de la soudure. Notre étude est répartie en trois parties principales :

- Etude de l'influence du temps de maintien à haute température sur la taille des grains et la dureté de l'acier austénitique 304L.
- Etude de l'influence de la température de traitement et de la vitesse de refroidissement sur la dureté et la taille de grain de l'acier 304L.
- Etude comparative de deux joints soudés en acier 304L dont l'un a subi un traitement préalable à haute température.

II. MATERIAU ETUDIE

Le produit de base est un tube sans soudure d'un diamètre de 50.08 mm (2 pouces) et d'une épaisseur de 4mm. Le matériau de départ pour les tubes sans soudure est constitué par des lingots ou bien par des barres rondes laminées ou forgées. A partir de ces ébauches, les tubes

sans soudure, extrudés sont repris en fabrication après un contrôle soigné par mandrinage à froid et étirage à froid pour obtenir ainsi des tubes sans soudure écrouis. De ce fait, entre différentes passes de formage à froid un traitement thermique s'avère nécessaire pour amener l'état écroui à un état adouci apte à la déformation ultérieure. Pour garantir les propriétés mécaniques, technologiques et de résistance à la corrosion, les tubes sans soudure en acier inoxydable sont normalement livrés à l'état recuit décalaminés [5].

Le matériau que nous avons utilisé dans ce travail est un acier inoxydable de nuance Z2CNI8-10 (type **304L** selon la norme AISI). C'est un acier inoxydable austénitique, destiné au soudage avec une teneur en ferrite allant de 10 à 20 % [norme ASTM].

III. METHODES EXPERIMENTALES

III. 1. Traitements thermiques

Les traitements thermiques concernant la première et la troisième partie de l'étude ont été réalisés à l'aide d'une unité de traitement thermique type MANNINGS. Le tube d'une longueur de 30 cm est chauffé par effet joule grâce à des éléments de résistances électriques que l'on a enroulé autour de son corps. Sa température est mesurée par un couple thermoélectrique soudé par étincelage et asservi à un cycle programmé. Après chaque traitement thermique, les spécimens (échantillons et tube à souder) sont nettoyés et décalaminés [5].

III.2. Soudage des tubes

Pour raccorder les tubes (troisième partie de l'étude), les pièces de forme et les appareils accessoires des tuyauteries en acier, on utilise généralement les procédés de soudage à énergie électrothermique. De nombreux procédés de soudage par fusion peuvent être employés dans la mise en oeuvre des aciers inoxydables: soudage à l'arc avec électrode enrobée, sous flux, MIG, TIG, soudage au plasma, soudage par faisceau d'électrons et soudage par faisceau LASER [1, 2, 3, 4].

Les procédés de soudage utilisables devront assurer une bonne protection du bain de fusion. Ce but est facilement atteint avec les procédés de soudage à l'arc électrique: soit sous atmosphère gazeuse neutre ou réductrice, soit sous laitier apporté par une électrode enrobée.

Dans notre cas, nous avons choisi le soudage TIG manuel. Ce dernier a l'avantage de la réalisation de cordons lisses, ayant un bel aspect, exempts de défauts de surface et possédant une bonne compacité. De plus il est conseillé pour le soudage des épaisseurs minces, d'utiliser le procédé TIG. Les propriétés mécaniques et la qualité du joint soudé sont donc excellentes [5].

IV. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

IV. 1. Influence du temps de maintien à 1050 °C

Les nuances austénitiques sont obtenues par refroidissement depuis le domaine γ . Ce traitement est appelé hypertrempe (trempé depuis une température relativement élevée).

La température d'hypertrempe, située entre 950 et 1150°C, doit être suffisante pour assurer la redissolution des carbures ou composés intermétalliques qui ont pu se former. Elle doit être limitée pour éviter un grossissement, souvent préjudiciable, du grain γ [1, 5].

Les durées de maintien doivent être suffisantes pour assurer une bonne homogénéité de température, compte tenu de la faible conductivité thermique de l'austénite [1, 5].

Les vitesses de refroidissement doivent être suffisantes pour éviter la précipitation des carbures de chrome ou de composés définis. En général, des refroidissements à l'air sont suffisants [1, 5].

Nous avons pris différents temps de maintien allant de 15 à 180 minutes, à la température d'hypertrempe 1050 °C, pour pouvoir étudier l'influence du temps de maintien sur la grosseur des grains austénitiques et observer l'évolution de la grosseur du grain (voir figures 1 (a), (b), (c)).

Pour le métal de base et l'échantillon qui a subi un traitement de 15 minutes, la taille des grains a été calculée par un programme MATLAB.

Ce programme donne le nombre de grains sur la micrographie, en procédant de cette manière :

- ♦ éliminer des taches dues à l'attaque chimique.
- ♦ affiner les joints de grain.
- ♦ colorer les différents grains.
- ♦ déterminer le nombre de grains.

La surface de la micrographie étant connue, on peut déduire la surface du grain. Pour calculer la taille d'un grain, on a considéré que ce grain avait une forme sphérique.

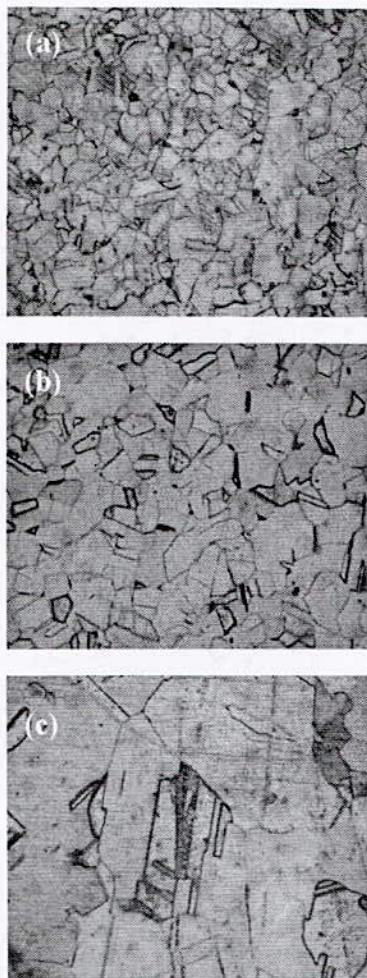


Fig. 1. Structure de la matrice austénitique obtenue en tenue d'un traitement à 1050 °C pendant 15min (b) et 120 min (c) comparée à celle du métal non traité (a) ;

- (a) : solution d'attaque réactif de Lorry, durée d'attaque 100s ;
- (b) : solution d'attaque réactif de Lorry, durée d'attaque 14 min ;
- (c) : solution d'attaque l'eau régale, durée d'attaque 50 s.

On constate que la taille des grains augmente rapidement puis tend à se stabiliser pour des durées de maintien prolongées, donnant ainsi une courbe en S (Fig. 2). Dans le but de prévoir le mode de croissance des grains, on considère que la taille moyenne D obéit à une loi du type [7] :

$$D = K t^x \quad (1)$$

Où K est un coefficient qui dépend de la mobilité des atomes à la température de traitement et de l'énergie d'interface, et x est un exposant inférieur à 0.5. Pour pouvoir déterminer les valeurs des deux constantes K et x on a élevé à la puissance $(1/x)$ l'équation (1) pour obtenir :

$$S = D^{1/x} = K^{1/x} t \quad (2)$$

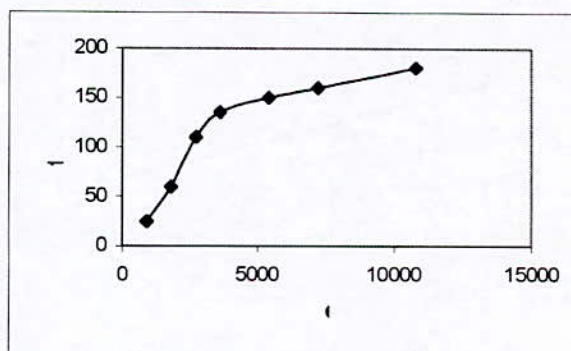


Fig. 2. Evolution de la taille moyenne du grain en fonction du temps de maintien.

D'après l'équation (2) l'allure de la courbe $D = f(t)$ est une droite (Fig. 3), la tangente à la courbe est : $K^{1/x}$. Pour déterminer cette pente, on doit déduire la valeur de x qui tend vers $1/2$ pour un métal très pur et une température relativement élevée [6].

Après plusieurs tests on a pu déduire la valeur de $x = 0,34$ et $K^{1/x} = 412,45$. Donc : $K = 7,75$.

Les deux constantes expérimentales K et x évaluées, on peut prévoir l'allure du graphe pour des temps de maintien plus importants. En conclusion la taille du grain austénitique évolue suivant la relation suivante :

$$S = 20,56 t^{0,4} \quad (3)$$

Cette relation évaluée expérimentalement peut nous donner une idée sur l'évolution de la taille du grain pour des temps de maintien plus important.

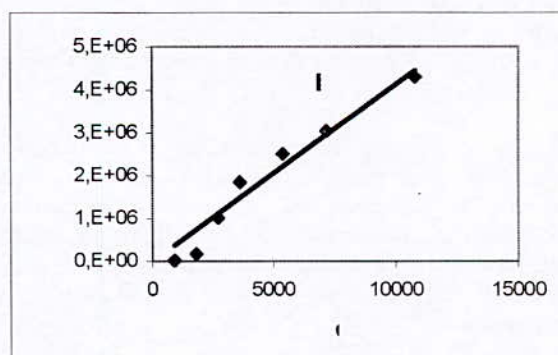


Fig. 3. Application du modèle de la taille de grain.

Les mesures de dureté ont été réalisées sur une surface de l'échantillon préalablement polie, en faisant balayer toute la surface pour donner des résultats plus précis.

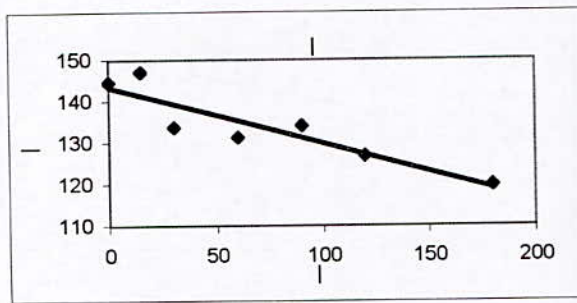


Fig. 4. Evolution de la dureté Vickers en fonction de la durée de maintien.

La variation de la dureté est donc contenue dans une bande relativement mince (147-119,75) HV. On peut dire que la dureté d'après le graphe suit une allure descendante, mais qu'elle est pratiquement constante le long de toutes les durées de maintien. Cette valeur constante de la dureté, correspond à la dureté de l'austénite.

IV. 2. Influence de la température de traitement et de la vitesse de refroidissement

A partir d'un tube de diamètre 50 mm et d'épaisseur de 4 mm, nous avons découpé des éprouvettes de dimensions 30x30x4 mm³ destinées aux traitements thermiques.

Après traitement thermique, nous avons découpé, à l'aide d'une micro-tronçonneuse, à partir de chaque éprouvette un échantillon de dimensions 30x3x4 mm³. Cet échantillon est par la suite observé par microscope optique avant d'être testé par dureté.

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

Le traitement proprement dit consiste en un chauffage continu des éprouvettes jusqu'à la température de consigne définie auparavant. Pour chaque température nous avons enfourné quatre éprouvettes puis nous avons réglé la température voulue et la vitesse de montée. Pour toutes les températures de traitements la vitesse de montée du four est fixée à 400°C/h.

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

- trempe à l'eau (E) ;
- trempe à l'huile (H)
- Trempe à l'air (A)
- Refroidissement dans le four (F).

La taille moyenne des grains a été calculée par analyse d'image à l'aide d'un programme ' MATLAB' pour le

métal non traité et pour les éprouvettes qui ont subi un chauffage continu jusqu'à la température de traitement. les résultats obtenus ont confirmé l'observation micrographique, comme le montre la figure 5 l'acier austénitique 304L conserve la même taille moyenne des grains qui correspond au métal non traité même s'il a subi un chauffage continu jusqu'à des températures de 900°C et de 1000°C, quelque soit la vitesse de refroidissement. Par contre la taille des grains augmente rapidement lorsque l'acier subi un chauffage continu jusqu'à 1100°C et 1200°C .

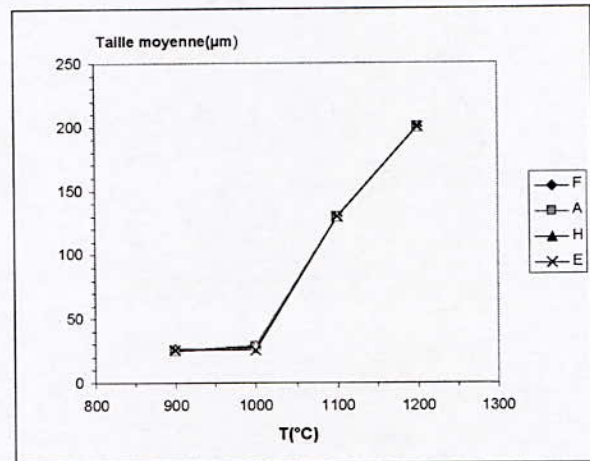


Fig. 5. Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de la température.

Ce grossissement se traduit essentiellement par le mouvement des joints d'interface γ/γ qui ont une énergie d'interface relativement élevée. Sous l'action de la température, ces joints peuvent se déplacer en favorisant le grossissement de certains grains ainsi que la disparition des grains de petites tailles.

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

Les mesures de dureté ont été prises pour une charge de 10 kg F, on peut observer sur le graphe de la figure 6 l'évolution de la dureté suivant les températures de traitement.

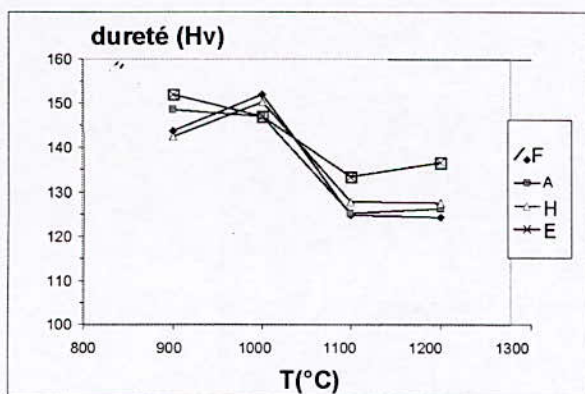


Fig. 6. Evolution de la dureté Vickers en fonction de la température.

A partir de cette courbe nous constatons :

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

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

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

L'analyse par diffraction des rayons X a été réalisée au niveau du CDTA (centre de développement des technologies avancées) à l'aide d'un diffractomètre avec un rayonnement monochromatique de cuivre ($K_{\alpha} = 1.5405 \text{ \AA}$) et un balayage des éprouvettes de 2° à 90° . Le calcul du taux de ferrite a été évalué à partir des deux premiers pics en l'occurrence, le pic (111) de l'austénite et le pic (110) de la ferrite (Fig. 7).

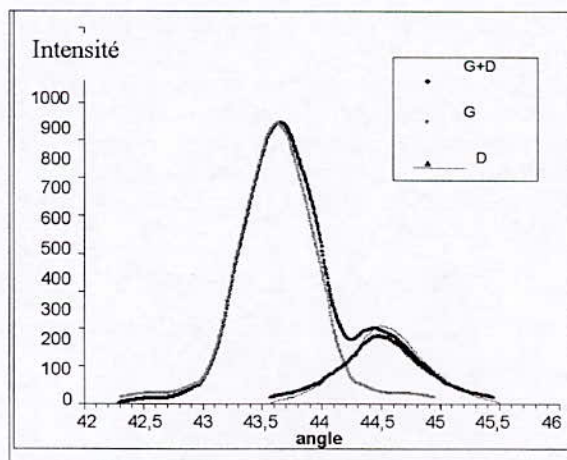


Fig. 7. Séparation des pics γ/δ pour le métal non traité.

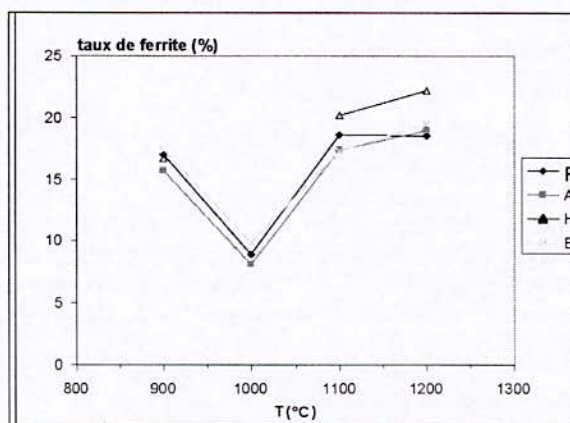


Fig. 8. Evolution du taux de ferrite en fonction de la température.

La figure 8 montre que le taux de ferrite évolue d'une quantité appréciable en fonction de la température maximale de traitement.

- pour un chauffage continu jusqu'à 900°C : il reste proche du taux mesuré pour le métal non traité.
- pour un chauffage continu jusqu'à 1000°C on remarque un abaissement important. Ceci peut s'expliquer par la dissolution partielle de la ferrite delta dans la matrice.
- pour un chauffage continu jusqu'à 1100°C et 1200°C : le taux de ferrite augmente une deuxième fois. Dans le cas de l'acier 304L, la température de 1200°C est proche de la ligne de solubilité qui correspond au domaine biphasé ($\gamma + \delta$). De ce fait, on observe une augmentation considérable du taux de ferrite (Fig. 8).

IV. 3. Etude comparative de joints soudés en acier 304L

Nous avons soudé deux tubes par procédé TIG. Le nombre de passe de soudage effectuées est deux passes. L'un des tubes a subi un traitement préalable. Le traitement appliquée est un traitement d'hypertrempe à une température de 1050 °C avec un maintien de 4h à 1050 °C.

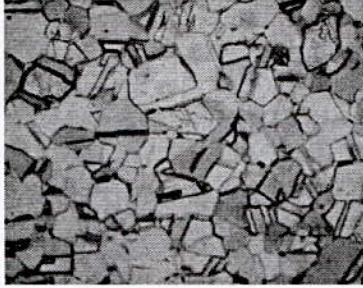


Fig. 9. Micrographie optique de l'échantillon du métal de base G x 200.

L'observation du métal de base avant l'exécution des passes de soudage (Fig. 9) montre une structure austénitique (austénite de forme polygonale). Nous avons remarqué des défauts distribués à travers la structure et orientés différemment. Ces derniers se présentent sous forme de macles qui sont des défauts accompagnant le processus d'élaboration de ces aciers

IV. 3. 1. Cas du tube non traité

La zone affectée thermiquement ZAT est constituée de deux zones plus ou moins étroites : [8, 9, 10]

- Zone de surchauffe qui est la partie de la Z.A.T voisine du métal fondu, les températures atteintes (dépassent 1000 °C) sont telles que les grains vont pouvoir grossir et atteindre parfois des dimensions importantes. Dans cette partie le métal a subi plus ou moins partiellement une transformation austénite → ferrite. La rapidité de refroidissement peut faire que subsiste dans cette zone une certaine proportion de ferrite (la quantité de ferrite restant néanmoins toujours faible) (Fig. 10).
- Zone d'hypertrempe qui suit la précédente et dont la température atteinte au cours du cycle se situe entre 1100 °C et 850 °C environ. Dans cette zone, le métal a subi un nouveau traitement d'hypertrempe et subsiste donc dans un état austénitique comparable à celui du métal de base.

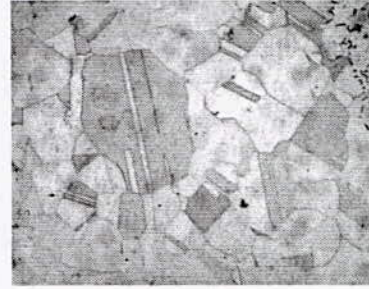


Fig. 10. Structure de la (ZAT) zone de surchauffe G x 200.

La structure de la zone fondue (ZF) est très fine par rapport à la structure du métal de base. Elle a un aspect brut de solidification. La différence entre la première passe et la deuxième passe est apparente, la deuxième passe a une structure dendritique plus grossière que la première passe.

La deuxième passe a une structure dendritique orientée, tandis que dans la première passe les dendrites n'ont pas une orientation privilégiée. Les figures 11.1, 11.2 et 11.3 représentent les micrographies optiques de la première passe, la deuxième passe et de la zone intermédiaire entre les deux passes. Le phénomène de croissance par épitaxie de la deuxième passe sur la première est nettement marqué [11].



Fig. 11. 1. Structure de la première passe G x 200.

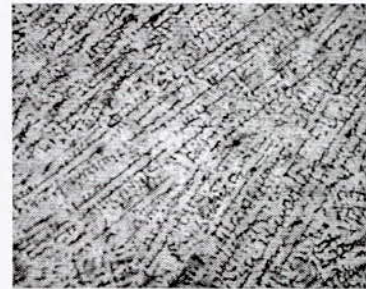


Fig. 11. 2. Structure de la deuxième passe G x 200.

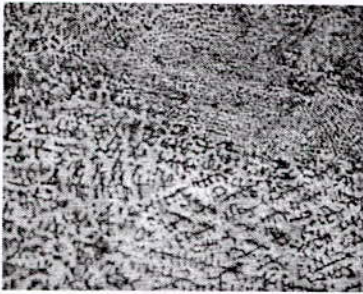


Fig. 11. 3. Zone intermédiaire entre les deux passes
G \times 200.

VI. 3. 2. Cas du tube traité

Les mêmes remarques qui ont été constatées pour le tube traité sont valables pour le tube non traité. La différence est que la taille des grains dans le tube traité est supérieure à celle du tube non traité, la densité des dendrites dans le tube traité est plus élevée, la structure dendritique du tube non traité est plus fine. Nous présentons ci-dessous les micrographies optiques et électroniques du tube traité.

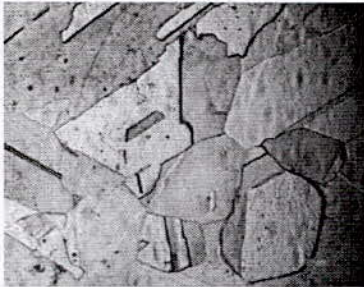


Fig. 12. Structure du métal de base G \times 200.

La figure 12 montre une structure grossière du métal de base malgré qu'il n'a pas été affecté par la chaleur de soudage. Le grossissement des grains est dû au traitement préalable.

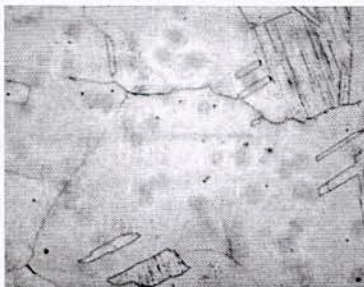


Fig. 13. Zone affectée thermiquement G \times 200.

La figure 13 montre la structure de la ZAT plus grossière que celle du métal de base.

Les figures 14.1, 14.2 et 14.3 représentent les micrographies optiques de la zone fondue : première passe, deuxième passe et zone entre les deux passes.

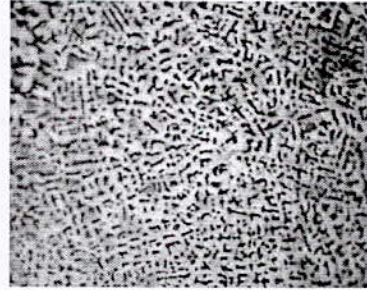


Fig. 14.1. Structure de la première passe G \times 200.

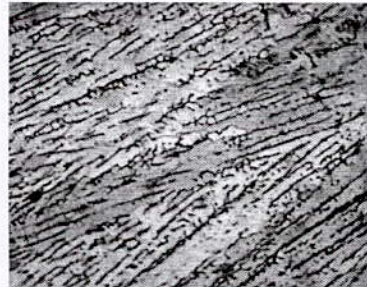


Fig. 14. 2. Structure de la deuxième passe G \times 200.



Fig. 14. 3. Zone intermédiaire entre les deux passes.

Comme dans le cas du tube non traité la première passe est plus fine que la deuxième. Les passes de soudage du tube traité sont plus grossières que celles du tube non traité.

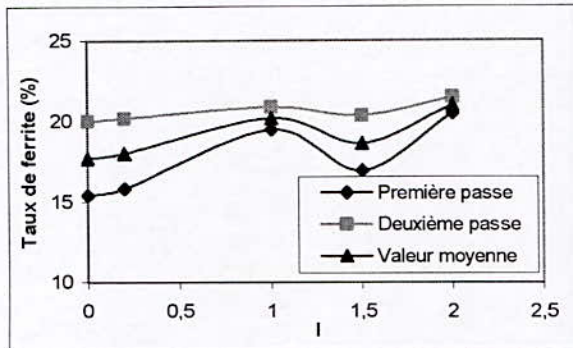


Fig. 15. 1. Variation du taux de ferrite dans la zone fondue du tube traité.

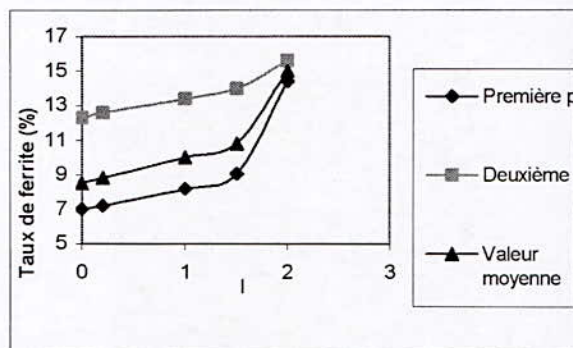


Fig. 15. 2. Variation du taux de ferrite dans la zone fondue du tube non traité.

Le taux de ferrite dans les deux cas diminue à partir de la zone de liaison vers le cœur de la passe. La moyenne du taux de ferrite dans la zone du tube non traité est de 12% environ, celle du tube traité est un peu plus supérieure. Cette valeur dans les deux cas est acceptable car elle est située entre les deux limites 5% et 15%, domaine conseillé dans le soudage de ces aciers.

On remarque dans les deux cas que le taux de ferrite dans la deuxième passe est plus élevé. La première passe a pu subir un traitement par la deuxième passe qui a favorisé la transformation $\gamma \rightarrow \delta$. La variation de ferrite demeure faible dans les deux cas.

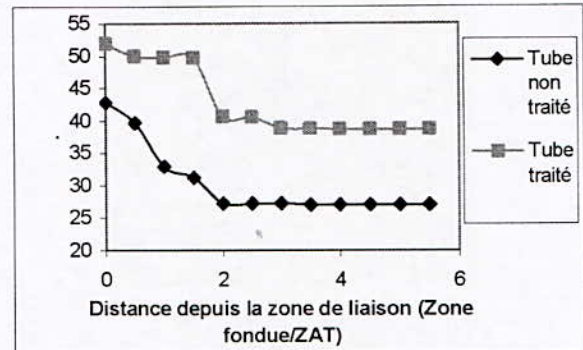


Fig. 16. Evolution de la taille des grains dans les joints soudés des deux tubes traité et non traité.

Nous avons calculé le diamètre moyen du grain depuis la zone de liaison vers le métal de base pour chaque tube par la méthode de **JEFFERIES (techniques planimétrique)**.

La taille des grains (Fig. 16) du tube traité est largement supérieure à celle du tube non traité, quelque soit la distance par rapport à l'axe de cordon de soudure.

Dans les deux cas On remarque que :

- la taille des grains diminue de la zone de liaison vers le métal de base ;
- La taille des grains varie dans une zone étroite.
- La taille des grains devient pratiquement constante à partir d'une certaine distance (2 mm pour le non traité et 2 mm environ pour le traité).

Cette variation de la taille des grains est due au phénomène de surchauffe ou grossissement des grains dans la ZAT, qui provient de l'élévation de la température au cours du soudage. On remarque que la zone de variation de la taille des grains est plus élevée dans le cas du tube traité que dans le cas du tube non traité. Elle est à peu près de 2 mm dans le cas du tube non traité. La taille des grains devient constante lorsqu' on s'approche du métal de base. Ces résultats sont conformes à l'observation micrographique.

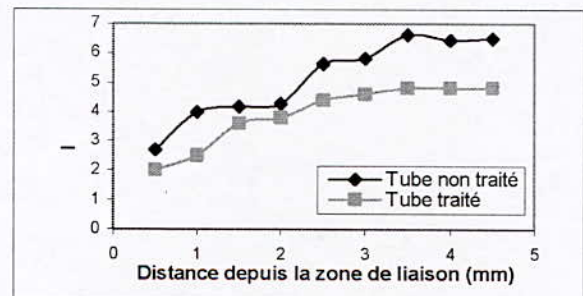


Fig. 17. Evolution de la densité des joints de grains dans les joints soudés des deux tubes traité et non traité.

Nous avons calculé la densité des joints de grains depuis la zone de liaison vers le métal de base pour chaque tube par analyse d'image à l'aide d'un programme MATLAB (Fig. 17).

Sachant que la taille des grains et la densité des joints de grains sont inversement proportionnelles, on remarque que les résultats obtenus par analyse d'image confirment ceux obtenus par la méthode de mesure conventionnelle et ceux de l'observation micrographique.

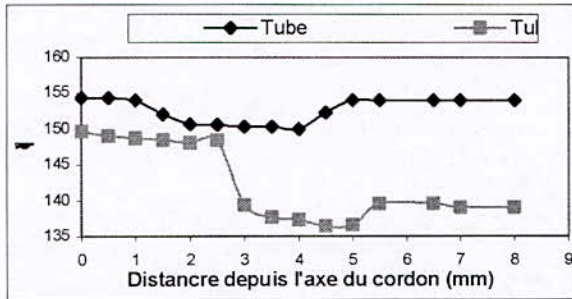


Fig. 18. Profil de dureté dans le tube non traité et dans le tube traité.

En analysant les deux courbes du profil de dureté des deux tubes (Fig. 18), on peut remarquer une diminution de la dureté en allant de la zone fondue jusqu'au métal de base. Ceci est confirmé par la théorie qui nous renseigne que la dureté décroît en fonction de la température maximale atteinte (l'évolution de la taille des grains). De plus on remarque bien que les valeurs maximales de dureté sont localisées dans l'interzone Z.F/Z.A.T, d'où la fragilité de cette zone de liaison.

La dureté se stabilise à partir d'une distance de 2 mm environs dans le cas du tube traité et de 3 mm environ dans le cas du tube non traité. Cette stabilité est due à l'état non affecté (structure à grains fins relativement à la ZAT) qui correspond au métal de base.

La diminution de la valeur de dureté du milieu de la passe vers la zone de liaison est due à la diminution du taux de ferrite. L'augmentation de la dureté de la zone de liaison vers le métal de base est due à la diminution de la taille des grains.

Les résultats de la mesure de dureté confirment l'observation micrographique, les mesures du taux de ferrite et les résultats du profil de la taille des grains.

V. CONCLUSION

Par son influence sur les propriétés mécaniques de l'acier, la taille des grains de l'austénite revêt une importance particulière, elle même étant fonction du traitement appliqué à l'acier, surtout à haute température.

L'étude présente a permis de déterminer l'aptitude au grossissement du grain de l'acier inoxydable 304L.

L'évolution de la taille du grain en fonction du temps de maintien est plus ou moins rapide suivant les stades de cette évolution. Il n'existe généralement pas d'équations de base, pour traiter théoriquement dans son ensemble l'évolution de la taille du grain en fonction du temps de maintien, les paramètres et les mécanismes étant très nombreux.

Néanmoins, le support de certaines équations est d'une aide appréciable pour prévoir le sens de l'évolution du grain. Tel est le cas de la loi expérimentale ($S = K t^x$).

Nous avons essayé dans cette étude de déterminer l'influence d'un traitement préalable à haute température avec une durée de maintien élevée et par suite l'effet du grossissement des grains sur les caractéristiques des éléments soudés en acier 304L.

Le traitement thermique d'hypertrempe, avec une durée de maintien élevée, conduit principalement à un grossissement des grains austénitiques. Toutefois, la température de traitement étant proche de la température de stabilité de la phase ferritique (δ), ce traitement peut aussi augmenter le taux de ferrite δ dans le métal traité préalablement. L'étude de l'influence du traitement préalable revient donc à étudier l'influence de ces deux facteurs sur les caractéristiques de la soudure. Les résultats obtenus montrent que le traitement préalable avait les effets suivants sur la soudure :

- L'augmentation du taux de ferrite dans les soudures.
 - Augmentation de la taille des grains dans la zone affectée thermiquement.
 - Diminution des valeurs de dureté.
- On peut conclure que le traitement préalable avait sur la soudure :
- Un effet bénéfique ; il diminue le risque de fissuration à chaud en augmentant le taux de ferrite.
 - Des inconvénients ; il élargit la ZAT (zone des soudures) et peut entraîner une fragilisation de la soudure et augmenter le risque de corrosion si le taux de ferrite devient important dans la soudure.

Ces résultats sont importants sur le plan pratique du soudage, mais cette étude doit être suivie par d'autres études. Les perspectives que nous pouvons dégager dans l'avenir sont :

- Développer l'investigation par MEB concernant la saisie des images et la microanalyse chimique pour le profil du Cr et du Ni, éléments importants dans les soudures.
- Maîtriser l'analyse d'image pour la caractérisation des soudures.

- Utiliser la diffraction des rayons X pour la mesure du taux de ferrite dans la zone fondue.
- Utiliser un nanoduromètre pour mesurer la dureté des phases dans la zone fondue, les dendrites de solidification étant très fines par rapport à l'empreinte du duromètre.
- Compléter l'étude par une étude économique du traitement des tubes par rapport aux résultats attendus.

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. COLOMBIE et coll. « Matériaux métalliques ». DUNOD. Paris 2000.
- [2] P. LEFEVRE, M. POUPARD, L. PRIMOT, Y. VEDEVILLE et A. VIEU. « Choix et mise en œuvre des aciers inoxydables dans les industries agroalimentaires et connexes ». 2^{ème} édition. CETIM. Paris. 1996.
- [3] P. LACOMBE, G. BERANGER. « Conséquences sur les traitements thermiques », dans les aciers inoxydables, P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER, Editions de physique, les Ulis, 1990.
- [4] J. BARRALIS, G. MADER. « Précis de métallurgie », élaboration, structures-propriétés et normalisation. NATHAN. 5^{ème} édition. Paris. 1990.
- [5] GUY DAVID. « Les aciers inoxydables » : propriétés, mise en œuvre, emploi et norme, techniques et documentation. Paris. 1990.
- [6] Technique de l'ingénieur. Aciers inoxydables M320.3-2.
- [7] Ph. MAYNIER, P. F. MARTIN, P. BASTEIN. « Etablissement d'une équivalence entre le temps et la température d'austéitisation ». pp 997-1112.
- [8] H. GRANJON. « Bases métallurgiques de soudage ». 2^{ème} édition. Publication du soudage et de ses applications. Paris. 1995.
- [9] ATS-OTUA. « Conseil pour le soudage des aciers inoxydables ». Paris. 2000.
- [10] G. BERANGER, G. HENRY, G. LABBE, P. SOULIGNAC. « Les aciers spéciaux ». LAVOISIER. Paris. 1996.
- [11] O.GRONG. « Metallurgical modelling of welding ». London. 1997.

INTRINSIC STACKING FAULTS OBSERVED BY HRTEM IN Ni(γ)-Ni₃Ta(δ) EUTECTIC ALLOY

K. TAÏBI¹, Y. SI-KADDOUR¹ ET R. BONNET²

¹Département de Science des Matériaux LSGM/FGMGP, USTHB, BP 32, El-Alia, Bab Ezzouar, Algérie.

²Institut National Polytechnique (LTPCM/CNRS/UJF), Domaine Universitaire, BP 75, 38402-Saint Martin d'Hères, France.

ABSTRACT

High resolution transmission electron microscopy (HRTEM) has been widely and effectively used for analysing crystal structure and lattice imperfection in various kinds of high temperature materials on an atomic scale. In the present investigation, the fine structure of precipitates in the γ (FCC) matrix of directionally solidified Ni(γ)-Ni₃Ta(δ) eutectic is observed by HRTEM after plastic deformation by compression (10%) at 900°C. Their geometry is lenticular with Ni₃Ta (β) tetragonal structure (Do₂₂), and the heterointerface is coherent. Residual intrinsic stacking faults are observed, sometime intersecting themselves inside a precipitate. Their plan is {112} β with rigid body translation $1/6 \langle 421 \rangle \beta$.

Keywords: Ni (γ)-Ni₃Ta(δ) eutectic alloy ; plastic deformation ; intermetallics ; HRTEM ; intrinsic stacking fault.

I. INTRODUCTION

Nickel based intermetallics Ni₃X (where Nb, Ti, Al, V, Ta, Si and Sn as X are considered) have their own attractive properties as high temperature structural materials. They have been used as reinforcing components for superalloys. For example, Ni₃Ta called (δ) phase, plays an important role in strengthening some Ni- and Fe- based superalloys.[1-5]

Van Vucht JHN [7] and Sinha A.H [8] has reported that Ni₃X type intermetallic compounds crystallize in various ordered structure of L1₂, Do₂₂, Do₂₄, Do₁₉ and Do_a type depending on the valence electron density and the ration of atomic radii. Y.UMAKOSHI [6, 11] has reported that if an ant-phase boundary (APB) or a superlattice intrinsic stacking fault (SISF) is periodically introduced on crystallographic planes in a Ni₃X type ordered structure. Both the phase stability of the ordered structure and their deformation behaviour are closely related to the (APB) and (SISF) energies.

Ni(γ)-Ni₃Ta(δ) eutectic alloy has the same composition to some eutectics alloy have been developed for gas turbine

blade and vane application. This alloy is especially designed to obtain a high strength at elevated temperature with a good hot corrosion and oxidation resistance [6-9]. For the microstructure of this binary eutectic, two questions are not yet elucidate. The first is to know if the (FCC) γ matrix will eventually contain a stable precipitated phase [21]. The second is the phase stability with cold work and annealing. It is well known that an important plastic deformation yield a crystalline transformation as reported by B.C Giesen [13].

This study is the continuity of the previous study on Ni-Ni₃Ti (Do₂₄) structures reported by K. Taibi and Co. [18a,b]. The observation by High resolution transmission electron microscopy of Nickel (γ) matrix of the Ni(γ)-Ni₃Ta eutectic alloy after plastic deformation by compression (10%) at 900°C are presented. After biography investigation and in our knowledge, this kind of materials after plastic deformation has not been expected by HRTEM observation and not such observations have been reported.

• Crystallography of Do₂₂, Do_a and Do₂₄ structures

The body centred tetragonal Do₂₂ unit of the β - Ni₃Ta phase as illustrated in Fig1 is similar to γ' -Ni₃Nb as reported by M. Sundararaman and Co [17], it can be regarded as a stacking of two face centred cubic (A1) unit cell one upon the other, with Ta atom occupying the corners and the body center of the resulting tetragonal cell.

The orthorhombic Do_a unit cell associated with δ -Ni₃Ta phase is shown n Fig 1(c). The close packed plane in this structure i the (00) plane. The atomic arrangement show a rectangular arrangement of the minority atoms, identical to that obtained in the close packed (111) phase of Do₂₂ structure.

Ordered phases of the A₃B type can have various crystal lattices, although they all have a common feature, since they involve different stacking sequences of close-packed layers made up of alternate rows of composition AB and AA. They have either threefold or fourfold symmetry,

depending on whether the B atoms are arranged in triangular (T) or rectangular(R).

Van Vutch [7] has reported that, Do_{19} and Do_{24} have close-packed of type (T), stacked in different ways, while

the Do_a and Orthorhombic have (R) types planes. The type of structure obtained can be related to the ratio between and atomic radii of the A and B atoms. For example, R-type structures are more compact than T-type structures when the ratio r_B/r_A increases.

Phases	Structures	Symbol	Type	Space Group	Pearson S.
Ni (γ)	fcc	A1	Cu	Fm3m	cF4
Ni ₃ Al (γ')	Ordered fcc	L12	AuCu ₃	Pm3m	cP4
Ni ₃ Ti (η)	Hexagonal	Do₂₄	Ni ₃ Ti	P6 ₃ /mmc	hP16
Ni ₃ Nb	bct	Do₂₂	Al ₃ Ti	I4/mmm	tI8
Ni ₃ Nb (β)	Orthorhombic	Do_a	Cu ₃ Ti	P mmm	oP8
Ni ₃ Ta (δ)	Orthorhombic	Do_a	Cu ₃ Ti	P mmm	oP8
(β)	Monoclinic		Pt ₃ Ta	P2 ₁ /m	mP48
	bct	Do₂₂	Al ₃ Ti	I4/mmm	tI8
Ni ₈ Ta			NbNi ₈		tI36
Ni ₂ Ta (μ)	bct	C11b	MoSi ₂	I4/mmm	tI6

Table N°1 Crystallographic characteristics of some Ni₃X eutectic intermetallics [3,7,8,19]

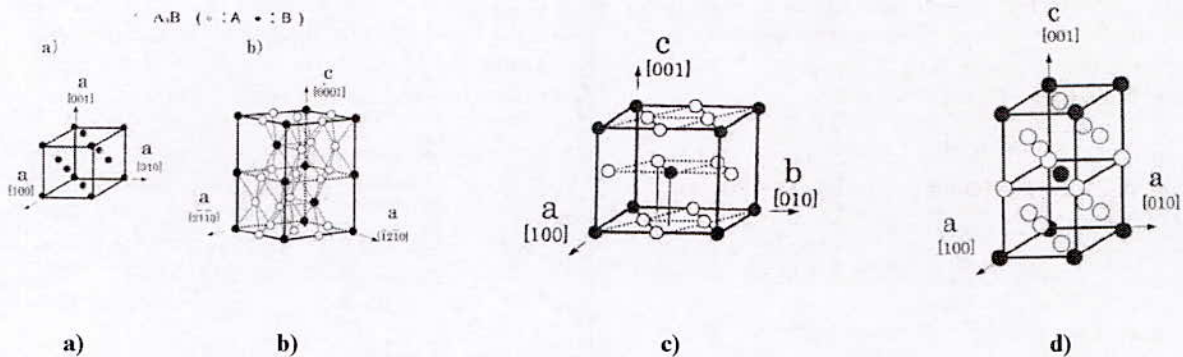


Fig. 1 Crystal structures of
 a) Ni (γ) fcc b) Ni-Ni₃Ta Do₂₄ c) Ni₃Ta (δ) Do_a d) Ni₃Ta (β) Do₂₂

II. EXPERIMENTAL PROCÉDURE

Master ingots of Ni-Ni₃Ta eutectic alloy with a nominal composition of Ni-37.0 wt% Ta were prepared by CZOCHRALKI technique [24] using a high purity Nickel (99.99%) and tantalum (99.98%). Cylindrical bar with 3 mm diameter were obtained by electro-erosion cutting parallel to bar axes. After that bar were plastically deformed by compression (10%) at 900°C. Thins samples were cuted and polished by conventional techniques. Electrolytic etching is obtained in perchloric acid (1/3 vol.) and (2/3 vol.) methanol. Phases nature is determined by conventional transmission electron

microscopy (TEM) and electronic diffraction diagrams corroborate the presence of three different phases:

- a) **Ni (γ)** phase of fcc matrix with lattice parameters $a = 0.35238$ nm [14,19,20]
- b) **Ni₃Ta (δ)** phase with Do_a structure , Pmmm group space and $a = 0.5116$ nm $b=0.4259$ nm and $c = 0.4565$ nm lattices parameter [14,19]
 Lengthen lamellar micrography were observed and it' the same observation is reported by P.Nash and Co [9,10].

- c) Ni_3Ta (β) precipitated phase (quadratic) with Do_{22} structure, $I4/mmm$ group space and ($a = 0.362$ nm and $c = 0.745$ nm) lattices parameters [14,19]. Lenticular

precipitates with submicron dimension in Nickel matrix were observed by transmission electron microscopy Fig 4.

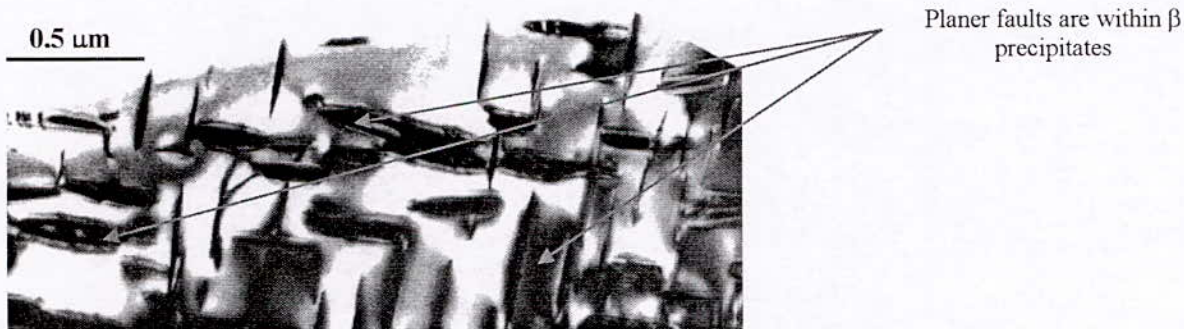


Fig. 2. Bright field transmission electron microscopy of lenticular precipitate in Nickel γ fcc matrix. Stacking faults are within β precipitates.

For atomic structures simulation, we have used two software EMS [22] and HRPACK [23]. METHR experimental precipitates pictures were obtained by 4000EX JEOL Microscope

(Tension = 400 kV; $C_s = 1.1$ nm, beam open semi-angle = 1 mrad and stability defocalisation = 9 nm). Debye-Waller factors were the same as used by R.Bonnet [22,23] ; (e.g. 0.004 and 0.005 nm^2 for Nickel and tantalum (or Titanium or Niobium). In the experimental conditions (defocalisation = -70 nm, thickness = 6 nm), the σ^* mic column show a white spot on the pictures, this is defined by simulation used in multislices calculus as reported by P. Stadelmann [21].

III. RESULTS AND DISCUSSION

III.1 Intrinsic fault in $\beta\text{-Ni}_3\text{Ta}$

The observation made in this work on the precipitation of intermetallics phases in Ni- Ni_3Ta eutectic alloy is presented in Fig 2. We can observe a fine lenticular precipitates of $\beta\text{-Ni}_3\text{Ta}$ in γ Nickel matrix, under various general orientation. Many large

β precipitates appeared to have faults within them; these faults could be identified as stacking faults. The effects of alloying elements on promoting or inhibiting the precipitation of different Ni_3X type phase in Nickel based alloy can be qualitatively rationalised on the basis of the free electron concentration model and the S + P electron concentration model [17]. Planar stacking faults observed in large β particle are due to the plastic deformation by compression.

The only crystalline faults that can be observed in $\beta\text{-Ni}_3\text{Ta}$ phase are stacking faults; one or two faults can cross precipitates. Fig 3 is the high resolution electron microscopy picture, it how that the interface precipitates/matrix is often formed by big planes facets and parallel $\{001\}$ planes, is coherent. This interface keeps the continuity of atomic columns. The two phase orientations have been deduced from numerical simulation of atomic columns $(001)_{\text{Ni}} // (001)_{\beta}$ facet ; $[110]_{\text{Ni}} // [110]_{\beta}$.

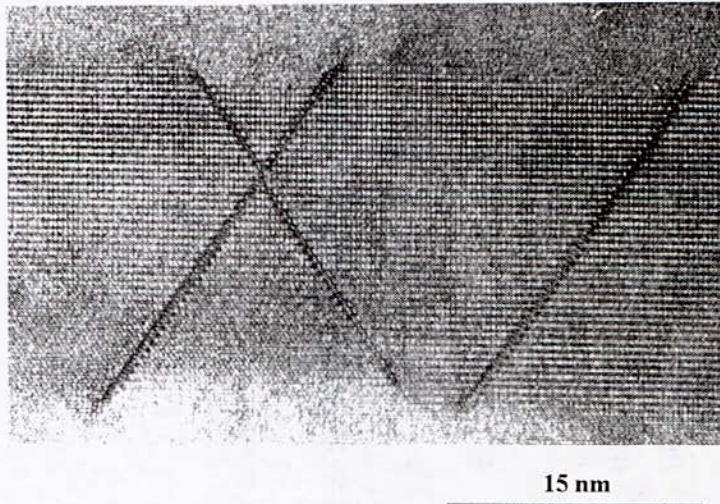


Fig. 3. HREM picture of β -Ni₃Ta precipitates observed according $\langle 110 \rangle_{Ni}$. The three stacking faults are intrinsic.

On Fig. 3, the nature of the right fault can correspond either to an intrinsic fault, either to an extrinsic fault generated by two consecutive rigid translations. Fig 4, represent a picture enlarged of this fault.

The simulation leads to the following results:

It's about an intrinsic fault generated by a rigid translation $t = 1/6[421]_{\beta}$ on the cutting planes $(112)_{\beta}$. Let's underline that this last plan is in continuity with a compact plan $\{111\}_{Ni}$ of the fcc matrix. On Fig. 6 applied atomic position (white spot) compared to the calculated one

(Inserted picture) indicate the atomic structure of the stacking fault, also shown in Fig 5 along The horizontal line defined by the signs +.

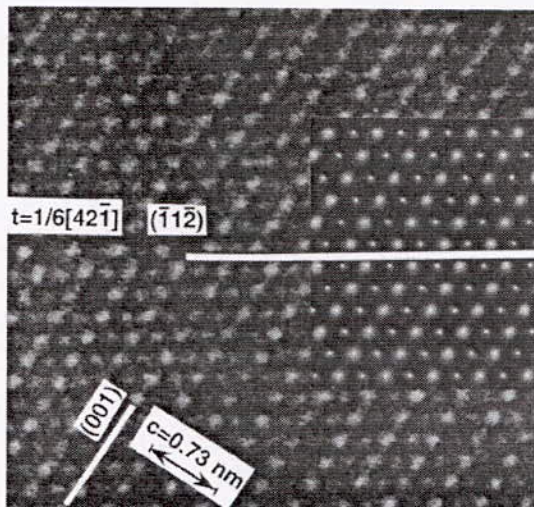


Fig. 4. HREM picture of intrinsic stacking fault in quadratic β -Ni₃Ta lenticular precipitates. Inserted picture is indicated by horizontal white line.

III.1 Intrinsic fault intersection in β -Ni₃Ta

The second defect, that it is about interpreting, is the crossing in X form of two faults showed in Fig 3. It's necessary to determine the nature of every fault first to all to deduce the displacement of it rigid t bound to each of them. The simulation indicates that these are all two intrinsic stacking faults.

The question is to know if residual dislocations exist in the intersection of the two stacking faults. The observation of the picture suggests to adopt the hypothesis that the elastic deformation are absent of the intersection zone of the two faults. It's about confirming or not this hypothesis. The construction of the atom box in order to make simulation of the picture of the intersection one has been made in two stages.

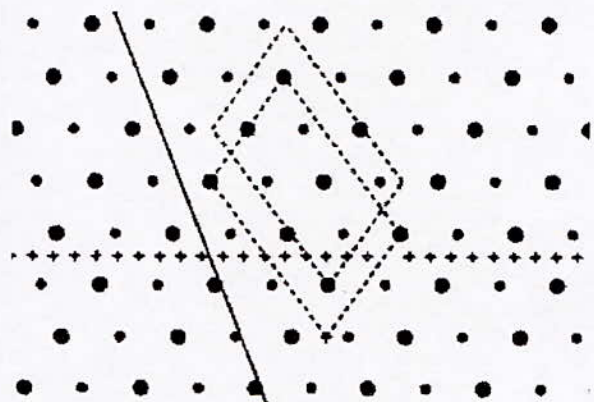


Fig. 5. Theoretical representation of the plan of intrinsic fault sign +. The oblique black line can be the place of another plan of intrinsic fault

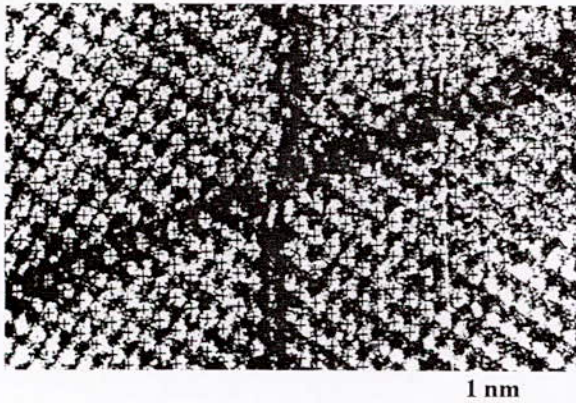


Fig. 6. Comparison between HRTEM picture of X intersection of the intrinsic stacking faults showed in Fig 5 and the theoretical calculus.

The first stage permitted to deduct the atomic positions following the application of a first vector t along a first plan $\{112\}$. This plan is symbolised by signs + in Fig 5. For the second stage, a second t displacement has been applied along the second plan (oblique black line Fig 5). The oblique black line can be the place of another plan of stacking fault; crystal lattices with dashed point are the crystal plans patterns. Fig 6, is the comparison between HRTEM picture of X intersection of intrinsic stacking faults and the theoretical calculus, it permit to conclude, within sight of this comparison between the applied positions and

calculated positions of the atomic columns, that the agreement is remarkably satisfactory.

IV. CONCLUSION

These observation how therefore that the faced centred cubic matrix of the $Ni(\gamma)-Ni_3Ta(\delta)$ deformed by compression (10%) at $900^\circ C$ contain a quadratic lenticular precipitates $\beta-Ni_3Ta$ with submicronique size.

We showed, for the first time to our knowledge, that the precipitates are perfectly coherent with the matrix along big planes facets. $[001]_{Ni} / [001]_{\beta}$, and that they are their crystallographical axes $[110]_{Ni}$ and $[001]_{\beta}$ are parallel. These precipitate have therefore a steady structure in spite of the strong imposed plastic deformation. These precipitate are sheared along $\{111\}_{Ni}$ plan in continuity with the dense planes $\{112\}$ of the precipitates.

The transfer of the slip operates as there letting some intrinsic stacking fault with rigid displacement vector t of the type $1/6[421]_{\beta}$. These faults can be cut by partial dislocation without letting residual elastic deformation. These precipitates are not therefore with difficulty hardening agents surmountable and don't constrain the ductility of the eutectic alloy.

V. REFERENCES

- [1] C. T. Sins, W. C. Hagel (eds), *Superalloys II - High Temperature Materials For Aerospace And Industrial Power*, Wiley, New York, 1987.
- [2] R. D. Kissinger, D.J. Deye, D.L. Anton, A.D. Cetel, M.V. Nathal, T.M. Pollok, D.A. Woodford (eds), *Superalloys, 1996*, The Minerals, Metals And Materials Society, Warrendale, Pa, 1996.
- [3] M. Durrand-Charre, *the microstructure of Superalloys*, Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997.
- [4] M. F. Ashby, D. R. H Jones, *Engineering Materials 1, 2nd edition*, Butterworth-heinemann, Oxford, 1996.
- [5] M. Durrand-Charre, *Optimisation De La Microstructure Des Superalliages Pour Aubes De Turbines Monocristallines, colloque superalliages monocristallins, Toulouse (Midi-Pyrénées) ed. LPTCM/ENSEEG, INP Grenoble 22-24 Mars 1995.*
- [6] Y. Umakoshi, K. Hagihara, T. Nakano, *intermetallics* 9, 2001, pp. 955-961.
- [7] Van Vutch J.H.J. *Less-Common. Met.*, vol. 11, 1966, p. 308.
- [8] Sinha A. K, *Trans. Metall. Soc. AIME*, 1969, pp. 245:911.
- [9] P. Nash et D. R. F West, *Met. Sc.* Vol. 13, 1979, pp. 670-676.
- [10] P. Nash et D. R. F West, *Met. Sc.* Vol. 17, 1983, pp. 99-100.
- [11] K. Hagihara, T. Nakano, Y. Umakoshi, *Acta Materialia*, Vol. 51, 2003, pp. 2623-2637.
- [12] J. M. Larson, R. Taggart et D. H. Blonis, *Met. Trans.*, Vol. 1, 1970, pp. 485-489.
- [13] B. C. Giessen et N. J. Grant, *Acta Metall*, Vol. 15, 1967, pp. 871-877.
- [14] Y. Hayashi, P. Delavignette and S. Amelinckx, *Phy. Stat. Sol.*, Vol. 42, 1970, pp. 637-644.
- [15] Y. Nunomura, Y. Kaneno, H. Tsuda, T. Takasugi, *intermetallics*, vol. 12, 2004, pp. 389-399.
- [16] K. Tomihisa, Y. Kaneno, T. Takasugi, *intermetallics*, Vol. 12, 2004, pp. 317-325.
- [17] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay and S. Banerjee, *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives* (eds), The Minerals,

- Metals And Materials Society*, 1996, pp. 419-440.
- [18] K. Taibi, M. Loubradou, S. Lay et R. Bonnet, (a) *Ann. Chim. Sci. Mat.*, Vol. 22, 1997, pp. 189-193, (b) *C.R. Acad. Sci.*, Paris, Vol. 322, serie IIb, 1996, pp. 409-414.
- [19] P. Villars et L.D. Calvert, Pearson's Handbook of crystallography data for intermetallics phases, *American Society for Metals*, Vol. 2, 1985, p. 3.
- [20] B. D. Cullity, Elements of X-Ray diffraction, (*Addison Wesley Pub. Cy, Inc., reading*), 1967, p. 483.
- [21] P. Stadelmann, *ultramicroscopy*, Vol. 21, 1987, pp. 131-146.
- [22] R. Bonnet et M. Loubradou et U. Dahmen, *Phil. Mag. A*, Vol. 88, 2000, pp. 2233-2256.
- [23] R. Bonnet et M. Loubradou, *ultramicroscopy*, Vol 51, 1997, pp. 241-257.
- [24] K. Taibi, *Thèse de Doctorat USTHB/IGM*, Alger 2000.

CARACTERISATION ULTRASONORE D'UN ACIER DE CONSTRUCTION DE TYPE E24 TRAITE THERMIQUEMENT

S.OUALLAM , Z.CHERROUF*

Laboratoire de Métallurgie
Laboratoire de Caractérisation et Instrumentation

Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle
Route de Delly Brahim, BP 64, Cheraga- Alger /Algerie
Tél/fax: (213.21) 36.18.50

RESUME

L'expérience a montré que l'inspection ultrasonore des aciers ou bien des joints soudés peut être optimisée si la phase métallurgique et la taille moyenne du grain sont connus.

Ce travail aborde dans un premier temps l'effet des dimensions du grain sur la propagation de l'onde élastique, à différentes fréquences.

Les résultats expérimentaux sont obtenus à partir d'essais réalisés sur un acier de construction ayant subi une succession de traitements thermiques simulant une séquence de soudage.

Dans notre travail, on s'intéresse à l'effet des phénomènes métallurgiques engendrés par des traitements thermiques sur la vitesse ultrasonore. Deux méthodes ont été utilisées par transmission et par Echo en immersion à quatre fréquences différentes

Pour un même acier ayant subi différents traitements thermiques, trouver une corrélation entre les différentes caractérisations, aussi bien l'ensemble des techniques destructives que celui des procédures non destructives, conduirait à établir une base simple et efficace dans la compréhension des phénomènes de transformations structurales en métallurgie de soudage.

Mots clés : métallurgie de soudage, traitement thermique, ultrasons

I. INTRODUCTION

En soudage, le comportement du matériau lors d'un apport de chaleur engendre des variations structurales complexes et incontrôlables sur une distance variable selon le type du procédé utilisé. Cette zone dite zone affectée thermiquement (ZAT) est le siège de variations physico-chimiques, par conséquent, variations des caractéristiques mécaniques d'où la nécessité de procéder à une simulation par Traitement Thermique (TT) des principales Températures caractéristique de cette zone [1]

Cette simulation nous est très utile pour comprendre les mécanismes métallurgiques dans la ZAT tels que le grossissement, les précipités, la fragilisation, etc.... Car ces phénomènes et leurs conséquences ne peuvent être analysés facilement sur des soudures réelles à cause du fort gradient micro structural.

Pour un même acier ayant subi différents traitements thermiques, trouver une corrélation entre les différentes caractérisations (destructives et non destructives) conduirait à établir une base simple et efficace dans la compréhension des phénomènes de transformations structurales en métallurgie de soudage.

- Une première partie du travail [1] donnait les résultats en matière d'essais destructifs de caractérisation.
- Dans cette deuxième partie, l'objectif est de voir l'influence des transformations métallurgiques induites sur l'onde ultrasonore.

II. LE PRINCIPE DE L'ETUDE

Elle se base sur un ensemble de traitements thermiques usuels (tableau 1) appliqués à un acier de construction à haute limite élastique du type E24, selon la norme NFA35.501, utilisé dans la construction des sphères de stockage gaz à de très fortes épaisseurs qui nécessite des traitements thermiques après soudage.

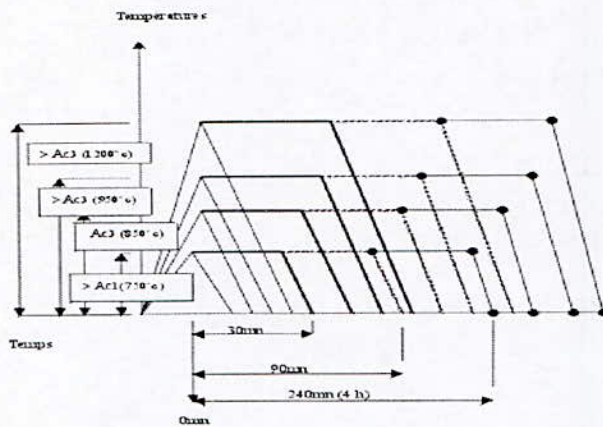


Tableau .1. Paramètres de traitements thermiques utilisés

T° C de T.T	Temps de Maintiens			
	0mn	30mn	1h30	4h
750°C	A	B	C	D
850°C	A1	B1	C1	D1
950°C	A2	B2	C2	D2
1100°C	A3	B3	C3	D3

La composition chimique de l'acier est donnée par le tableau ci dessous :

Els	C	Mn	Si	S	P
%	0.18	1.63	0.16	0.02	0.005

III. CARACTERISATIONS

III.1. Destructive :

Elle a permis de comprendre les transformations de phases (par l'observation métallographique et l'évaluation de l'indice de grain), les propriétés mécaniques de dureté et de ductilité (par la mesure de la dureté et de la résilience) (fig. 2).

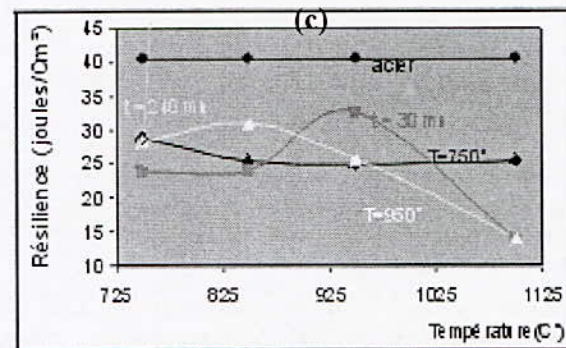
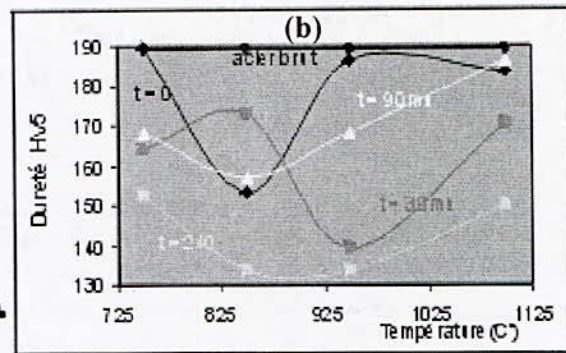
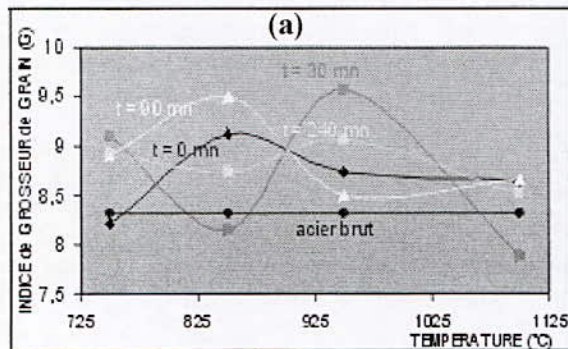


Fig. 2. Figures des différents essais destructifs (indice de grain, dureté, résilience)

- a : Indice de Grain en fonction des T°C des traitements thermiques
- b : dureté HV5 en fonction des T°C des traitements thermiques
- c : Résilience en fonction des T°C des traitements thermiques

L'étude a montré, en particulier, que les courbes présentaient un point singulier à 900°C présentant les meilleures caractéristiques de l'indice de grain, de dureté et de résiliances.

III.2. Non destructive

Les techniques d'investigations non destructives sont de plus en plus présentes dans la caractérisation des matériaux telle que les ultrasons pour la détermination des paramètres des propriétés mécaniques. Ce domaine reste cependant d'actualité et ce, pour la diversité des paramètres rentrant en jeu. En effet plusieurs études se sont intéressées à l'évaluation des contraintes résiduelles en reliant l'effort appliqué dans un matériaux à la variation de la vitesse ultrasonore dans la direction de l'effort [2] d'autres sur l'effet de la dimension du grain sur l'atténuation des ondes ultrasonore [3].

Dans notre travail, on s'intéresse à l'effet des phénomènes métallurgiques engendrés par des traitements thermiques sur la vitesse ultrasonore.

IV. CARACTERISATION ULTRASONORE

Dans le but d'une caractérisation plus générale de l'ensemble des échantillons traités thermiquement, il a été décidé

d'établir une approche physique, où on utilisera quelques techniques ultrasonores, qui permettront éventuellement d'illustrer les transformations qui peuvent naître des différents traitements thermiques effectués.

Les mesures ultrasonores sont effectuées en immersion à des incidences normales et obliques :

- En incidence normale (méthode par écho), sont relevées les vitesses acoustiques des ondes longitudinales dans le matériau ainsi que l'atténuation.
- En incidence oblique (méthode par transmission), sont mesurés les vitesses acoustiques des ondes transversales.

IV.1. Méthode par écho

Cette méthode [4] consiste à utiliser un palpeur focalisé (émetteur-récepteur : 1, 2, 5 et 10 MHz), excité par un signal électrique de courte durée, il émet une impulsion ultrasonore qui se propage dans l'échantillon à une vitesse V_L . Tout volume sondé correspond à un taux de gradient structural entraînant un changement du gradient d'impédance acoustique ($\Delta Z = \rho \Delta V$) une réflexion se produit alors ; ce qui donne naissance à un écho détecté par le palpeur.

Le nombre total d'allers-retours dans la pièce qui est l'épaisseur de l'échantillon représente le signal total recueilli. L'atténuation est liée à son enveloppe et est évaluée par rapport à une distance multiple de la double épaisseur.

Les grandeurs mesurées à partir des signaux recueillis par l'oscilloscope numérique sont Δt et Δv respectivement le temps de transit pour le parcours d'une double épaisseur et la variation de l'amplitude entre deux signaux successifs (Fig3)

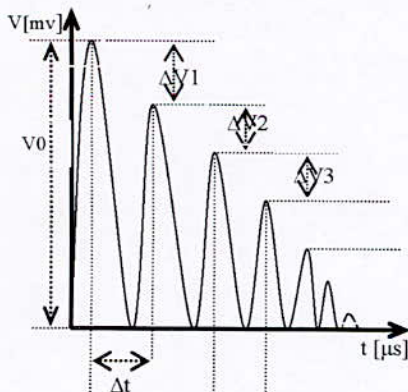


Fig .3. Signale ultrasonore en mode écho.

IV.1.1. VITESSE DES ONDES LONGITUDINALES EN INCIDENCE NORMALE

Le calcul de la vitesse est donné par

$$V_L = \frac{dx}{dt} = \frac{\Delta x}{\Delta t} = \frac{2e}{\Delta t} \quad (1)$$

e : épaisseur de l'échantillon.

Dans le cas d'un milieu isotrope, elle correspond théoriquement à :

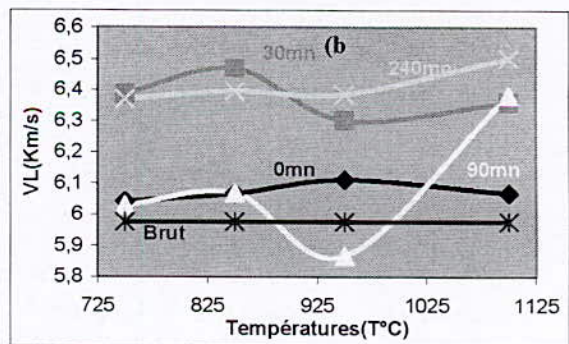
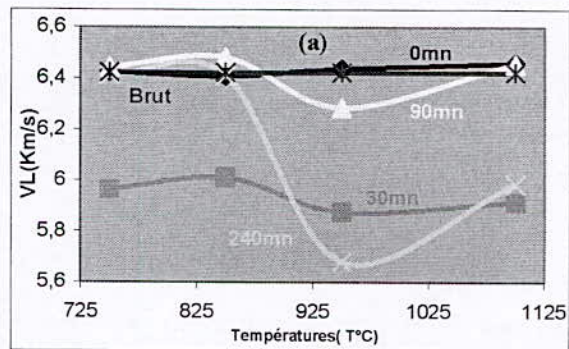
$$V_L = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} \quad (2)$$

Avec :

λ, μ sont des constantes de lamé

ρ : masse volumique

Les résultats de l'évolution de la vitesse longitudinale V_L en fonction de la température de traitement thermique durant des temps de maintiens différents pour des fréquences 1Mhz, 2Mhz, 5Mhz et 10Mhz sont représentés sur les graphes de la (fig. 4).



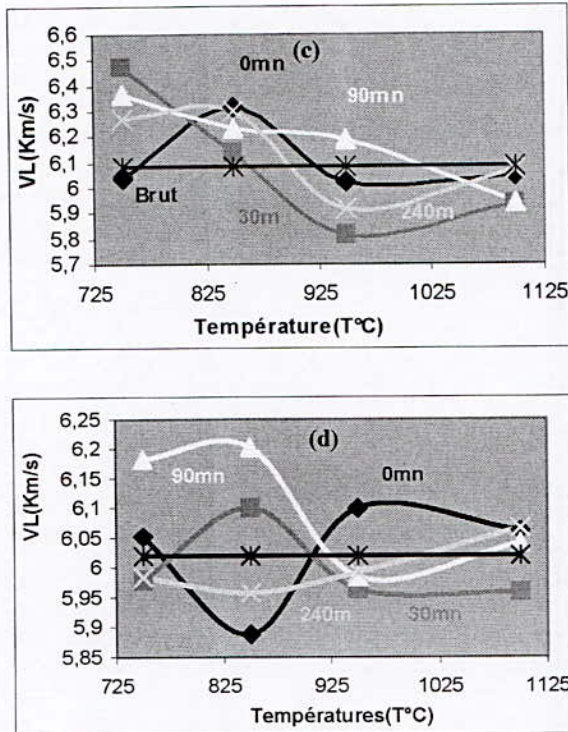


Fig. 4. Evolution de la vitesse longitudinale VL en fonction de la température de traitement thermique pour des fréquences 1Mhz, 2Mhz, 5Mhz et 10Mhz
 a : VL pour une fréquence de 1Mhz
 b : VL pour une fréquence de 2Mhz
 c : VL pour une fréquence de 5Mhz
 d : VL pour une fréquence de 10Mhz

IV. 2. Méthode par transmission:

Dans cette méthode, deux palpeurs (un émetteur et un récepteur) de mêmes caractéristiques sont utilisés, un goniomètre fixé sur la tige porte échantillon donne l'angle de rotation et donc l'angle de l'onde incidente.

IV. 2.1. Prise de mesure des vitesses transversales

La vitesse est déduite de l'écart $T = t_m - t_r$ des temps de propagation du signal ultrasonore, pour un même éloignement des palpeurs, avec (t_m : trajet EBDR') et sans échantillon (t_r : trajet ER) (fig.5).

La vitesse transversale V_t recherchée s'obtient par le calcul du temps T de transit. Ce dernier découle de considérations géométriques simples :

La loi de Snell-descartes [6-7], (eq.4) qui gouverne la réfraction de l'onde ultrasonore aux interfaces, permet d'éliminer l'angle de réfraction r de l'équation (eq.3). Après simplification, l'expression de T en fonction de V_t , V_{eau} , e et I est obtenue (eq.5).

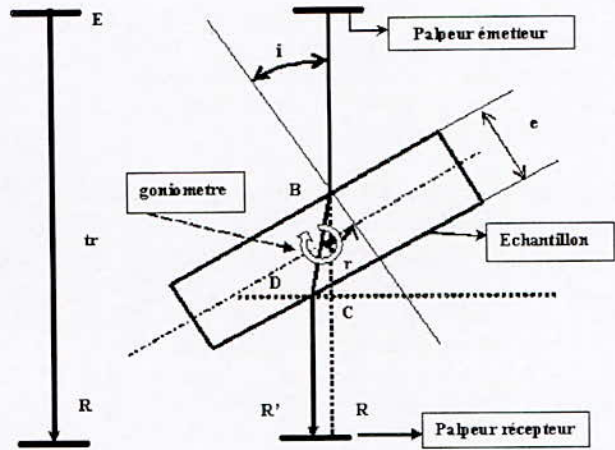


Fig. 5. Dispositif de mesure des vitesses transversales

$$T = \frac{e}{V_t \cos r} - \frac{e \cos(r-i)}{V_{eau} \cos r} \quad (3)$$

$$\frac{\sin i}{V_{eau}} = \frac{\sin r}{V_t} \quad (4)$$

Par inversion de l'équation (5) nous obtenons enfin la vitesse

$$T = -\frac{e}{V_{eau}} \left(\cos i - \sqrt{\left(\frac{V_{eau}}{V_t} \right)^2 - \sin^2 i} \right) \quad (5)$$

de propagation V_t de l'onde ultrasonore dans le matériau en fonction des quatre paramètres :

$$V_t = \frac{e V_{eau}}{\sqrt{(e^2 + T^2 V_{eau}^2 + 2eTV_{eau} \cos i)}} \quad (6)$$

- V_{eau} : vitesse de propagation des ultrasons dans l'eau douce ;
- e : épaisseur de l'éprouvette ;
- I : angle d'incidence du faisceau ultrasonore ;
- T : différence de temps de vol de l'impulsion ultrasonore avec et, sans échantillon [8].

Les résultats de l'évolution de la vitesse transversale V_t en fonction de la température de traitement thermique durant des temps de maintiens différents pour des fréquences 1Mhz, 2Mhz et 5Mhz sont représentés sur les graphes de la (fig. 6).

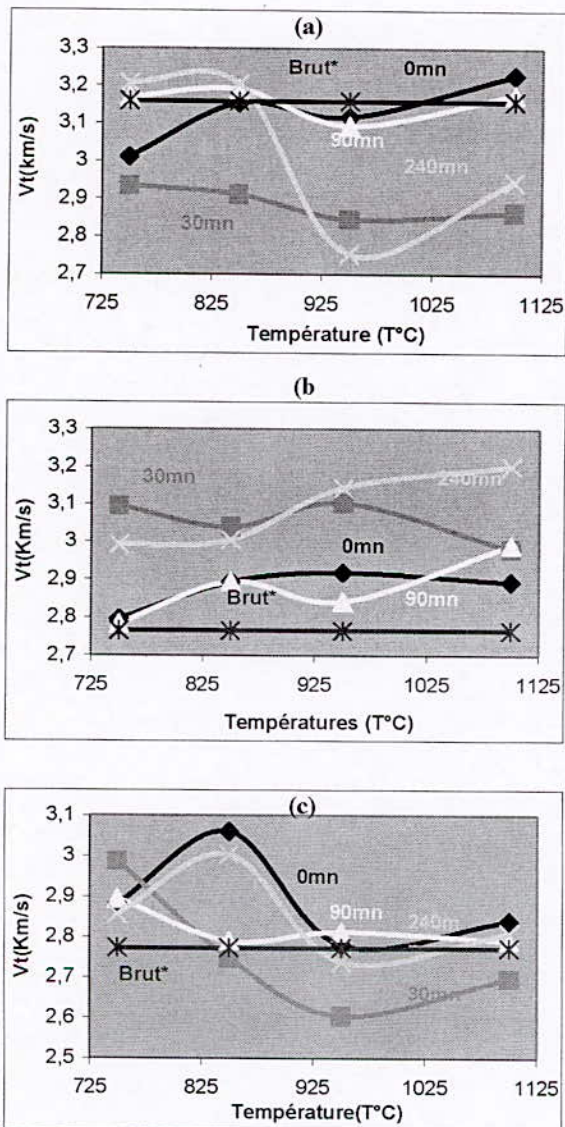


Fig.6. Evolution de la vitesse transversale V_t en fonction de la température de traitement thermique pour des fréquences 1Mhz, 2Mhz, 5Mhz.

a : V_t pour une fréquence de 1Mhz.

b : V_t pour une fréquence de 2Mhz.

c : V_t pour une fréquence de 5Mhz.

V. INTERPRETATION

L'analyse des courbes montre une certaine corrélation entre le comportement des ondes ultrasonores et celui des propriétés métallurgiques et mécaniques obtenues durant ces traitements thermiques. C'est le cas observé pour une température de 750°C et un temps de maintien de 0mn où la transformation de phase est partielle et ne montre aucune augmentation de la grosseur de grain et l'effet de la vitesse est pratiquement négligeable. Ce

n'est pas le cas à la température de 850°C où la vitesse augmente pour 2MHz et diminue pour 10MHz alors qu'elle reste stationnaire pour les fréquences de 1MHz et 2MHz. Aussi si on prend le cas où la durée de maintien est de 240mn, nous constatons, des variations d'allures de la vitesse surtout celle obtenue à une fréquence de 1Mhz où nous constatons une diminution de V_L à partir de l'échantillon traité au delà de 850°C où une diminution de la fragilité du matériau observé sur la métallographie par une décarburation ce qui a conduit à une diminution de la dureté et une augmentation de la résilience. La question qui se pose c'est de confirmer cette évolution par rapport à ces transformations de phases engendrées.

Ce constat est aussi valable pour le cas des vitesses transversales. Il est nécessaire de signaler que le signal ultrasonore n'a pas pu être obtenu pour une fréquence de 10MHz.

VI. CONCLUSIONS

La complexité du travail, au vu des différents paramètres à savoir la variation de la température, des temps de maintiens des traitements thermiques et la variation des fréquences rend l'analyse des différents résultats obtenus difficile.

Il serait d'autant plus difficile d'évaluer et d'analyser les paramètres V_L , V_t et l'atténuation dans le cas d'une zone affectée thermiquement (ZAT).

Néanmoins, ce travail permet pour un premier temps de tirer les conclusions suivantes :

- Les vitesses acoustiques des ondes longitudinales et transversales sont directement liées aux variations de la température quelque soit la fréquence. La mesure de V_L par exemple peut être un outil de détermination non destructive de la température pour des temps de maintiens élevés (90mn et 240mn).
- Pour des temps de maintiens plus bas (0mn et 30mn) la variation de V_L en fonction de la température n'est pas significative pour les basses fréquences (1Mhz et 2 Mhz) mais elle est importante pour les fréquences de 5Mhz et 10Mhz.

-L'onde ultrasonore se propage dans un milieu inhomogène qui ne peut être considéré comme isotrope ;

-La grosseur de grain, le taux de contraintes internes, les taux de phases en présence (ferrite, perlite), type de morphologie structurale,... doivent être pris en considération ;

-Le milieu est dispersif, les vitesses de l'onde présentent des variations en fonction de la fréquence ;

-Les cas des valeurs des vitesses longitudinales et transversales aux points (950°C, 30mn, 5MHz) et (950°C, 240mn, 1MHz) sont intéressants et méritent à notre avis une étude plus approfondie ;

Enfin nous recommandons que ce travail soit appliqué à d'autres matériaux pour avoir une meilleure évaluation de la corrélation entre les transformations de phases et les effets engendrés sur une onde acoustique.

VII. REFERENCES

- [1] Z.Cherrouf, S.Ouallam, G.Kamel, N.Ouali, Simulation Empirique de la ZAT d'une Soudure par Traitement Thermique Spécifique sur du E24, *Journée de Mécanique*. EMP 2000 . 25-26/11/2000.
- [2] Y.Abdellahoui, H.Walaszek, C.Peyrac, H.P.Lieurade, M.Cherfaoui Apport des Ultrasons dans l'Optimisation des Procédure de Soudage *Rev. soudage et techniques connexes* (Septembre -octobre 1999).
- [3] Z.Cherrouf, N.Ouali , S.Ouallam , G.Kamel, The steel grain Magnification Thermal Processing on the Defects Detection in Steel by Ultrasonic *15th world conference on non destructive testing-* Roma 15-21October2000-10-24.
- [4] Cast-contrôle non destructif par ultrasons tome1 et tome2, INSA -lyon 1986.
- [5] Jet H Krautkramer, ultrasoning testing and materials
- [6] Springer_verlag Edit 3. 1983.
- [7] cours d'ultrasons Niveau III, Centre d'actualisation scientifique- Lyon
- [8] R.HIRED et M.ACHOUR, caractérisation non destructive de la dureté de l'acier par ultrasons,Mémoire PFE 1997.INGM.
- [9] thèse de doctorat. Mathieu dubujet datée du 27/11/1996, institut nationale des sciences des matériaux appliqués de lyon.N°d'ordre.96/SAL0101.
- [10] Des controles ultrasonores de joints soudés austénitiques.KRAUTKRAMER.

EFFETS DE LA PRECIPITATION DES CARBURES DE CHROMES ET DE LA PHASE SIGMA SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DE L'ACIER INOXYDABLE DUPLEX 2205

K. BETTAHAR¹, R. BADJI¹, B. BELKESSA¹, H. MAZA¹, M. HADJI²
M. BOUABDALLAH³, Y. BELLAROUSI⁴

¹ Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle. B.P 64, Chéraga, Alger.

² Département de Mécanique, université de Blida.

³ Département de métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, Alger.

⁴ Centre De Développement Des Technologies Avancées, Alger.

RESUME

Des traitements de mise en solution et de revenu sur l'acier inoxydable duplex 2205 ont montré une sensibilité de cet acier à la précipitation des carbures de chrome et de la phase intermétallique Sigma. Ce phénomène apparaît à des faibles temps de maintien et prend cet accru lorsqu'on prolonge la durée de vieillissement. Dans le présent travail, on montre que la précipitation débute au niveau des joints de grains et se propage à l'intérieur des grains ferritiques, provoquant une chute dramatique de la résilience du matériau.

Mots Clés : acier inoxydable duplex, microstructure, ferrite, austénite, précipitation, traitement thermique.

I. INTRODUCTION

Les aciers inoxydables duplex sont conçus pour avoir une microstructure à l'état recuit se composant de deux phases en proportions approximativement égales d'austénite et de ferrite [4].

Ainsi, la structure duplex présente l'avantage de tirer profit des meilleures propriétés de chacune des deux phases: la présence de la ferrite dans la matrice austénitique augmente la ténacité du matériau d'une part, et la présence du chrome dans les deux phases favorise la formation d'un film passivant en milieu corrosif. Un taux de ferrite trop élevé peut engendrer une fragilisation des installations. De ce fait, la prévision théorique du taux de ferrite pour ces alliages et sa vérification pratique après élaboration sont fortement recommandées [1-2].

Les aciers inoxydables duplex sont susceptibles aux phénomènes de vieillissement engendrés par la précipitation de certaines phases riches en éléments d'alliage affectant ainsi les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.

Ces phases peuvent se former pendant la solidification de l'alliage ou durant les traitements thermiques, ou même en raison des processus de vieillissement pendant l'utilisation.

Dans la plupart des aciers inoxydables duplex, le domaine de précipitation est assez large (compris entre 600°C et 950°C). La phase principale qui se forme lors d'un vieillissement à haute température est un composé intermétallique dur et fragile appelé phase sigma (riche en Chrome et en Molybdène avec une structure tétragonale complexe) [3]. D'autres précipités tels que les carbures et / ou des nitrures peuvent également se former aux températures inférieurs à 800 °C (fig. 1).

La phase sigma a été identifiée pour la première fois par Bain et Griffith 1927 [5-6].

Les résultats d'analyse par microscopie optique montrent que le domaine de température s'étalant entre 1020°C et 1080°C est préférable pour les traitements de mise en solution des aciers inoxydables duplex 2205. Ces températures sont suffisantes pour dissoudre les précipités, en maintenant une bonne proportion austénite / ferrite [4,7].

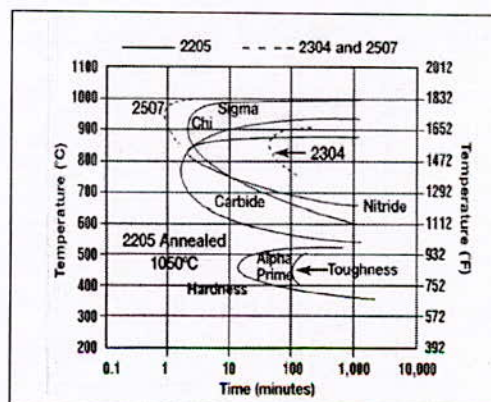


Fig. 1. Diagramme température temps taux de transformation isotherme pour les alliages duplex 2205, 2304, 2507 [2].

II. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Dans cette présente étude, l'acier inoxydable duplex utilisé est le 2205. Les échantillons testés sont prélevés d'un tube de 170 mm de diamètre et 7 mm d'épaisseur, sa composition chimique est donnée dans le tableau 1.

Un traitement thermique de mise en solution a été effectué à 1100°C pendant 1 heure, suivi d'une trempe à l'eau. Les éprouvettes découpées ont subi ensuite plusieurs traitements de vieillissement aux températures de 750°C et 850°C et des durées de maintien échelonnées entre 15 et 420 min. Les techniques expérimentales de caractérisation utilisées sont la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage couplée à la microanalyse par dispersion d'énergie (EDS) et la diffraction des rayons X.

III. RESULTATS

La figure 2.a représente la microstructure de l'acier 2205 à l'état reçu, cette microstructure est typique aux aciers inoxydables duplex et visualise clairement les deux phases ferrite / austénite.

L'austénite est présente sous forme de plages isolées à l'intérieur de la matrice ferritique et peut être distinguée par le phénomène de maillage. A cet état, l'arrangement de ces deux phases est relativement désordonné.

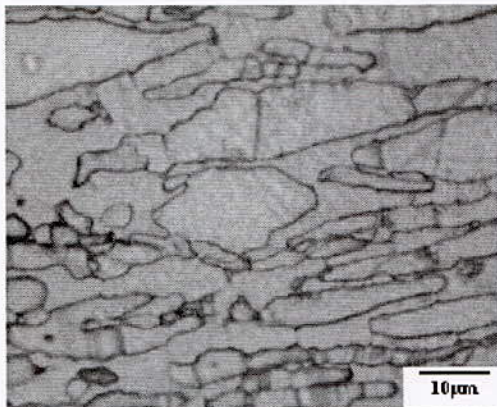


Fig. 2. a. micrographie optique du matériau à l'état de réception.

III.1. Traitement de mise en solution

Chauffage à 1100 ° C pendant 60 minutes suivi d'une trempe à l'eau.

La figure 2.b représente la structure de l'alliage après traitement de mise en solution, ce traitement permet un bon équilibrage de la fraction volumique des phases avec une répartition homogène des éléments interstitiels ou substitutionnels en diminuant les gradients de concentrations localisées des éléments. Il permet aussi l'élimination de toutes précipitations préalables.

Sur la figure suivante, la structure en bande est plus apparente. La ferrite en gris foncé, l'austénite en blanc.

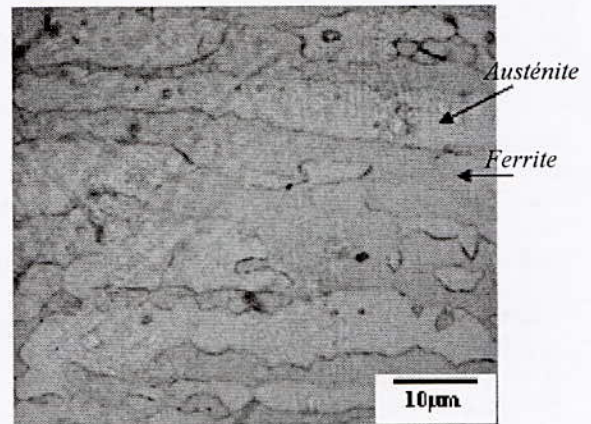


Fig. 2. b. Microstructure après traitement de mise en solution

III.2. Traitement de revenu

Les figures suivantes montrent les micrographies des échantillons traités à 750°C et à 850°C pendant les temps de maintien de 15min, 120min et 420min.

On remarque tout d'abord que les évolutions structurales ont eu lieu principalement dans la phase ferritique. L'austénite initiale n'a subi aucun changement tout le long des traitements de vieillissement.

Lors des 15 premières minutes, une précipitation apparaît aux joints d'interfaces ferrite/austénite, ferrite/ferrite. Ces interfaces sont en grande partie, à grand angle de désorientation, et sont donc considérées comme étant sites préférentiels de précipitation (fig.3a).

Tableau 1: composition chimique de l'acier duplex 2205

Element	C	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	P	S	Cu	N
(Wt %)	0.03	0.36	1.77	5.70	2.258	22.05	0.018	0.015	0.2	0.13

Ces précipités ont une forme de particules fines dispersées le long des joints. Ils ont déjà été identifiés comme étant des carbures de chrome de formule générale $M_{23}C_6$ [4, 6].

La phase intermétallique blanche mentionnée sur les figures 4 et 5 est la phase sigma σ .

En observant l'évolution de la microstructure pour chaque température, figures 3 (a, b, c) et figures 4 (d, e, f), on remarque que la précipitation débute avec l'apparition des carbures de chrome, mais ces carbures atteignent une taille maximale dès la première heure du traitement en se stabilisant par la suite (figure 3a, 3b).

Pour les temps de traitement les plus longs (plus d'une heure) la phase intermétallique sigma tend toujours à croître à l'intérieur des grains ferritiques, occupant son volume.

Plus le temps de maintien augmente plus le phénomène de précipitation s'accroît; la fraction volumique de la phase intermétallique sigma devient plus dominante au détriment de la fraction volumique de la ferrite.

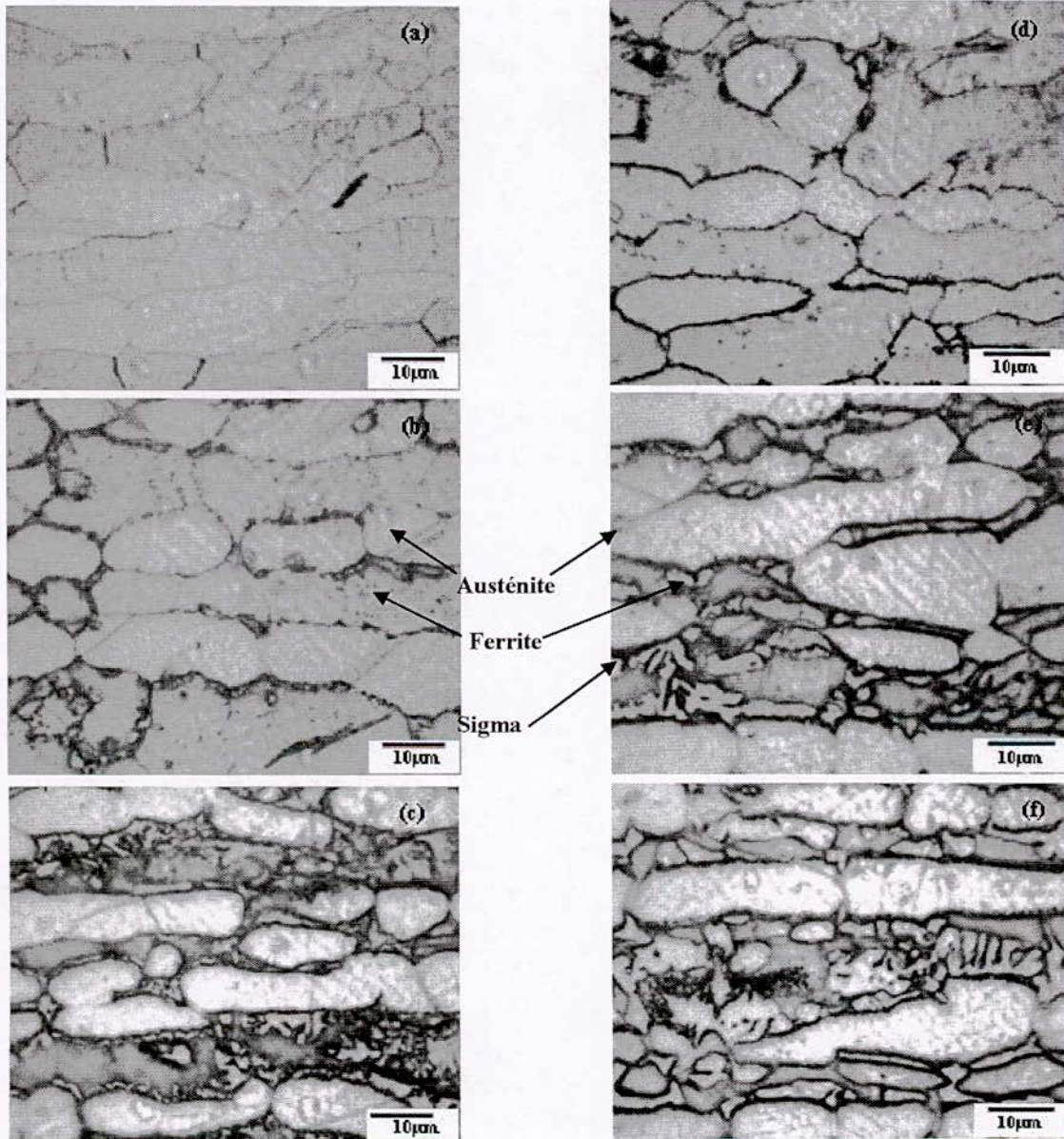


Fig. 3. (a), (b), (c) revenu à 850°C pendant 15min, 120min, 420min respectivement.

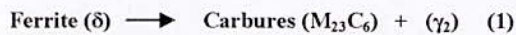
Fig. 4. (d), (e), (f) revenu à 850°C pendant 15min, 120min, 420min respectivement.

On remarque, en contre partie que les grains d'austénite ne subissent pas de transformations apparentes et ne sont donc pas concernés par les phénomènes de précipitation de phase sigma. Cependant, les carbures mixtes riches en chrome se forment préférentiellement aux joints de grains. Ces précipités sont difficilement observables par microscopie optique.

IV. MECANISMES ET STADES DE LA TRANSFORMATION

Les résultats précédents montrent que lors du revenu, la ferrite est le siège d'une transformation structurale. Cette transformation est identifiée comme étant une décomposition eutectoïde (une phase solide se transforme en donnant naissance à deux autres phases solides) donnant comme résultat carbures + phases intermétalliques + austénite secondaire. Ce qui est en concordance avec les études établies par K Min Lee & al [8] et D. Y. Kobayashi & al [5].

Cette transformation peut être décrite par les deux réactions suivantes :



A des températures inférieures à 1000°C, la ferrite delta des aciers inoxydables duplex est une phase métastable. Et en raison de la faible compacité du réseau cristallin cubique centré, les éléments d'alliages diffusent plus rapidement dans la ferrite que dans l'austénite.

La précipitation des carbures de chrome et de la phase sigma nécessite la présence des teneurs élevées en chrome et en molybdène, leur formation entraîne donc un appauvrissement localisé de la matrice en ces éléments.

On remarque d'après les micrographie des figures 3 et 4 que les régions voisines de la phase sigma, sont toujours de couleur plus foncée que les régions lointaines, ces régions sont très sensibles aux attaques chimiques à cause de leurs appauvrissement en Cr et en Mo.

La ferrite est riche en Cr et possède une plus grande diffusivité de cet élément que l'austénite. Ce qui explique la germination et la croissance des carbures et de la phase sigma préférentiellement à l'intérieur des grains ferritiques.

IV.1. Premier stade de la transformation

Activation de la précipitation aux joints d'interface ferrite/austénite et aux joints de grains ferrite/ferrite et même à l'intérieur des grains ferritiques (fig.3 a, b)

Selon la réaction (1), se sont les carbures de chrome qui germent en premier, à cause du grand pouvoir de diffusion du carbone dans la matrice austéno-ferritique et ça la grande mobilité à travers les interfaces ferrite / austénite à haute température.

La première réaction se produit rapidement et donne naissance à une structure de morphologie lamellaire de carbures et d'austénite selon T. H. Chen et J. R Yang [4]. Et à cause du faible % de carbone, la réaction (1) se limite à des particules très fines de carbures adjacentes aux interfaces primaires ferrite / austénite et ferrite / ferrite.

La taille maximale des carbures de Chrome est obtenue après environ 60 minutes de revenu, au-delà, ces particules conservent les mêmes tailles (fig.3 a).

V.2. Deuxième stade de l'évolution structurale

La croissance des carbures de chrome est accompagnée d'une nucléation de l'austénite secondaire γ_2 en repoussant l'interface ferrite / austénite à l'intérieur des grains ferritiques. Les nouvelles interfaces possèdent une forme relativement courbée comme le montre la figure ci-dessous qui représente l'échantillon traité à 850°C pendant 1h.

La courbure des nouvelles interfaces ferrite / austénite selon K Min Lee et al [8] est liée au gradient des énergies interfaciales au niveau de la jonction particule / joint de grain, favorisant les réactions de précipitation lamellaire ou cellulaire. Pour cela les carbures de chrome sont considérés comme des sites préférentiels de la germination de la phase sigma.

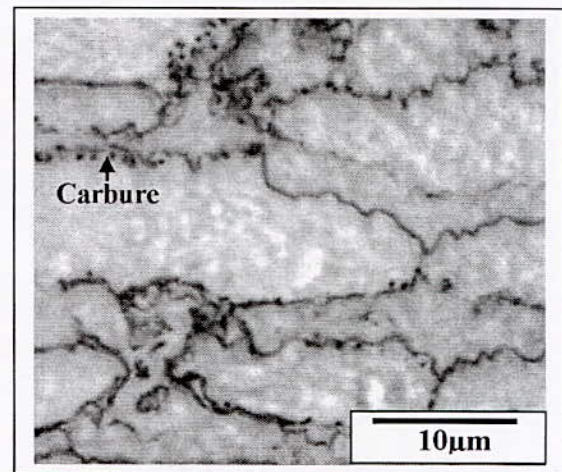


Fig. 5 . micrographie optique de la structure après un traitement à 850°C pendant 60min

On remarque la présence de la phase sigma après 60 minutes de revenu à 750°C (fig. 3. b)

IV.3. Germination de l'austénite secondaire et la phase sigma

Les carbures précipités possèdent une teneur riche en Cr, ce qui provoque un appauvrissement en cet élément des régions voisines de la ferrite. Du fait que le Cr nécessaire pour la formation et la stabilité de la phase sigma dépasse la quantité disponible dans la ferrite, d'autres quantités de Cr doivent être fournies. La phase sigma et la ferrite ont une teneur faible en Ni, la formation de la phase sigma entraîne donc un repoussement du Ni vers les interfaces sigma/ferrite. Les régions appauvries en Cr et enrichies en Ni se transforment en austénite secondaire et l'équilibre des phases est ainsi réalisé.

La phase austénitique est composée de l'austénite primaire, qui est la phase initiale existante après solidification de l'alliage, et l'austénite secondaire provenant de la décomposition eutectoïde de la ferrite, localisé entre l'austénite primaire et la phase sigma.

Plusieurs microanalyses par EDS de l'austénite secondaire ont été réalisées [5], le résultat est toujours une composition chimique semblable à celle de

l'austénite primaire, cela est dû au fait que le diamètre et le champ de pénétration du faisceau d'électrons sont plus grands que les dimensions de cette nouvelle phase, de même pour les carbures de chrome.

IV.4. Troisième stade de la transformation

Les figures 7 (a), (b) et (c) ci-dessous montrent la croissance de la phase sigma à l'intérieur des grains ferritiques. On observe la morphologie de la décomposition eutectoïde donnant naissance à une structure lamellaire d'austénite secondaire et de sigma.

Les lamelles sont plus larges à 850°C à cause de la diffusion et la mobilité des éléments qui atteint des distances plus éloignées (figures 5f, 7a). Les résultats des microanalyses sont groupés dans le tableau 2.

Les particules dispersées et alignées sous forme de fuseaux ont été identifiées comme étant des carbures de Chrome. Leurs dimensions sont très faibles, inférieures au diamètre du faisceau émis lors des microanalyses par dispersion d'énergie (EDS).

Tableau 2. Résultats des microanalyses des différentes phases obtenues après un maintien de 420 min à 850 °C.

	Cr	Ni	Mo	Si	Fe
Austénite	21.77	8.32	2.92	0.47	66.53
Ferrite	25.7	4	2.09	4	67.81
Sigma	29.42	4.21	8.94	0.93	56.51

V. CARACTERISATION PAR DIFFRACTION DES RAYONS X

La figure 8 montre les diffractogrammes des échantillons après traitement de mise en solution à 1100°C pendant 60 minutes et revenu à 750°C et 850°C pendant 15 min, 120min. et 420min.

Sur ces diffractogrammes, on remarque la présence des pics de ferrite et d'austénite qui sont les deux phases constituant l'alliage. A 750 et 850°C, l'intensité des pics de la ferrite diminue avec le prolongement du temps de maintien du revenu, tandis que l'intensité des pics de l'austénite augmente.

La variation des intensités des pics s'explique par la transformation structurale qui se fait selon les deux réactions de décomposition (1) et (2).

Après 420 minutes de revenu, l'intensité des pics de la ferrite devient minimale, la fraction volumique

majoritaire de la ferrite s'est décomposée, donnant naissance aux précipités et à l'austénite secondaire γ_2 les carbures de chrome et la phase intermétallique Sigma.

En comparant les diffractogrammes des échantillons revenus avec celui du métal après la mise en solution, on remarque l'apparition d'autres pics ayant des intensités proportionnelles au temps de maintien, ces pics correspondent aux différents précipités, à savoir:

- La phase sigma
- Les carbures $M_{23}C_6$

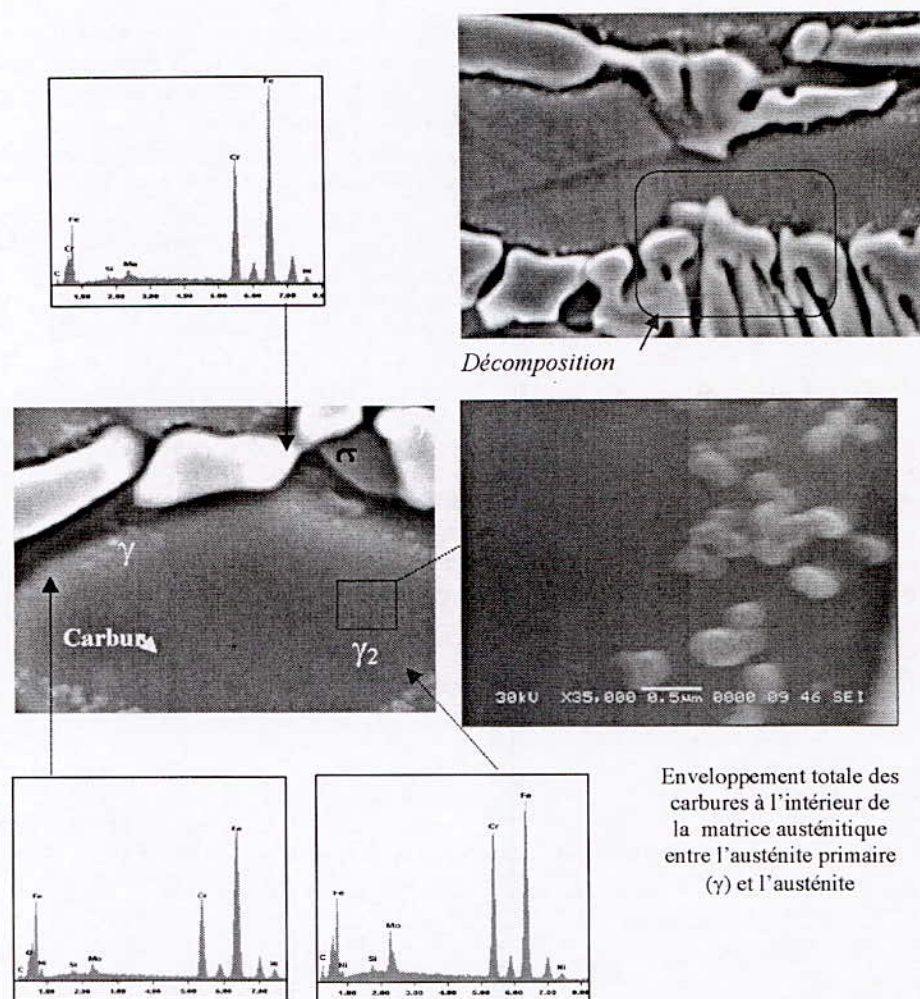


Fig. 7. (a, b, c,) Echantillon revenu à 850°C pendant 420 min.

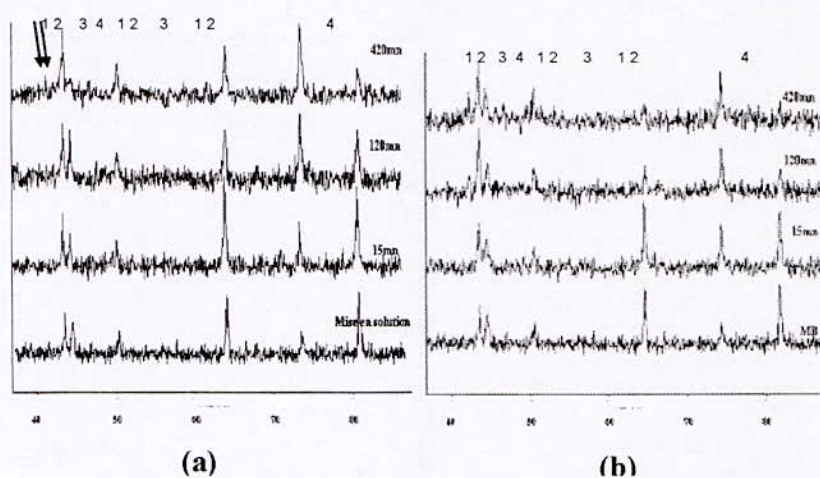


Figure 8 : Diffractogrammes des échantillons après mise en solution et revenu à 750°C (a) et à 850°C (b)
 Légende : 1 et 2 $Cr_{23}C_6$ + phase sigma, 3 austénite, 4 ferrite delta.

VI. caractérisation de l'état de RESILIENCE

La figure montre que quelques minutes de traitement de revenu suffisent pour causer une chute dramatique de la résilience du matériau. Engendrant ainsi la fragilité de l'acier inoxydable duplex 2205.

L'origine de cette fragilisation est la présence des carbures M₂₃C₆ et de la phase intermétallique durs Sigma.

En prolongeant le traitement de revenu (environ 4 heures), on remarque la dégradation totale des propriétés de résistance aux chocs de l'acier.

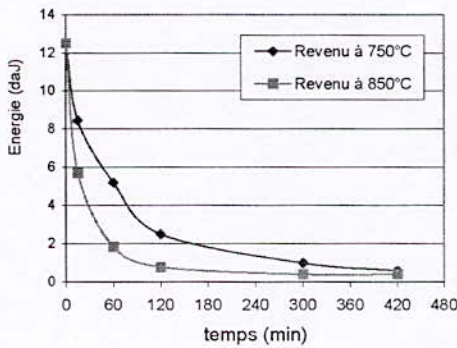


Figure. 9. Evolution de l'énergie absorbée en fonction du traitement de vieillissement

Les résultats montre également que l'état de résilience se détériore plus rapidement lorsque la température de traitement est fixée à 850 °C. En effet, la cinétique de vieillissement, en l'occurrence la cinétique de formation des précipités est étroitement liée à l'état de résilience du matériau: un traitement à plus haute température entraîne une chute rapide de la résilience liée à une cinétique rapide de formation de phase sigma. Cette remarque reste vraie tant que la température maximale reste au dessous de 900 °C correspondant au net de précipitation. Au delà de cette température, la cinétique de transformation de la ferrite devient de plus en plus lente.

VII. CONCLUSION

La cinétique de précipitation est contrôlée simultanément par plusieurs facteurs, et donne naissance à des formes variées de composés et/ou de phases intermétalliques.

- Premièrement, il se forme une précipitation de fines particules de carbures en dispersion au niveau des joints d'interfaces austénite / ferrite et ferrite / ferrite.
- En second lieu, une nucléation de la phase sigma aux endroits de plus forte énergie interfaciale ferrite/austénite au contact des carbures préformés suivie d'une croissance de la phase sigma a l'intérieur des grains ferritiques.

- La cinétique de précipitation à 850°C est plus grande que celle à 750°C
- Les régions ferritiques voisines de l'interface δ/γ se transforment en austénite secondaire (γ_2). En conséquence, les particules des carbures formées précédemment seront entourées et enveloppées entre l'austénite primaire et l'austénite secondaire.
- La présence de précipités inter granulaires tels que carbures, accélère la vitesse d'apparition de phase sigma, en agissant comme sites de nucléation.
- Les traitements de revenu ont causé une chute dramatique de la résilience du matériau. Engendrant ainsi la fragilité de l'acier inoxydable duplex 2205. L'origine de cette fragilisation est la présence des carbures M₂₃C₆ et de la phase intermétallique durs Sigma.

VIII. RÉFÉRENCES

- [1] R. N. Gunn. *Duplex stainless steels*, 2000.
- [2] W. Curtis. High performance stainless steels. Kovach, *Technical Marketing Resources*, Inc; Pittsburgh, PA, USA.
- [3] P. Iacombe, G. Beranger, Les aciers inoxydables 1990.
- [4] T. H. Chen, J. R. Yang. Effects of solution treatments and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel, *Material Science and Engineering A311*, 2001 pp. 28-41.
- [5] D. Y. Kobayashi, S. Wolyneć. Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. *Materials Research*, Vol. 2, N°4, Sao Carlos Oct. 1999.
- [6] Ravindranath, S.N Malhotra. The influence of aging on the intergranular corrosion of 22 chromium 5 Nickel duplex stainless steel, *Corrosion Science*, Vol. 37. N°1, 1995, pp. 121-132.
- [7] H. Chen, K. L. Wenig, J. R. Yang. The high temperature and low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel, *Bulletin of the College of Engineering*, N.T.U, N°89, October 2003, pp. 45-61.
- [8] K. Min Lee, H. Sung Cho, D. Chun Choi. Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth



Caractérisation des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires de type Cu-Al-Ni élaborés par Fusion

A. MAY ; H. GHENIMI ; A. BRITAH ; K. NECIB

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, BP 17, Bordj El Bahri, Alger.

E-mail : Abdelghani1980@yahoo.fr

RÉSUMÉ

Ce travail porte sur la caractérisation des Alliages à Mémoire de Forme ternaires de type Cu-Al-Ni élaborés par fusion. L'attention est focalisée sur les transformations thermo élastiques susceptibles de se produire selon les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés. Dans ce cadre, des mesures de températures de transformation ont été menées en corrélation avec des mesures de micro dureté. Un autre volet de la caractérisation a été considéré ; il porte sur des essais mécaniques de traction menés selon des conditions appropriées. Les principaux résultats montrent l'influence prépondérante de la teneur en oligoéléments sur la transformation induite (martensite).

Mots Clés : Alliages à Mémoire de Forme Ternaire (AMF) - Caractérisation - Transformations Thermoélastiques - Martensite.

INTRODUCTION

Les alliages à mémoire de forme présentent deux types de structure cristalline en fonction de la température et la contrainte imposées [1] :

- à basse température, leur cristal est du type "martensite thermoélastique",
- à une température élevée (bien définie), ils se transforment en type austénitique.

Au cours de cette transformation, toute déformation subie à froid (pliage, compression, étirage, torsion,...) est automatiquement annihilée. La déformation mise en jeu correspond à la réorganisation des variantes de martensite par mouvement des interfaces ; le retour à la forme initiale est associé à la réversion de ces variantes de martensite en austénite. Dans ce cas, la transformation thermoélastique est caractérisée par l'effet mémoire de forme simple sens.

Un autre type de transformation peut être obtenu ; il s'agit de l'effet mémoire double sens connu sous le terme "éducation" ou "maturation" [1, 2]. La transformation thermoélastique peut aussi, être caractérisée par l'effet caoutchoutique, l'effet superélastique et l'effet amortissant [1, 4].

Parmi les nombreux alliages à mémoire de forme, les alliages ternaires à base de cuivre tendent à être de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications industrielles (Aéronautique, automobile, spatial...) de par leur facilité de mise en œuvre associée à un coût non prohibitif.

Le présent travail porte sur la caractérisation des alliages à mémoire de forme ternaires de type Cu-Al-Ni élaborés par fusion. L'attention est focalisée sur les transformations structurales susceptibles de se produire selon les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés (conditions de chauffage et de refroidissement choisies) ; les caractéristiques mécaniques en sont largement tributaires.

ÉLABORATION DES ALLIAGES

De nombreuses études [2, 4, 6, 7] ont établi l'existence de la transformation martensitique, caractéristique principale de ces alliages, à travers un choix approprié des teneurs en éléments d'alliage. Dans ce cadre, des relations empiriques permettant de prévoir les teneurs respectives des constituants de l'alliage désiré moyennant le point de début de transformation M_s et des rapports des teneurs des éléments d'alliages à la teneur de l'élément de base sont adoptées [3, 4].

Nous avons choisi d'élaborer des alliages ayant une température de début de transformation M_s ne dépassant pas 200 °C ; les teneurs en éléments d'alliages, en accord avec le diagramme d'équilibre (figure 1), sont respectivement : 82%Cu, 14%Al et 4%Ni [2].

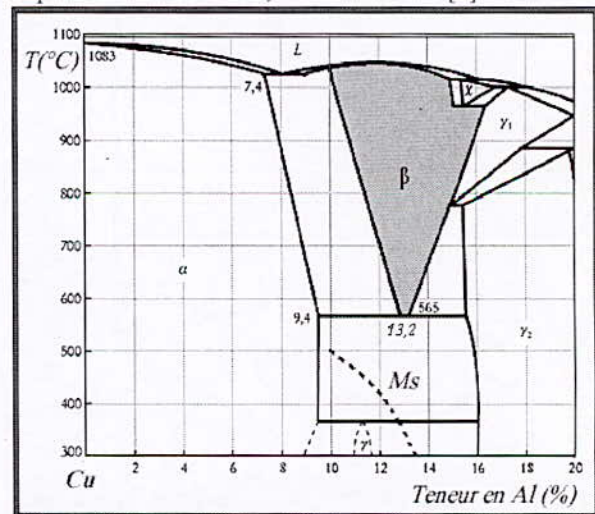


Figure 1. Diagramme d'équilibre Cu-Al à 4% Ni [1].

Le procédé d'élaboration adopté s'inspire de celui mis en œuvre par BOUABDALLAH [4] et SAIB [7] ; la figure 2 en schématise le principe.

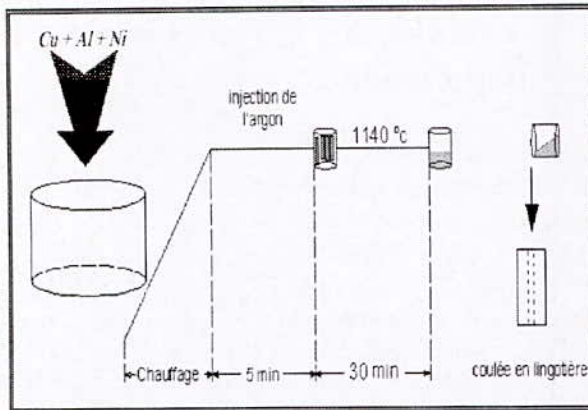


Figure 2. Procédure d'élaboration des alliages [4, 7].

L'alliage liquide est ensuite coulé dans une lingotière en acier traité puis refroidi à l'air ambiant.

L'analyse micrographique des échantillons prélevés après fusion montre l'existence d'une phase eutectoïde à géométries singulières ; l'explication des phénomènes de germination et de croissance de cette phase n'étant pas l'objet de notre travail, néanmoins on peut dire que la quantité de la *très fragile* phase γ_2 dans l'eutectoïde est très importante par rapport à la phase α *malléable* (figures 3, 4).

L'analyse des compositions (tableau 1), opérée au moyen d'un microanalyseur RÖNTEC équipant le microscope électronique à balayage utilisé, montre qu'une grande quantité de cuivre est oxydée. Cependant, compte tenu de la limitation en tension du microscope (15 KV), les raies de l'oxyde particulièrement celles correspondant aux séries L et K β n'ont pu être indexées dans l'analyse ; néanmoins, en se référant au diagramme de la figure 1, on trouve que les échantillons observés suite à la fusion ne se caractérisent pas par l'effet mémoire de forme recherché.

Tableau 1. Microanalyse par MEB des échantillons élaborés.

Éléments	Cu	Al	Ni
% Massiques	83,73	14,18	2,09

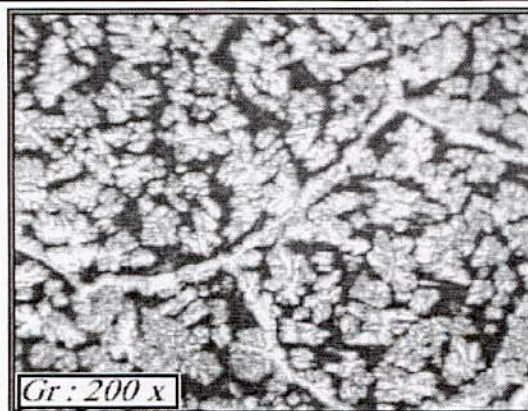


Figure 3. Micrographie optique des premiers échantillons. (Phase γ_2)

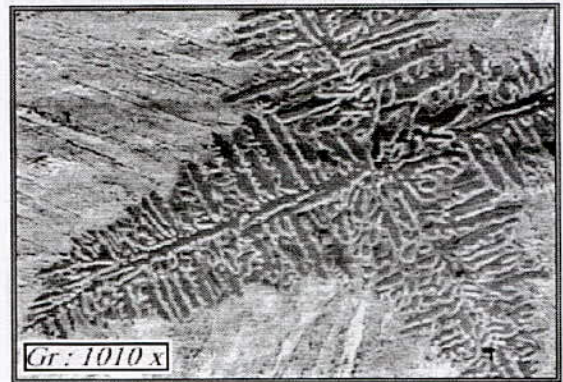
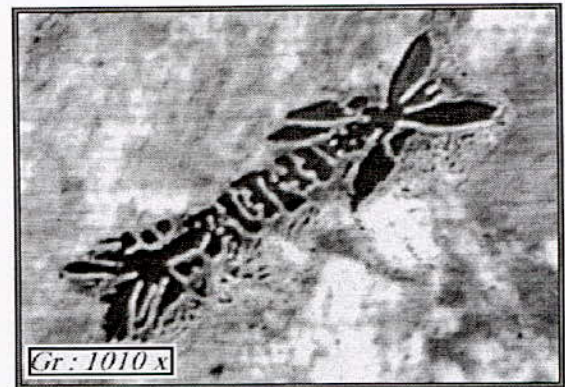


Figure 4. Structures de l'alliage Cu-Al-Ni après recuit. (Révélation des symétries de la phase eutectoïde)

Afin de pallier au phénomène de perte de composition par oxydation lors de la fusion, nous avons tenté une étude statistique de quelques échantillons élaborés afin de déduire une estimation des teneurs à introduire. Le tableau 2 donne les nouvelles compositions trouvées.

Tableau 2. Compositions pondérales retenues.

Éléments	Cu	Al	Ni
% Massiques	86,70 %	10,74 %	2,55 %

Afin d'obtenir la martensite à température ambiante, une trempe à l'eau a été opérée après maintien de 30 minutes à 850 °C des échantillons élaborés par fusion. Compte tenu de la faible quantité de martensite obtenue, nous avons dû augmenter la température de maintien à une valeur maximale à 940 °C considérée par la suite comme étant une température favorisant la formation de la structure β ; les lacunes en sursaturation étant éliminées par un traitement de revenu opéré à 350 °C (figures 5, 6).

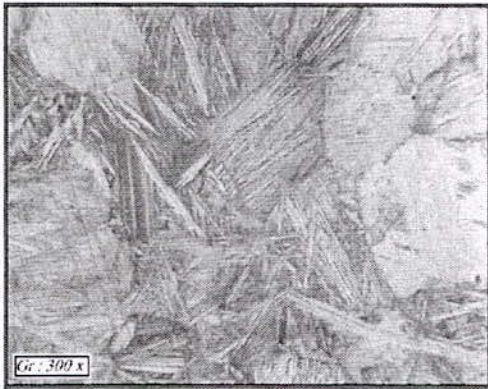


Figure 5. Micrographie optique révélant la structure martensitique des échantillons trempés.

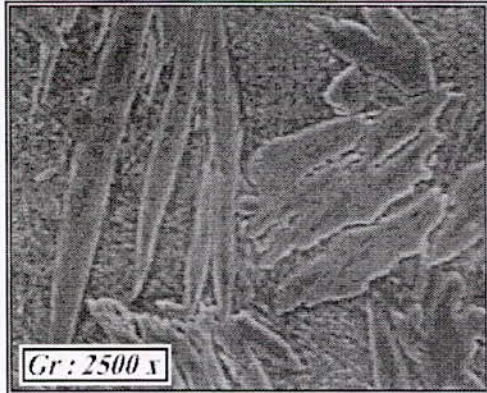


Figure 6. Micrographie électronique d'un échantillon trempé.

ESSAIS MÉCANIQUES

Il s'agit des essais consistant à provoquer, dans une éprouvette de géométrie définie, un champ de contrainte uniforme de traction, de pénétration et d'en enregistrer, respectivement l'allongement et la déformation résultants.

Les essais de traction ont été menés respectivement à température ambiante (état martensitique) et à température suffisamment élevée pour pouvoir s'affranchir de la transformation martensitique initiale ; les éprouvettes utilisées étant de formes géométriques choisies en rapport avec le dispositif d'essai existant (figures 7, 8).

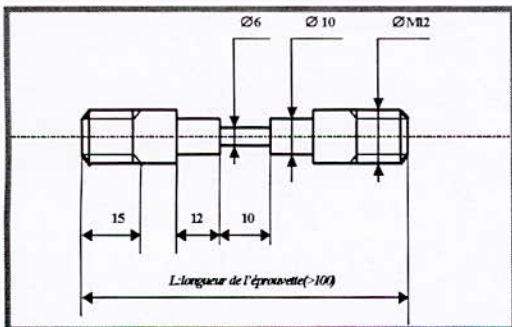


Figure 7. Schéma de l'éprouvette sollicitée en traction.

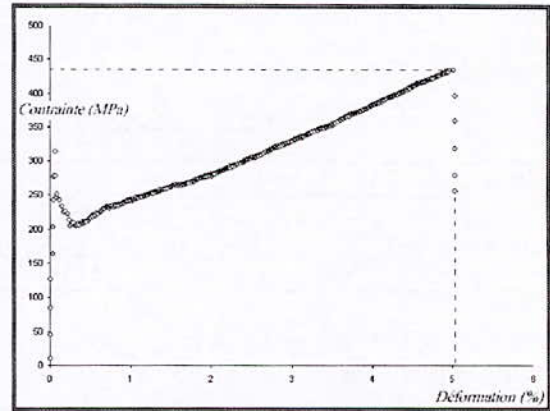


Figure 8. Diagramme Contrainte - Déformation.

Pour ces essais, l'effet de température est perceptible sur les valeurs de contraintes et de déformations obtenues ; elles sont respectivement de 480 MPa et 5%. Cette constatation peut paraître logique dans la mesure où l'effet mémoire recherché est rendu compte uniquement à travers la déformation [2].

Les faciès de rupture des échantillons sollicités en traction ont été, par ailleurs, examinés au moyen du microscope électronique à balayage (figure 9 (1,2)) :

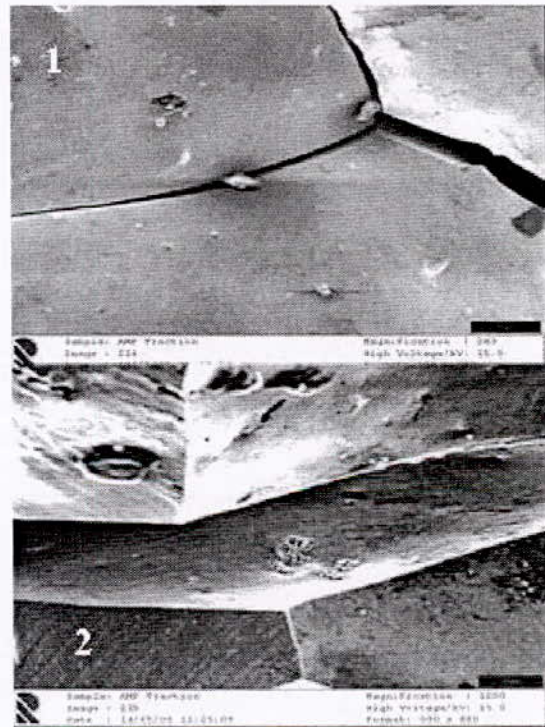


Figure 9 (1, 2). Faciès de rupture des échantillons sollicités en traction.

À température ambiante, les observations montrent un faciès caractéristique d'une rupture fragile, la zone d'arrachement finale (localisée au centre du faciès) est précédée de nombreuses fissures intergranulaires décorées pour la plupart de précipités cohérents avec la matrice ; la rupture s'est produite par décohésions des grains le long de l'axe de sollicitation.

En outre, des essais de macro et de microdureté ont été effectués sur les échantillons élaborés ; nous en résumons les principaux résultats (tableau 3) :

Tableau 3. Essais de macro et de microdureté.

	Etat brut	Etat trempé
Macro dureté (Hv)	191	167
Micro dureté (Hv)	Martensite	Austénite résiduelle
	136	213

Comparativement aux aciers trempés, les alliages cuivreux se singularisent à travers les valeurs de dureté obtenues après trempé.

En effet, pour le cas de nos alliages, les résultats montrent une chute de la dureté après traitement de trempé pour la première série de mesures (macrodureté), tandis que pour la seconde série de mesures, la phase martensitique se trouve moins dure que la phase mère (austénite résiduelle) à l'état trempé ; ce qui demeure tout à fait conforme avec les résultats de la trempé dans les alliages cuivreux [6].

CONCLUSION

La caractérisation d'alliages à mémoire de forme ternaires de type Cu-Al-Ni élaborés par fusion a été menée selon deux approches majeures :

- Une première approche centrée sur les éléments structuraux découlant du mode d'élaboration (fusion et diffusion) ainsi que les transformations de phase susceptibles d'être obtenues suite aux traitements thermiques adoptés (conditions de chauffage et de refroidissement),
- Une approche mécanique centrée sur des essais de traction et de dureté dans des domaines de température caractéristiques des transformations de phase recherchées.

Les essais de traction menés selon des conditions appropriées (température et vitesse de déformation) ont permis, entre autres, la détermination du module de Young dont la valeur est comparable à celle donnée par GUENIN et PATOOR [1, 2].

Au terme de ce travail, un certain nombre de perspectives restent ouvertes aussi bien pour les types de traitements thermiques envisagés que pour les types d'essais thermomécaniques à mener dans la gamme de température des transformations caractéristiques.

Ainsi, pour les essais de traction certains mécanismes microstructuraux intervenant dans le comportement du matériau (précipités, réarrangement des dislocations,...) nécessitent d'être approfondis par les apports, notamment, de la microscopie électronique en transmission.

Nous avons, au cours des essais, formulé des hypothèses qu'il convient d'infirmer ou de confirmer ; en effet, même si les données bibliographiques sont fiables il a été

montré que la structure du matériau et ses caractéristiques mécaniques restent étroitement liées à son mode d'élaboration.

C'est donc un examen plus complet, du matériau, en microscopie électronique en transmission qui permettra de valider plus particulièrement les hypothèses émises.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] G.GUENIN. "Alliages à Mémoire de Forme", Techniques de l'Ingénieur, M530, 1996.
- [2] E. PATOOR ; M. BERVEILLER. "Technologie des Alliages à Mémoire de Forme", Hermès, 1994.
- [3] D. E. HODGSON ; M. H. WU ; R. J. BIERMANN. "Shape Memory Alloys", SMAInc. U.K. 1999.
- [4] M. BOUABDALLAH. Thèse de Doctorat d'Etat, ENP - Alger, 1999.
- [5] L. BUFFARD. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1991.
- [6] M. AKKOU ; M. BOUABDALLAH ; S. BOUKERSI ; S. HARMOUN. "Etude des Transformations de Phase pendant le Vieillissement d'un Alliage Cu-Al-Ni", 2^{ème} Congrès International en Science et Génie des Matériaux (CIGM'2), Annaba, 13 - 14 Novembre 2001.
- [7] C. SAIB. "Caractérisations Structurale et Mécanique des Alliages à Mémoire de Forme ternaires de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés par Fusion", Thèse de Magister - Université de Boumerdès, Juillet 2003.

EFFET DE PRECHAUFFAGE SUR LE SOUDAGE DES ACIERS TREMPEES ET ETREVENUS (A517- A553 (9% Ni)) PHENOMENE DE SUR-ADOUCCISSEMENT

A. HACINI¹, M.E.DJEGHLAL¹, H.BENHANICHE², A.E. ZAFFOUN²

¹Departement Génie Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique
10 Avenu Hassen Badi, El-Harrach

²Service Soudage et Laboratoire de contrôle
Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers
Zone industrielle. BP 9 Régaïa Alger- Algérie

RESUME

Les aciers trempés et revenus nécessitent des conditions de soudage opposées à celles destinées aux aciers à l'état recuit.

On étudie l'effet de préchauffage et la soudabilité de ce type d'acier, sachant la difficulté du passage de la métallurgie classique à la métallurgie de soudage

Dans ce travail, il a fallu assembler les informations théoriques et pratiques nécessaires : les particularités de ces aciers et un passage bref sur l'effet d'entaille métallurgique.

Mots clés : préchauffage, acier trempé et revenu, entaille métallurgique

I. INTRODUCTION

Toute construction doit répondre, au rôle fonctionnel qui lui est dévolu sans omettre pour autant deux impératifs qui sont :

- une sécurité optimale.
- un moindre coût de réalisation.

L'analyse de l'influence des paramètres à prendre en considération pour définir une construction est souvent difficile à faire pour rester dans le domaine du raisonnable vis-à-vis des impératifs « sécurité optimale » et « moindre coût » qui sont toujours liés à la qualité exigée.

Afin de construire, d'une part, avec la sécurité optimale et d'autre part, au moindre coût, les grandes structures métalliques (port, navires, réservoirs, appareil à pression, etc.) doivent répondre d'abord à un impératif de fiabilité, de fonctionnement et de sécurité. L'alternative aux aciers normalisés dans le cas des appareils à pression et les canalisations forcées est donc l'utilisation d'aciers

trempés-revenus qu'impose la corrélation entre les caractéristiques de traction et de ductilité qui permettent, à teneur égale carbone, de bien meilleures performances qu'à l'état recuit, mais surtout de réduire la teneur en carbone pour les mêmes performances. Ces derniers présentent une microstructure bainitique qui, à caractéristiques mécaniques données, est obtenue avec des teneurs en carbone équivalent (Ceq) plus basses que celles des aciers normalisés. La structure bainitique revenue présente un comportement amélioré vis-à-vis des différents types d'endommagement rencontrés en milieu humide. Des aciers trempés revenus à haute limite d'élasticité et les Aciers cryogéniques sont aujourd'hui retenus pour la fabrication d'appareils à pression et les conduites forcées utilisés en présence de milieu humide.

II. ACIERS TREMPES ET REVENUS

II.1. Aciers au nickel

On utilise le nickel comme élément d'addition dans les aciers résistant à la corrosion et aux très basses températures. Une faible teneur en nickel accroît la trempabilité de l'acier et en conséquence, à une vitesse normale de refroidissement, de la martensite peut se former.

Il est employé jusqu'à -100°C. Le second, qui a de meilleures propriétés de résilience et de ductilité à des températures bien basses, est également employé en cryogénie (stockage et transport de gaz liquéfiés, colonne de distillation fractionnée de certaines industries chimiques, etc...). La microstructure est constituée de martensite à basse teneur en carbone dans les plans et les sections de cet acier trempé à l'eau [1].

II.2. Les aciers faiblement alliés à haute limite d'élasticité à l'état trempé et revenu HSLA Q&T

Les aciers HSLA Q&T contiennent moins de 0.25% de C et moins de 5% d'éléments d'alliage. Ces aciers joignent une limite élastique élevée et une grande charge à la rupture avec une bonne ductilité, résilience, soudabilité et une résistance à la corrosion atmosphérique.

Cet acier acquiert sa résistance par traitement de trempé suivi d'un revenu pour obtenir une structure contenant la martensite, la bainite, et en faible proportion la ferrite. Certaines nuances sont produites par durcissement structural par précipitation en laminage à chaud ou par tempe [2].

III. LE PRECHAUFFAGE POUR LES ACIERS TREMPES ET REVENUS

Une fois les aciers sont à l'état trempé et revenus, un réchauffage au dessus d'une certaine température va détruire les propriétés développées par le processus de fabrication [3].

III.1. Revenu et sur revenu

Avec l'acier à l'état martensitique, on est en présence d'un état hors d'équilibre où le carbone se trouve engagé en solution sursaturée dans un constituant appelé martensite, qui est lui-même directement issu de l'austénite par refroidissement. A partir de l'état martensitique, un préchauffage à une température inférieure à celle du point A_1 produit une mise hors solution du carbone, qui précipite sous forme de particules très fines de cémentite Fe_3C , ce qui conduit à une structure appelée sorbite. Ce phénomène, dit revenu, qui a lieu à partir d'une température θ_R s'accompagne d'un adoucissement et d'une amélioration de résilience ; à partir d'une température θ_C il y a coalescence de la cémentite, juste avant que soit atteinte au point A_1 la remise en solution de ce constituant.

D'autre part, si un acier est initialement trempé et revenu à la température θ_R avec l'évolution correspondante de la dureté et de la résilience. Cette évolution traduit ce qu'on appelle le *sur-revenu* : le sur revenu intervient en soudage sur acier trempé et revenu ; quant au revenu, il se produit lors du soudage en plusieurs passes d'acier trempant, ou exceptionnellement du soudage sur acier trempé [4].

IV. EFFET D'ADOUCCISSEMENT ET PHENOMENE DE CONSOLIDATION

Si on soude sur un acier trempé et revenu, l'échauffement dû à l'opération engendre un revenu supplémentaire, dit sur-revenu dont l'effet possible sur les caractéristiques mécaniques du joint doit être considéré. Soit un acier trempé, puis revenu à la température σ_R .

Le soudage sur aciers trempés et revenus fait apparaître une zone adoucie par sur revenu, et prolongeant celle-ci, soit par une zone de transformation trempée, soit non trempée. Si on veut que le joint soudé se comporte correctement du point de vue mécanique, comme le métal de base, il est nécessaire de limiter le plus possible l'étendue de la zone. Pour éviter les ruptures dans la zone soudée, on a donc intérêt à mettre les conditions de soudage qui font retremper l'acier. Ainsi la zone de dépression due au revenu qui est inévitable peut être assez étroite pour que les ruptures ne puissent pas s'y localiser, grâce au phénomène dit de *consolidation* [4].

IV.1. Relation entaille -triaxialité

Pour illustrer les rapports existant entre les entailles et la triaxialité, nous allons examiner le cas simple d'une éprouvette cylindrique présentant une gorge transversale en V, autrement dit une entaille au sens le plus intuitif du terme [5].

Si l'on applique à l'éprouvette une charge de traction externe monoaxiale, on constate que :

1. Dans le sens longitudinal, les lignes de force montrent une distribution non uniforme avec une condensation particulièrement forte au fond de l'entaille. La contrainte longitudinale σ_1 qui, sur la section entaillée s , a la valeur moyenne F/s , atteint du fond de l'entaille la valeur maximale kF/s . le « facteur de concentration k » est d'autant plus élevé que l'entaille est plus aiguë et plus profonde : il peut prendre des valeurs allant jusqu'à 10 et même au-delà.
2. Soumise à la tension longitudinale, la section entaillée tendrait à se contracter transversalement, mais les bords de l'entaille, évités par les lignes de force, s'y opposent en donnant naissance à une contrainte radiale σ_r , normale à σ_1 .

- 1.2. augmentation de la limite élastique et de la charge de rupture [5].

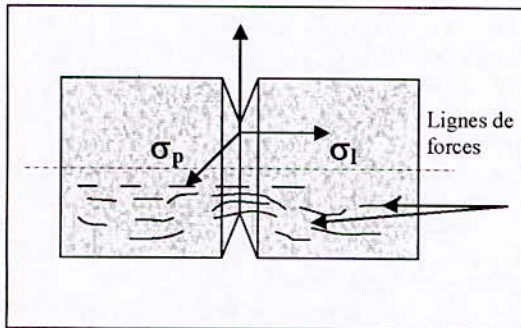


Fig.1. Déviation des lignes de force et l'état triaxial consécutif sous le fond d'une

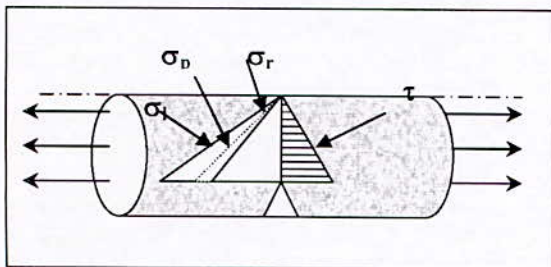


Fig.2. Allure des tensions σ_1 , σ_p , σ_r et τ au fond d'une entaille

3. σ_1 a pour conséquence l'apparition d'une autre tension σ_p , appelée *périphérique*, dans une direction perpendiculaire aux deux premières [5].

IV.1.1. Entaille à profil purement géométrique

L'entaille à profil géométrique présente deux aspects

1. augmente la concentration de contrainte au fond de l'entaille.
2. création d'un état de contrainte triaxial

Les deux effets mènent à un *état de contrainte triaxial* :

- 1.1. Empêchement de toute déformation ϵ surtout si σ_1 , σ_2 , σ_3 sont proches les uns des autres, on peut devenir nul donc impossibilité de déformation.

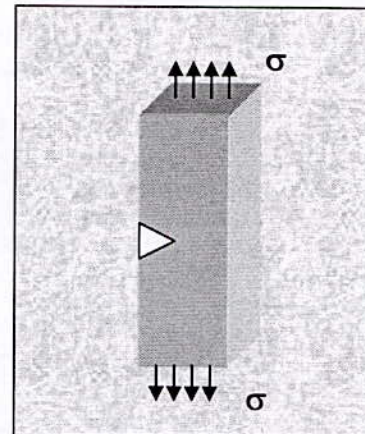


Fig.3. Entaille mécanique

IV.1.2. Entaille métallurgique

Une zone adoucie, étroite et localisée entre deux régions dures devient raidie et indéformable.

Pour avoir la déformation, il faut que la bande adoucie se contracte transversalement, or cette contraction transversale est empêchée par les parties dures voisines. En d'autres termes, la zone adoucie tend à se contracter, mais le métal dur voisin qui l'encadrait l'a raidi ; En dernière analyse, cette zone adoucie intervient comme l'effet d'entaille et joue le même rôle que celle-ci [5].

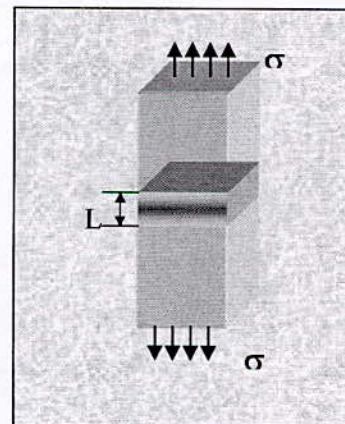


Fig.4. Entaille métallurgique

IV.2. Similitude entre l'effet « d'entaille mécanique » et l'effet d'entaille métallurgique

1. Le premier effet le plus connu est l'effet sur la distribution des tensions : l'entaille est à l'origine de la concentration de contraintes.

Juste au fond de l'entaille, la valeur de la contrainte est égale à un multiple de la tension moyenne.

Le coefficient de surtension dépend de la profondeur de l'entaille et surtout du rayon de courbure au fond de l'entaille. Il peut atteindre 10 fois et même plus.

2. L'effet de concentration de contrainte n'est qu'un des aspects de l'effet de l'entaille.

Un autre effet est l'apparition d'un état de contraintes triaxiales.

Si les σ_L , σ_R , et σ_P peuvent devenir égales, la contrainte tangentielle responsable de la déformation sera nulle d'où l'impossibilité de déformation.

La zone entaillée peut accepter une plus grande charge sans se déformer. Il y a création artificielle de la limite élastique

IV.2.1. Cas d'une zone sur adoucie large

1. Pour qu'il y ait effet de consolidation, la largeur de la zone adoucie doit être de l'ordre de quelques dizaines de millimètres. Dans ces conditions, lorsqu'on est dans le domaine élastique. Chaque zone obéit à la loi de l'élasticité.

La déformation élastique se produit dans l'ensemble de la pièce.

2. Comme la zone adoucie a une faible limite élastique, c'est elle qui atteint la première la limite élastique. A ce moment, elle tend à se déformer plastiquement

- i. Dans le sens transversal, elle veut se contracter pour permettre sa déformation longitudinale.
- ii. Les parties dures s'opposent à la contraction transversale.

Tout se passe comme dans le cas de l'entaille mécanique, la zone adoucie accepte une plus grande sollicitation sans se déformer comme rapporté par GRANJON :

La rupture ne se localise que pour une charge plus élevée.

IV.2.2. Cas d'une zone sur adoucie large

Quand la zone sur adoucie est trop large, le phénomène de consolidation ne se manifeste pas et la rupture se produit dans la zone adoucie.

Au moment de l'application de l'effort, tout le barreau se trouve tendu. En d'autres termes, chaque partie dure et adoucie est sollicitée élastiquement

1. la tension et la déformation de la partie adoucie sont pratiquement sans influence sur la distribution générale des tensions.
2. elle en est indépendante aussi de la déformation de l'ensemble de l'éprouvette.
3. cette petite partie adoucie obéit à la déformation élastique.
4. de même que toutes les autres régions obéissent à la déformation élastique.
5. tant que cette partie adoucie obéit à la loi d'élasticité, sa tension est liée à la déformation par le coefficient de proportionnalité élastique : module de Young.
6. d'ailleurs même les parties dures obéissent à la loi d'élasticité et leurs tensions sont liées à leur déformation par le module de Young.
7. ensuite l'effort extérieur continu à croître et toute les zones dures et adoucies continuent à se déformer élastiquement
8. l'effort croît jusqu'à ce que la limite élastique soit atteinte et dépassée dans la petite partie adoucie.
9. la déformation plastique de la partie adoucie se poursuit jusqu'au moment où s'amorce la rupture.

Quand la charge de rupture est atteinte, l'éprouvette se sépare en deux, la cassure étant dans la partie adoucie.

A ce moment là, les régions dures se trouvent toujours dans le domaine élastique et se prêtent à passer au domaine plastique

V. TECHNIQUES EXPERIMENTALE

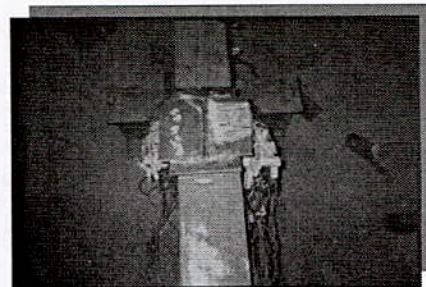


Fig.5. Enregistrement des températures

Cette opération a été effectuée au service traitement thermique de l'ENGTP.

L'enregistrement des cycles thermiques se fait à l'aide de thermocouples en Chromel – Alumel (type K), il peut supporter jusqu'à 1200°C. Les thermocouples sont soudés à la tôle puis couverts d'une pâte réfractaire qui durcit au contact de la chaleur protégeant ainsi les thermocouples de l'arc.

Les thermocouples sont reliés à des enregistreurs numériques de type *FUJI*.

Chaque enregistreur a douze entrées. Le nombre total des enregistreurs est de quatre. La vitesse de l'enregistrement est 1500mm/s

Dans les opérations de soudage qu'on a effectué la disposition des thermocouples est la suivante :

Il y existe deux séries de thermocouples :

1. la première série est de 24 thermocouples placés du côté face de l'angle droit (enregistreurs 1+2)
2. la deuxième série est de 24 thermocouples placés du côté envers de l'angle 45° (enregistreurs 3+4)

- soudage sans préchauffage : la distance entre chaque thermocouple est de 1 mm
- soudage avec préchauffage : les douze premiers thermocouples sont distants de 1 mm, 9 distants de 2mm et 3 de 3 mm

VI. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

VI.1. Analyse chimique

Tableau. 1. Composition chimique

Eléments (%)	C	Mn	P _{maxi}	S _{maxi}	Si	Ni	Cr
A517	0.12	1.3	0.035	0.035	0.35	0.3	0.4
A553	0.23	0.9	0.035	0.035	0.15	0.78	-

VI. .2. Analyse métallographique

Métal de base:

On observe pour les deux nuances une structure fine en aiguille à savoir une structure martensitique revenu. Avec des traces de bandes ce qui est légitime car il s'agit de tôles laminées

La ZAT

Elle apparaît aussi en structure en denture d'aiguille mais elle est moins fixe que le métal de base, il s'agit de la martensite, car une fois soudée, la ZAT a pris la trempe et juste avant le début du métal de base, on distingue une zone claire de structure d'aiguilles, c'est la ferrite aciculaire.

La zone fondue

- Pour l'acier à 9% Ni, la zone fondue apparaît en claire car elle n'a pas subi l'attaque mais on peut déduire la structure, sachant qu'on a soudé avec des électrodes austénitiques (55%Ni), la structure ne peut être qu'austénitique.
- Pour le A517, la structure de la zone fondue est la martensite car l'acier du métal d'apport est autotrepant.

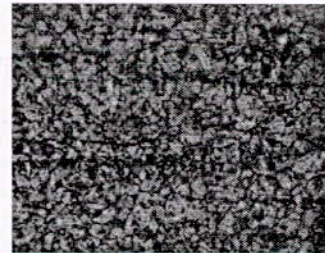


Fig.6. 9%Ni métal de base X500 sans préchauffage

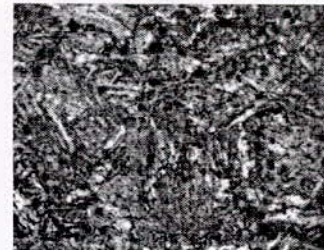


Fig.7. 9%Ni ZAT X500 sans préchauffage

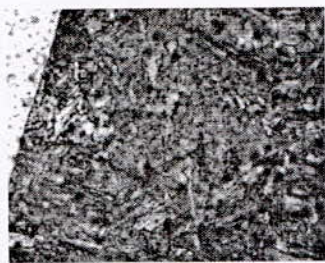


Fig.8. 9%Ni zone de liaison X200 sans préchauffage

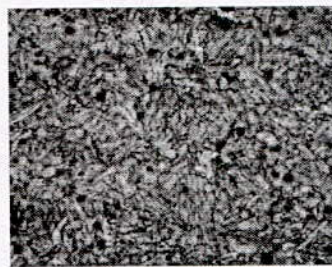


Fig.12. A517 métal de base sans préchauffage X500

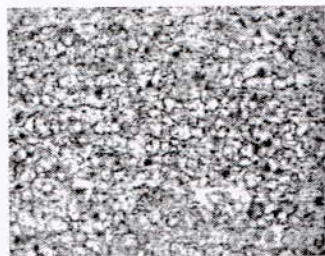


Fig.9. 9%Ni zone sur-adoucie X500 avec préchauffage

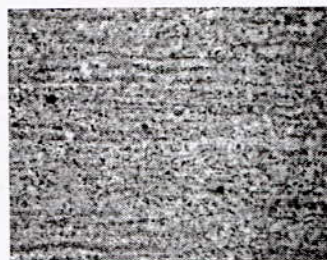


Fig.13. A517 ZAT avec préchauffage X500

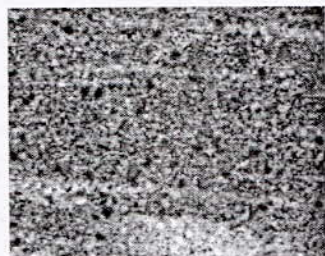


Fig.10. 9%Ni ZAT X500 avec préchauffage

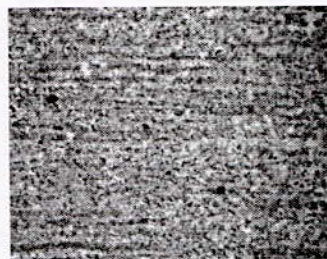


Fig. 14 . A517 ZAT avec préchauffage X200

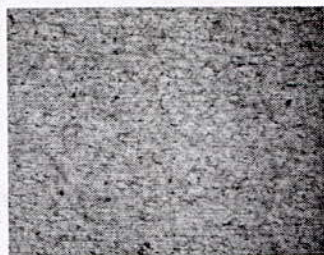


Fig.11. 9%Ni métal de base X500 avec préchauffage

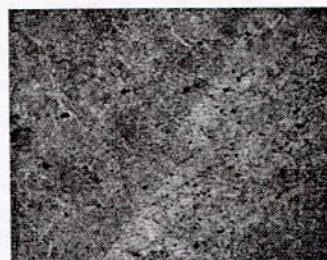


Fig.15 A517 zone de liaison avec préchauffage X500

VI. 3 Résultats de la traction

Tableau. 2. Résultats des essais de traction pour le A553 (9%Ni)

Larg (mm)	E _p (mm)	Section (mm ²)	F _m (daN)	R _m (Mpa)	F(0.2%) (daN)	Re(0.2%) (Mpa)
Avec préchauffage						
18.35	11.65	214	16752	784	12154	568.56
Sans préchauffage						
19.15	12	230	17302	753.6	13250	577.05

L'essai de traction effectué sur l'éprouvette sans préchauffage, la rupture s'est produite hors soudure, elle est acceptée du point de vue tolérance selon le code de référence (ASME) [6].

Pour l'éprouvette préchauffée, la rupture a lieu au niveau du cordon et c'est dû au fait que le préchauffage ralentit l'effet de la trempe du cordon donc diminue la dureté de ce dernier et au lieu que la rupture soit localisée zone sur adoucie, elle s'est effectuée au cordon.

La charge de la rupture des éprouvettes non préchauffées est légèrement inférieure à celle des éprouvettes préchauffées.

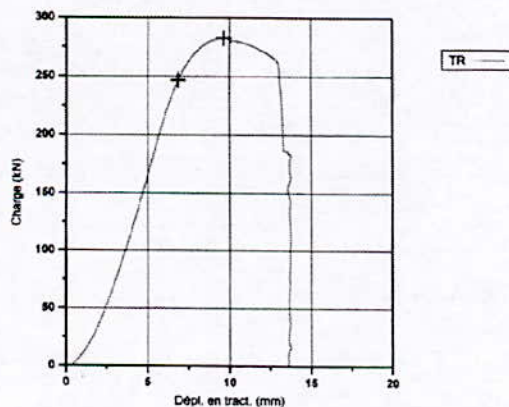


Fig. 16. Courbe de traction A517 H (avec préchauffage)

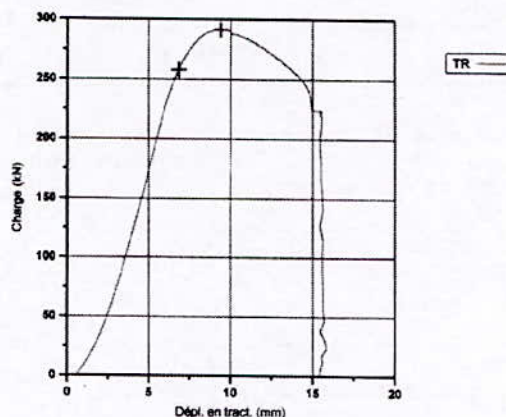


Fig. 17. Courbe de traction A517 H (sans préchauffage)

VI. 4 Essai de résilience

Seule la ZAT est concernée par l'essai de résilience vue la non nécessité de faire l'essai sur la zone fondue.

Tableau. 3. Résultat des essais de résilience A553 (9%Ni) sans préchauffage

Essai	Entaille	Eprouvette	T° d'essai	Energie de rupture	Energie moyenne
1	zone			235	
2	affectée	50x10x10	-100°C	210	234.75
3	thermi- quement			257	

Tableau. 4. Résultat des essais de résilience A553 (9%Ni) avec préchauffage

Essai	Entaille	Eprouvette	T° d'essai	Energie de rupture	Energie moyenne
1	zone			249	
2	affectée	50x10x10	-150°C	189	192.3
3	thermiquement			140	

Tableau. 5. Résultat des essais de résilience A517 sans préchauffage

Essai	Entaille	Eprouvette	T° d'essai	Energie de rupture	Energie moyenne
1	zone			1.008	
2	affectée	50x10x10	-48°C	1.080	1.14
3	thermi- quement			1.331	

Tableau. 6. Résultat des essais de résilience A517 avec préchauffage

Essai	Entaille	Eprouvette	T° d'essai	Energie de rupture	Energie moyenne
1	zone			1.008	
2	affectée	50x10x10	-48°C	1.080	1.136
3	thermi- quement			1.331	

VI. 5. Essai de pliage

Les essais de pliage ont été effectués sur le A 517 et le A553 avec et sans préchauffage n'ont signalé aucun défaut.

VI. .6. La répartition thermique

La courbe de répartition thermique correspondant à chaque passe se situe les une au dessus des autre a fur et à mesure que le nombre de passes augmente, mais elles constituent rapidement un fuseau plus au moins serrés. Elles se focalisent à des températures assez proches. On remarque aussi que les courbes des éprouvettes préchauffées atteignent des maxima supérieurs à celle qui ne sont pas préchauffées.

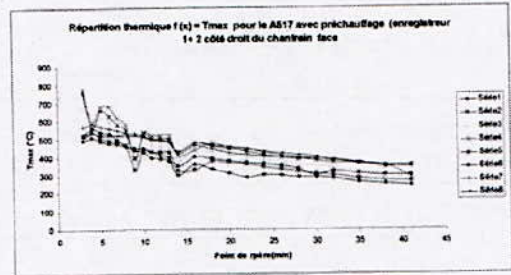


Fig. 18. Répartition thermique pour le A517 avec préchauffage

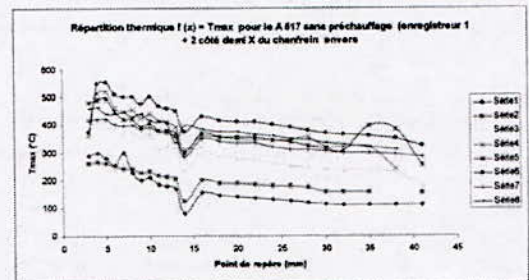


Fig. 19. Répartition thermique pour le A517 sans préchauffage

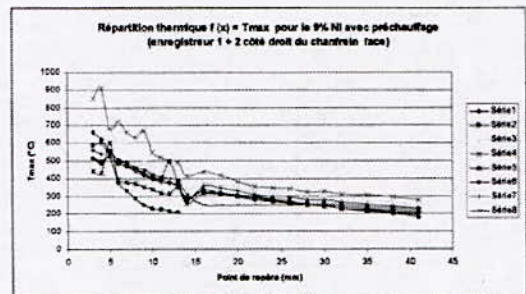


Fig. 20. Répartition thermique pour le A553 (9% Ni) avec préchauffage

VI. 7. Resultats de la diffraction X

La diffraction qui a été faite a pu déceler la présence de la ferrite, ce qui est cohérent avec les conclusions tirées de l'analyse métallographique, mais il est préférable d'approfondir cette analyse en utilisant le MEB

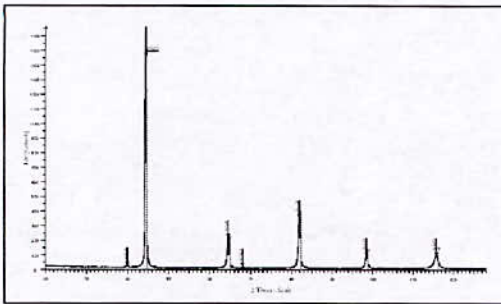


Fig. 21. Analyse spectrométrique pour le A517

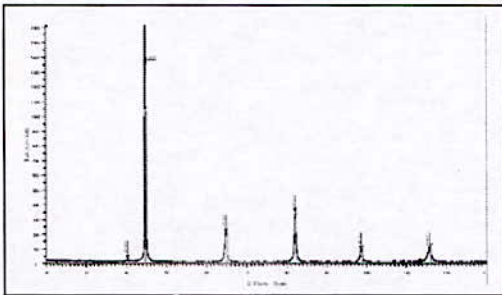


Fig. 22. Analyse spectrométrique pour le A517

VI. 8. La micro dureté

La micro dureté révèle bien la présence d'une zone sur adoucie.

Pour l'alliage A553 9% Ni, la zone fondue a une dureté faible à cause de la nature du métal d'apport qui a une structure austénitique (baguette à 90 % Ni). Une fois soude il garde cette structure par rapport à la ZAT et au métal de base qui ont une structure martensitique. Dans le cas de l'alliage A 517, le métal déposé a une dureté importante car il est autotrempant

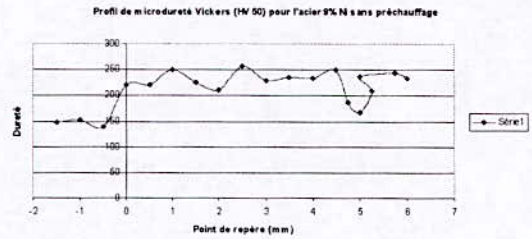


Fig. 23. Micro-dureté Vickers pour le A553 (9% Ni) sans préchauffage

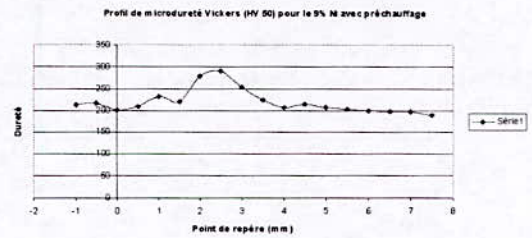


Fig. 24. Micro-dureté Vickers pour le A553 (9% Ni) avec préchauffage

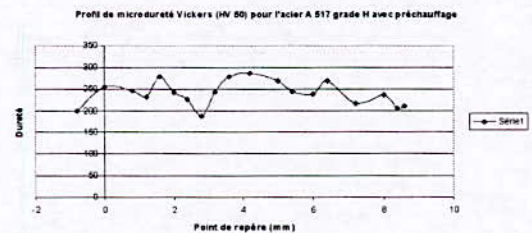


Fig. 25. Micro-dureté Vickers pour le A517 avec préchauffage

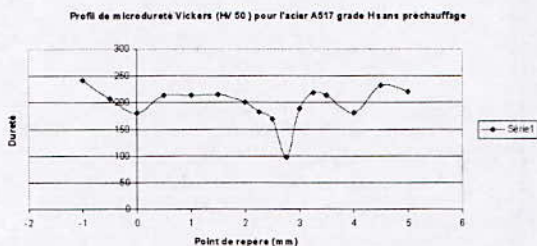


Fig. 26. Micro-dureté Vickers pour le A517 sans préchauffage

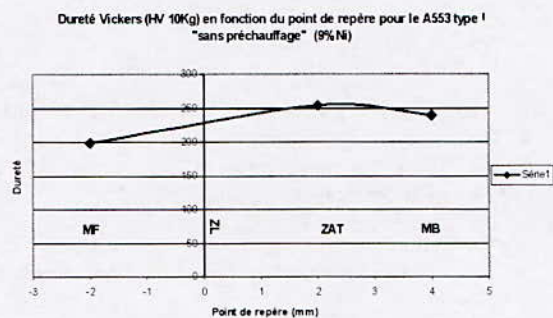


Fig. 28. Dureté Vickers (HV/10Kg) pour le A553 (9%Ni) sans préchauffage

VI.9. La dureté

Les résultats du test de dureté révèlent a une augmentation dans de cette propriété en allant de la zone fondu vers le métal de base pour l'alliage A553 ce qui en concordance vu que le métal de base et la ZAT ont une dureté supérieure à celle du cordon

Dureté Vickers(HV 10Kg) en fonction du point de repère pour le A553 type I (9% Ni) "avec préchauffage"

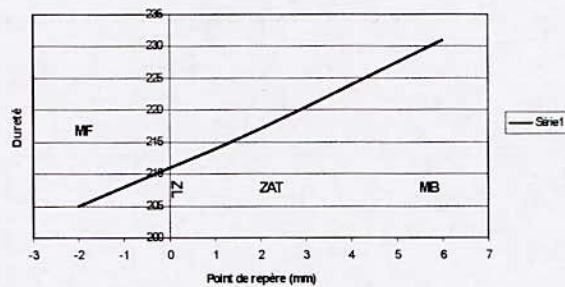


Fig. 29. Dureté Vickers (HV/10Kg) pour le A553 (9%Ni) avec préchauffage

Dureté Vickers (HV 10Kg) en fonction du point de repère pour le A517 grade H "sans préchauffage"

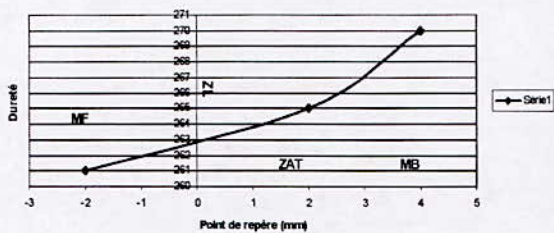


Fig. 27. Dureté Vickers (HV/10Kg) pour le A517 sans préchauffage

Dureté Vickers (HV 10 Kg) en fonction du point de repère pour le A517 grade H "avec préchauffage"

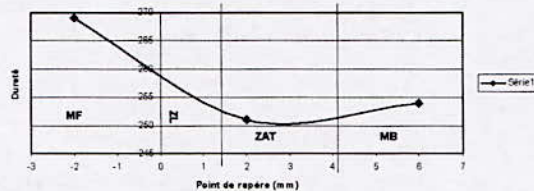


Fig. 30. Dureté Vickers (HV/10Kg) pour le A517 avec préchauffage

VII. CONCLUSION

Les résultats d'étude qui viennent d'être exposés confirment l'intérêt de souder les aciers trempés et revenus avec faible énergie et sans préchauffage pour limiter la zone sur-revenue.

L'effet de consolidation de la zone sur-adoucie atteint le maximum quand cette bande est étroite

Le phénomène par lequel la résistance de la zone sur-adoucie devient artificiellement aussi grande même plus que le métal de base trempé revenu ne dépend que de la largeur de cette zone sur-adoucie.

Plus elle est mince, plus l'efficacité de consolidation est grande.

Il convient de noter qu'il est fortement recommandé d'utiliser des tôles d'essai suffisamment grandes pour obtenir un écart de température suffisamment significatif. En effet plus les tôles sont petites, plus l'apport de chaleur de l'arc est nettement supérieur à la capacité d'évacuation des calories. Les tôles de petites dimensions deviennent très vite sursaturées thermiquement et elle se traduisent par deux conséquences essentielles :

- (i) Les conditions d'essai ne reflètent pas la réalité pratique
- (ii) L'effet de préchauffage quelque soit la température devient insignifiant

Il serait d'une grande utilité de déterminer la largeur maximale sur-adoucie qui se rapproche des conditions réelles.

La littérature spécialisée de soudage ne donne que des informations discrètes sur cette zone inévitablement sur-adoucie par l'opération de soudage.

VIII. REFERENCES

- [1] M. Colombie & Coll Matériaux industriels : Matériaux métalliques Ed DUNOD-2000
- [2] D. Le Roy Olson, T.A. Siewert, S. Liu, G.R. Edwards Welding, Brazing and Soldering ASM HANDBOOK volume 6 Ed. Décembre 1993.
- [3] The Procedure HAND BOOK of Arc Welding LINCOLN ELECTRIC Ed 1995.
- [4] H.Gronjon Base métallurgique de soudage 2^{ème} publication du soudage et de ses applications. Paris 1995.
- [5] A.Vallni Joints soudés contrôle, métallurgie, résistance A.Vallni Ed DUNO 1967.
- [6] Qualification Standar Forging and Brazing procedures, welder , Brozers, and welding and brazing operators- Code ASME Section IX Ed July 1, 1998.



ETUDE EXPERIMENTALE DE L'INFLUENCE DE L'ECROUISSAGE SUR LA PRECIPITATION DANS L'ALLIAGE Al-20Ag (EN MASSE)

TOUATI¹, H. YOUSFI², A. RAHO¹ M. KADI-HANIFI¹

¹Laboratoire des solutions solides, Faculté de Physique, USTHB

²Laboratoire Sciences et Génie des matériaux (LSGM), ENP

RESUME

Il est établi que la solution solide sursaturée Al-Ag se décompose durant un traitement de revenu au premier stade en zones de Guinier et Preston (zones GP). La précipitation des zones GP est suivie de celle de la phase métastable γ' cohérente ou semi-cohérente avec la matrice dont la dissolution permet la précipitation et croissance de la phase d'équilibre γ . De faibles déformations plastiques (laminage à un taux de 10, 20 %) influencent la cinétique de précipitation. Un traitement de revenu à 150°C révèle que la germination des zones GP a été accomplie durant la déformation, par contre un traitement de revenu à 200°C favorise la précipitation de la phase métastable γ' , sans formation préalable des zones GP.

Mots clés : précipitation, déformation, laminage.

I. INTRODUCTION

Bien qu'utilisés et étudiés depuis le début du siècle, les propriétés mécaniques des alliages à durcissement structural à base d'aluminium recèlent toujours certains secrets que les physiciens et métallurgistes s'efforcent de mettre au jour.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés au cas des alliages Aluminium-Argent Al-20 % Ag (en masse). La précipitation des phases métastables peut être influencée par des traitements thermiques de revenu ou par des traitements thermomécaniques (laminage + revenu).

Pour des conditions de traitement bien définies, il est possible d'accélérer la formation des phases métastables qui sont responsables du durcissement de l'alliage.

La déformation plastique provoque non seulement, un durcissement dû à l'écrouissage, mais aussi une augmentation de la densité de dislocations et de sites de germination, et facilite la diffusion dans l'état solide.

II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

L'alliage Al-20%Ag (en masse) a été élaboré sous vide (10⁻⁴ torr) à partir d'éléments purs (99,99%) dans un four

tubulaire vertical. Les traitements thermiques d'homogénéisation des échantillons sont effectués sous un flux d'argon à la température 540°C pendant 12 heures puis trempé à l'eau. Certains échantillons subissent une déformation plastique par laminage à un taux de 10 et 20 %. Les traitements de revenu de l'échantillon non laminé sont effectués juste après la trempé de mise en solution. Par contre, le laminage intervient entre la trempé d'homogénéisation et les traitements de revenu. La cinétique de précipitation a été suivie par des mesures de microdureté.

III. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

La microscopie optique nous a permis de révéler la microstructure des échantillons ayant subi des traitements thermiques et mécaniques.

La figure 1, représente une micrographie de l'échantillon refroidi lentement jusqu'à l'ambiante après élaboration. Elle montre une structure brute de coulée ou structure dendritique. Les zones foncées (noir) sont les dernières à se solidifier.

Cette structure résulte de l'écart aux conditions d'équilibre thermodynamique conditionné par le processus de refroidissement adopté [1-2].

Les dendrites peuvent être éliminées par des traitements thermiques d'homogénéisation.

La figure 2, est une micrographie du même échantillon homogénéisé à 540°C pendant 12 heures, le changement d'une structure dendritique en une structure granulaire est assuré par la diffusion atomique [1-2].

Pour des taux relativement faibles de laminage (10, 20 %), on a pu observer une texture morphologique des grains allongés suivant la direction de laminage indiquée par la flèche (fig. 3 a et b).

A partir des courbes isothermes de microdureté des échantillons déformés et non déformés (fig. 4 et 5), nous pouvons déduire :

à 150°C (fig. 4), l'augmentation rapide de la microdureté au début du traitement de l'échantillon non déformé (pour t inférieur à 7 heures), est due à la formation et à la croissance des zones GP [3-4].

Au maximum de leur formation, la microdureté atteint une valeur constante représentée par le palier qui s'étale de t = 7 heures jusqu'à t = 19 heures [3-4].

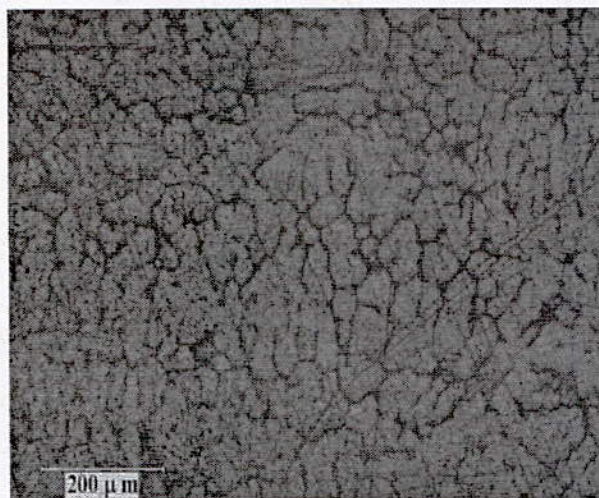


Fig. 1. Micrographie d'un échantillon après élaboration, subissant un refroidissement lent jusqu'à l'ambiante (structure dendritique)

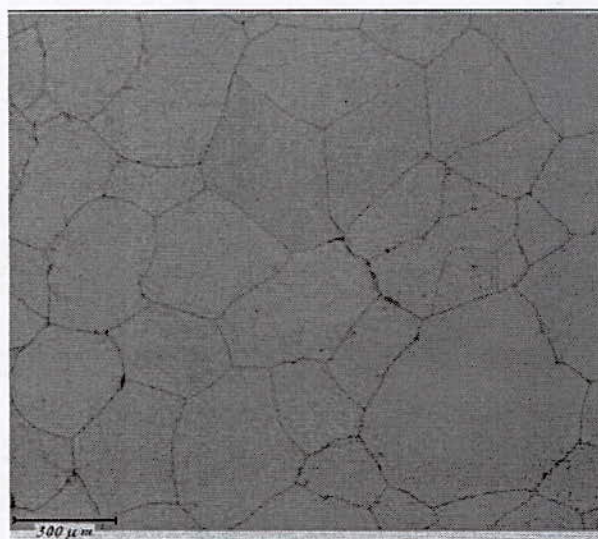


Fig. 2. Micrographie de l'échantillon homogénéisé à 540°C pendant 12 heures (Structure granulaire monophasée)

A partir de 19 heures de maintien, une autre augmentation de la microdureté est causée par l'apparition d'une nouvelle phase. Les zones GP, préalablement formées, se dissolvent pour alimenter en atomes d'argent les germes de précipités de la phase métastable γ' cohérents avec la matrice [4-6].

Par ailleurs, les courbes isothermes de microdureté des échantillons déformés et non déformés suivent des cinétiques voisines à partir de $t = 8$ heures, légèrement accélérées pour les échantillons laminés.

La précipitation de la phase métastable γ' , commence à apparaître à partir de 16 heures de revenu, pour l'échantillon laminé à 10% et à partir de 14 heures approximativement pour l'échantillon laminé à 20%. Alors que pour l'échantillon non laminé elle ne précipite qu'à partir de 19 heures de revenu. Nous observons aussi, qu'au début de la décomposition (t inférieur à 8 heures), l'échantillon déformé présente une lente cinétique de formation et croissance des zones GP, se qui suggère que la germination des ces amas a été accomplie durant la déformation.

En effet, la densité élevée des dislocations avant le traitement de revenu, les favorise comme sites de germination et accélère l'écoulement du soluté par la diffusion hétérogène [7-8]. Par ailleurs, la précipitation des zones GP nécessite une faible énergie d'activation [9].

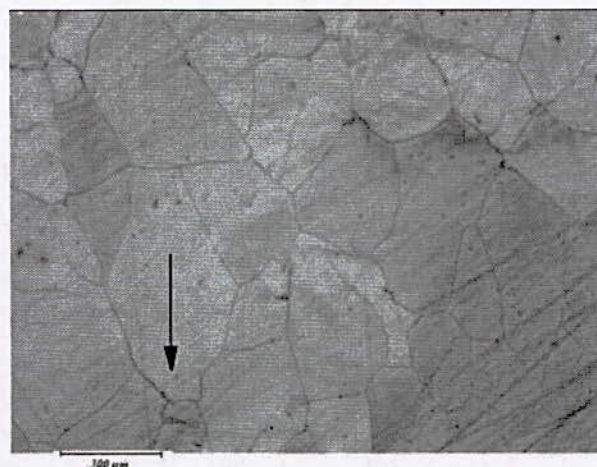


Fig. 3. Micrographies prises sur le plan de laminage des échantillons homogénéisés à 540°C et laminés pour des taux de laminage ; (a) 10%, (b) 20%, (la flèche indique la direction du laminage)

Ainsi l'énergie mécanique fournie lors de la déformation et qui s'est dissipée sous forme de chaleur (le matériau se chauffe) a servi à favoriser la germination de ces zones [8]. A 200°C (fig. 5), pour l'échantillon non laminé on observe le même phénomène qu'à 150°C, mais avec une cinétique de formation des zones GP beaucoup plus importante ; le palier caractérisant le maximum de leur formation s'étale seulement de $t = 1$ heure à $t = 2$ heures. Par ailleurs, le maximum de dureté indiquant la formation totale de la phase durcissante métastable γ' [4-6], est atteint à $t = 20$ heures. A partir de $t = 26$ heures de maintien, la diminution de la dureté est due à la dissolution de la phase γ' qui va servir à alimenter en atomes d'argent la phase d'équilibre γ incohérente avec la matrice et qui est responsable de l'adoucissement de l'alliage [10, 11].

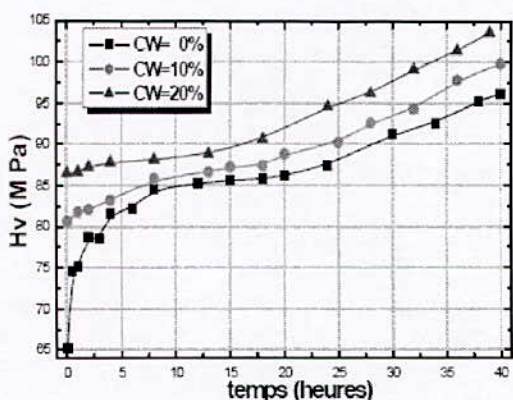


Fig. 4 : Comparaison des courbes isothermes à $T = 150$ °C, pour différents taux de laminage (CW=0, 10, 20 %)

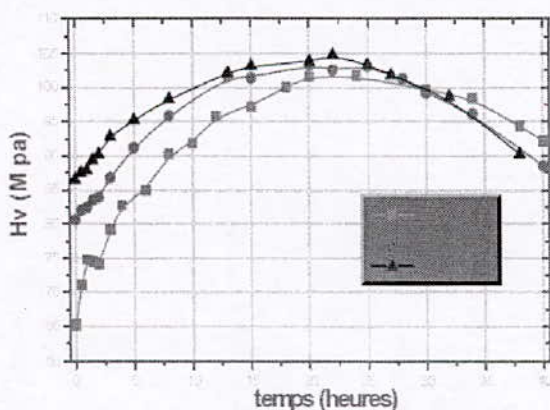


Fig. 5 : Comparaison des courbes isothermes à $T = 200$ °C, pour différents taux de laminage (CW=0, 10, 20 %)

Par ailleurs, pour les échantillons laminés, il y a directement formation et croissance de la phase métastable γ' sans formation préalable de zones GP, avec une cinétique légèrement accélérée comparée à celle de l'échantillon non laminé. Le maximum de durcissement des trois échantillons est atteint approximativement pour $t = 20$ heures.

La dissolution de la phase γ' (ou la précipitation de la phase γ) suit la même cinétique pour les échantillons déformés, et est légèrement accélérée comparée à celle de l'échantillon non déformé

L'énergie libre du système diminue avec l'apparition des phases secondaires au sein de la matrice [8,12-14]. Ainsi un traitement de revenu à 200°C (fig. 5) avec la présence des sites de germination, favorise la précipitation de la phase métastable γ' qui est thermodynamiquement plus stable que les zones GP.

Donc la déformation plastique fournit les conditions favorables pour cette réaction, par l'augmentation du taux de diffusion et du nombre des sites de germination [6-7, 13].

On peut affirmer que l'application d'une déformation plastique avant le traitement de revenu, favorise la réaction de précipitation dans l'état solide tout en accélérant la réaction dans les échantillons déformés subissant le même traitement.

IV. CONCLUSION

Les courbes isothermes de microdureté ont mis en évidence la précipitation des zones GP, de la phase métastable γ' et de la phase d'équilibre γ au cours des traitements thermiques de revenu. Des faibles déformations plastiques par laminage à des taux de 10 et 20 % avant les traitements de revenu, ont pour effet d'accélérer le processus de précipitation.

V. RÉFÉRENCES

- [1] R. W. K. Honeycombe and H. K. D. H. Bhadeshia, *Steels*, «*Microstructure & Properties* ». 2nd édition, Arnold, 1995
- [2] A. Porter & K. E. Easterling, «*Phase Transformations in Metals and Alloys* », 2nd édition, Chapman & Hall, 1992.
- [3] R. Erni, H. Heinrich, G. Kostorz, *Phil. Mag. Letters*. Vol. 83, 2003, p. 599
- [4] A. Malik B. Schönfeld, G. Kostorz, J. S. Pederson, *Acta Mater.* N°44, 1996, 4845
- [5] G. H. Deaf, S. B. Youssef, M. A. Mahmoud. *Physica. Status. Solidi (a)*. Vol. 168, 1998, p. 389
- [6] H. Voss. *Philosophical Magazine*. A 79, 1999, p. 423

- [7] D. Blavette, E. Cadel, A. Fraczkiewicz and A. Menand. *Science. Dec.* 17, (1999), 2317
- [8] R. E. Reed-Hill, R. Abbaschian, « *Physical Metallurgy Principles*», PWS-Kent Publishing Company, Boston, 1992
- [9] R. P. Nicholas, G. Thomas et J. Nutting, *Acta met.* 8, (1963), 172
- [10] E. Abd El-Salam, M.A. Mahmoud, A.M Abd El-khalek, R.H. Nada, *Physica. B* 324, 2002, 110
- [11] H.I. Aaronson K.B. Alexander, F.K. LeGoues and D.E. Laughlin. *Scripta Metall.* 22, 1988, 1671
- [12] P. S. Chen, A. K. Kuruvilla, T. W. Malone et al. *Journal of Materials Engineering & Performance.* 7, 1998, 682.
- [13] L.B. Ber and V.G. Davydov, *Mater. Sci. Forum* 396-402, 2002, 983
- [14] B.Dubost et P.Sain fort. « *Durcissement par précipitation des alliages d'Aluminium* », *Technique l'ingénieur, traité de Métallurgie*, Paris, M240

CONCEPTION ET REALISATION D'UN BROYEUR, INFLUENCE DE LA TAILLE INITIALE DES COPEAUX SUR LA POUDRE OBTENUE.

R. OURAHMOUNE, A. KASSER

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie.
Ecole Nationale Polytechnique, 10, Avenue Hassen Badi BP 83 El Harrach, Alger, Algérie.

RESUME

Le travail présenté est une recherche dans le domaine d'élaboration de la métallurgie des poudres par broyage mécanique. Ainsi, nous avons conçu et réalisé un broyeur à lames tranchantes pour produire des poudres métalliques à partir du recyclage des copeaux d'usinage. Aussi, par cette méthode des copeaux de bronze ont été pulvérisés en une poudre fine. L'optimisation des paramètres de broyage a permis de dégager les conditions idéales qui permettent l'obtention d'un produit broyé de qualité en termes de taille et de forme des particules. Ceci grâce au contrôle facile des variables de broyage.

Mots clés : métallurgie des poudres; poudres métalliques; élaboration des poudres; broyage; broyeur; broyeur à lames; broyeur à boulets; tamisage; caractérisation de poudre; les bronzes; désintégration; fragmentation.

I. INTRODUCTION

Les étapes de fabrication des pièces métalliques par la métallurgie des poudres dépendent essentiellement des caractéristiques de la poudre en question, telles que la taille moyenne et la forme de la particule ainsi que la distribution de taille.

Les caractéristiques des particules diffèrent selon les procédés de fabrication de la poudre qui peuvent être classés en quatre groupes essentiels:

- Procédé physique
- Procédé chimique
- Procédé mécanique
- Procédé électrolytique

Le broyage mécanique est l'une des méthodes les plus utilisées dans l'élaboration des poudres métallique, essentiellement pour les matériaux fragile. La réduction en poudre se fait par choc et abrasion des particules grossières, en utilisant des broyeurs tels que le broyeur à mâchoires, à boulets, à marteaux,... etc [1].

Nous avons fait l'étude, la conception puis la réalisation d'un broyeur à lames. L'idée principale concernant la conception nous a été inspirée à partir d'un robot de cuisine qui utilise des outils (lames) pour désintégrer les aliments de consommation. Ainsi, nous avons adopté notre machine avec des outils tranchants mobiles et fixes pour transformer à grande vitesse de rotation les copeaux d'usinage en fines particules de poudre. Le résultat de broyage est très satisfaisant, dans la mesure où la fraction fine de poudre obtenue par ce nouveau broyeur est plus grande que celle des autres broyeurs en usage dans les laboratoires.

II. LE BROYAGE MECANIQUE

Le broyage des copeaux d'usinage durs ou ductiles a une grande importance industrielle et économique dans le domaine de la métallurgie des poudres. La pulvérisation mécanique est la méthode la plus employée dans la production des poudres à partir des métaux durs et les oxyde. Le broyage des gâteaux spongieux obtenus par la réduction des oxydes ainsi que les agglomérés d'origines électrolytiques est le processus le plus commun des processus de broyage. Dans ce but, des broyeurs divers sont employés pour transformer des particules grossières en particules fines.

La pulvérisation mécanique est limitée aux métaux relativement durs et fragiles, comme le tungstène et le bismuth, par exemple. Quelques métaux réactifs comme le béryllium et les hydrures des métaux sont employés pour la production des flocons de métaux et les matériaux chimiquement fragilisés [2].

Le regain d'intérêt aux poudres de métaux avec des tailles de particule plus fines que celles des particules de poudres produites par atomisation a réactivé l'intérêt porté au broyage mécanique qui jouit d'une faible attention auparavant. Cependant, des recherches spécifiques ont été menées par des entreprises industrielles dans ce domaine, ce qui a permis la mise en œuvre d'équipements sophistiqués de production des poudres par cette technique [3]. Les objectifs du broyage incluent :

- La réduction de taille des particules
- Le changement de forme par la déformation et l'écaillage
- L'agglomération
- L'élaboration d'alliages métalliques après le mélange d'éléments divers
- La modification de certaines propriétés physiques et mécaniques telles que la densité, la coulabilité, la dureté... etc.

Dans la plupart des cas, l'objectif du broyage est la réduction de taille des particules. Cependant, les fractures durant les opérations de broyage à froid ou des soudures à froid de certaines particules impactées les unes aux autres peuvent aussi produire des transformations polymorphes [3]. L'effet spécifique que le broyage a sur une poudre dépend des propriétés physiques et chimiques de celle-ci et des conditions de broyage. Le choix du processus de broyage est basé sur le résultat désirable de l'opération de broyage, le comportement de la poudre dans les conditions de broyage choisies, les caractéristiques de la poudre et les propriétés physiques et mécaniques de l'équipement utilisé.

Pendant le broyage, plusieurs types de forces agissent sur la particule : l'impact, l'usure et la compression. L'impact est la frappe instantanée d'un objet par un autre. Les deux objets peuvent se déplacer sur une même trajectoire, mais en sens opposés ou alors que l'un est en mouvement et l'autre stationnaire. L'usure est la production des débris plus fins sous l'action du frottement entre deux corps. Ce type de force de broyage est efficace quand le matériau est friable et expose une abrasion minimale.

Le cisaillement consiste en la réduction ou la division des particules et est combiné habituellement avec d'autres types de forces. Le cisaillement contribue à la fracture en cassant les particules en de fines pièces individuelles avec un minimum de pertes énergétiques. La compression est l'application lente des forces compressives à un corps. Ce type d'action de broyage est d'habitude associé aux broyeurs à mâchoires et la cassure de grands agglomérés de matériaux durs et résistants.

La conception et l'amélioration des processus de broyage ont été basées principalement sur des données empiriques et semi-empiriques relatives aux matériaux à broyer et aux équipements de broyage. L'avancement a été fait dans la compréhension de la nature de la fracture fragile, des particules simples, de matériaux relativement homogènes comme le verre. La recherche fondamentale sur le broyage des métaux malléables est faible, malgré qu'il existe certains nombres de phénomènes qui influent directement ou indirectement sur le processus.

Le morcellement n'est pas en juste proportion quand les particules sont impactées par des moyens les faisant entrer en collision.

La fracture se produit dans des matériaux durs et fragiles avec une déformation plastique minimale des particules et une agglomération par soudage à froid. La déformation, le soudage à froid et la fracture se produisent à des degrés différents dans des matériaux durs et malléables. Bien que des poudres de tailles inférieures à 150 µm soient le plus fréquemment broyées, des particules de taille allant jusqu'à 6 mm et plus peuvent être traitées.

III. LES PRINCIPES DE BROYAGE

III.1 La fracture fragile

La théorie énoncée par GRIFFITH [4], assume que tout matériau fragile contient des fissures bien dispersées, et que sa fracture émane de l'ensemble de ces fissures [4]. La contrainte σ_c à laquelle la fissure se propage, dépend de la taille du crack. La forme générale de l'équation de la fracture pour les modes de chargement qui mènent à des fissures catastrophiques est :

$$\sigma_c = A \sqrt{\frac{\gamma E}{c(1-\mu^2)}} \quad (1) [4]$$

où :

A : Constante numérique dépendant de la géométrie du crack, de sa position, du mode de chargement et des dimensions de la particule (ex. : pour un crack en fente sur une feuille infinie $A = (2\pi)^{1/2}$).

C : Taille du crack.

E : Module d'élasticité.

μ : Coefficient de Poisson.

γ : Energie de surface de la substance utilisée.

Ainsi, la force mesurée dépend de la taille du crack, des propriétés élastiques et de l'énergie de surface. Pour les matériaux fragiles, γ est prise entre 10^3 et 10^4 erg/cm².

La contrainte σ pour la fracture d'une particule peut être représentée par :

$$\sigma = \sqrt{\frac{2Er}{L}} \quad (2) [4]$$

Où

L : Longueur du crack

r : Rayon du crack à la pointe de la propagation

Lorsque la contrainte à la pointe du crack égalise la force de cohésion entre atomes, toutes les nouvelles énergies de surface sont approvisionnées par la contrainte elle-même à partir de l'énergie de déformation élastique et correspond approximativement au modèle de GRIFFITH.

Trois types d'écoulement (faciaux, en volume ou en coin) ont été découverts par GILVARRY [5], avec le respect de la position dans la surface ou à l'intérieur des particules individuelles. La fracture initiale en surface des particules individuelles, commence généralement par un écoulement en surface sur la particule originale. Cependant, l'insuffisance de l'écoulement en surface existe pour expliquer le grand nombre de fragments formés durant la fracture fragile. Lorsqu'un écoulement intérieur est activé, deux surfaces en opposition sont créées, chacune d'elles contient des écoulements coupés par la propagation de la fracture. De nouvelles surfaces de fractures sont ainsi produites par la propagation des fractures à partir de ces écoulements volumiques.

D'après GILVARRY [5], les trois types d'écoulement sont distribués indépendamment l'un de l'autre, comme conséquence de l'orientation hasardeuse des fractures en surface et la contrainte de fracture. Les écoulements activés sont distribués aléatoirement, indépendamment d'une quelconque contrainte produisant des fractures. Plus spécifiquement, la position de l'écoulement à l'intérieur d'un domaine est indépendante de la position des autres écoulements. Les fractures sont initiées par un système de contraintes extérieures qui sont dégagées avec la propagation des premiers écoulements faciaux.

Après la fracture initiale, les écoulements sont activés par les ondes de contraintes qui sont générées par l'application et le retraitement des contraintes externes. Selon GILVARRY [5] l'exposition des écoulements est distribuée selon une forme parabolique.

Durant une opération de broyage, les conditions de réalisation d'une fracture sont satisfaites occasionnellement. Le temps et l'énergie requis pour produire une fracture varient avec le processus de broyage et son environnement. Comme la taille des particules diminue, la concentration de l'écoulement et la taille diminue, à un point où l'écoulement en arrêtes ne reste plus longtemps dans les particules activées par les contraintes [5]. En ce point, la fracture s'arrête.

V. CONCEPTION ET REALISATION DU BROUYEUR

Tout travail de recherche a pour but de servir l'industrie, d'une façon rentable et efficace. Dans cette optique, nous avons conçu et réalisé un broyeur dont le but est de produire des poudres métalliques à partir des copeaux d'usinage. Ainsi, le recyclage de ces déchets industriels peut s'avérer très économique si l'équipement de broyage est efficace. Le broyeur à lames que nous avons réalisé, a pour objectif d'affiner au maximum la poudre obtenue à partir du broyage à grande vitesse des déchets d'usinage en un temps minimal. Le schéma général de la machine est représenté à la figure 4.

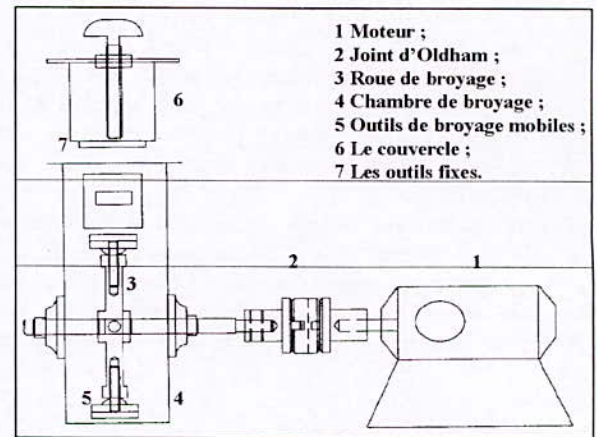


Fig.4. Schéma de définition du broyeur

V.1 Description du broyeur

Le broyeur est constitué essentiellement, d'une chambre de broyage qui a une forme semi-cylindrique. A l'intérieur de cette chambre, un disque sous forme d'une poulie est fixé sur un arbre à l'aide d'une goupille. L'arbre est couplé à un moteur électrique à vitesse variable à travers un joint d'Oldham qui a pour but de corriger un manque de coaxialité entre les deux arbres. Sur la circonférence du disque, (08) outils de broyage sont fixés à travers des tiges filetées et des écrous de freinage. La chambre de broyage est fermée par un couvercle sur lequel sont soudés des outils fixes sur une trajectoire circulaire. Le couvercle est monté sur la chambre grâce à deux tiges filetées dont la rotation permet de régler l'écartement (le gap = e) entre les outils fixes et les outils mobiles de broyage. L'ensemble est fixé sur un châssis de forme rectangulaire.

V.2 Caractéristiques techniques du broyeur

- Un moteur à vitesse variable entre 300 tr/min et 2000 tr/min ;
- la chambre de broyage a un volume de 3120 cm³ ;
- la roue porte outils comporte au maximum 8 outils mobiles ;
- le couvercle porteur de contre lames comporte 7 contre lames.

VI. PROCEDURES EXPERIMENTALES

Le recyclage des déchets d'usinage consiste à réduire les copeaux d'usinage à l'état de poudre, puis on procède à la mise en forme de cette poudre par compactage, et leur consolidation par un frittage pour leur donner les propriétés voulues.

Plusieurs paramètres de broyage influent sur la forme et la taille moyenne des particules de poudre obtenue. Le broyeur que nous avons conçu présente au moins six variables, lesquelles si elles sont bien combinées peuvent permettre l'obtention d'un bon produit. Ces variables sont :

- a. Le temps de broyage
- b. La charge broyée.
- c. La taille initiale des copeaux.
- d. La vitesse de broyage.
- e. Le nombre d'outils
- f. La distance entre les outils et les contre lames.

Dans notre recherche, nous nous proposons d'analyser l'influence de la taille initiale des copeaux et l'évolution de la fraction fine en fonction de ces derniers.

VI.1 Présentation des résultats

Après avoir fabriqué des copeaux de bronze par usinage au tour, en utilisant la technique de caractérisation par tamisage, on obtient les résultats de la caractérisation présentés dans le tableau 1.

Tableau 1.
Diamètres moyens des copeaux d'usinage.

	Nature des Copeaux		
	Grossier	Moyen	Fin
Diamètre Moyen (µm)	1412,98	594,97	318,12

VI.2 Résultats du broyage des copeaux d'usinage

Les conditions de broyage sont :

- o Masse initiale des copeaux 500 grs;
- o Vitesse de broyage V= 2000 trs/min;
- o 8 outils de broyage;
- o Distance (e) minimale;
- o Temps de broyage 8 heures.

Tableau 2
Influence de la taille initiale moyenne des copeaux sur la taille des particules de poudre

La taille initiale moyenne des copeaux (µm)	La taille moyenne de la poudre obtenue (µm)
318,122	140,133
594,973	146,510
1412,985	142,935

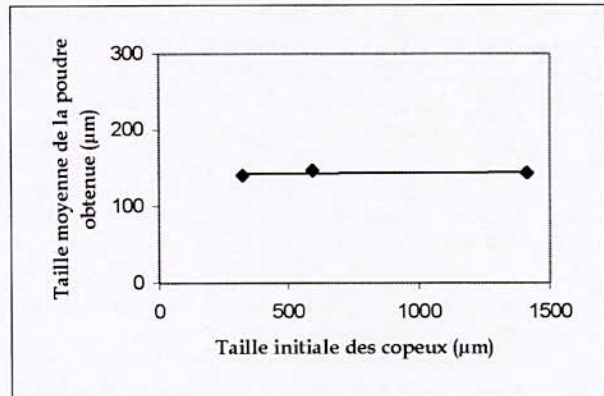


Fig. 5 Influence de la taille initiale moyenne des copeaux sur la taille des particules de poudre.

Lors du broyage d'une masse de 500 g de copeaux pendant 8 heures à vitesse maximale, on a utilisé trois gammes de copeaux dont les tailles sont 318, 595 et 1413 µm. Le but de cette variation est de montrer l'effet de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne de la poudre obtenue. De la figure 5 on remarque que la courbe d'influence est une droite parallèle à l'axe des abscisses. Par conséquent, la taille moyenne de la poudre obtenue ne varie pas beaucoup en fonction de la taille initiale des copeaux. Le faible écart observé, de l'ordre de quelques microns (5 µm), ne peut être considéré comme étant le résultat de l'influence de cette variable de broyage car très proche de l'erreur de mesure.

Cela peut être expliqué par l'effet du cisaillement, qui est le premier mécanisme de broyage dominant qui opère dans notre broyeur. Ainsi, on a vu dans l'influence du temps que la taille moyenne de la poudre obtenue diminue rapidement dans l'intervalle de temps d'une heure [7]. Donc quelle que soit la taille des copeaux fins, moyens, ou grossiers, ils vont être égalisés par cisaillement à la même taille qui correspond à l'écartement entre les outils fixes et mobiles. Par conséquent, au delà d'une heure de broyage toutes les gammes de copeaux auront la même taille et subiront les mêmes conditions de broyage conduisant presque à la même taille moyenne enregistrée.

Comme conséquence directe de ces résultats, la taille initiale des copeaux n'a pas d'influence marquante sur la taille moyenne de la poudre obtenue.

VI.3 Evolution de la fraction fine

La fraction fine est la masse de poudre produite retenue par l'assiette dont la taille est inférieure à 38 µm (tamis le plus fin disponible). L'évolution de cette fraction fine en fonction de la taille initiale des copeaux est représentée à la figure 6.

Tableau 3.
Evolution de la fraction fine retenue en fonction de la taille initiale des copeaux.

Taille initiale des copeaux (µm)	318.12	594.97	1412.98
Fraction fine (grs)	56.9	66.9	98.9

Le but de cette étude est d'optimiser les paramètres du broyeur réalisé. Pour avoir une taille moyenne de particule de poudre plus fine possible, on a étudié l'évolution de la fraction fine en fonction la taille initiale des copeaux. Cette fraction fine est définie comme le rendement de notre broyeur. C'est à dire sa capacité à produire la plus fine taille de poudre dans des conditions données.

La figure 6 montre que la courbe d'évolution de la fraction fine est une droite de pente positive. Ce qui veut dire que la masse de la fraction fine augmente avec l'augmentation de la taille initiale des copeaux. Cette constatation peut être expliquée par le fait qu'un copeau grossier a une grande masse, donc à une grande vitesse de broyage (2000 tr/min), l'écrasement et la fragilisation des copeaux sont très importants, facilitant ainsi la fragmentation de ces derniers et donc l'augmentation de la fraction fine.

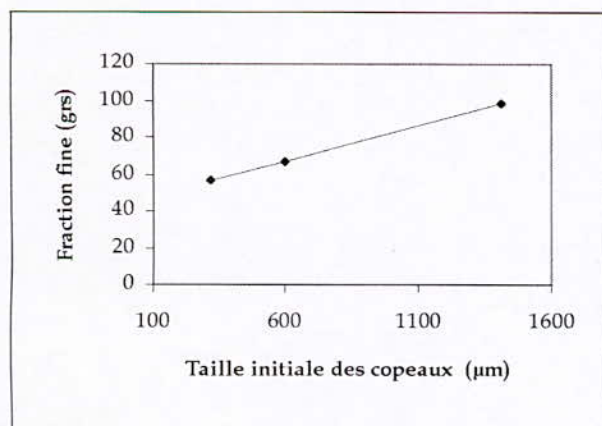


Fig. 6 Evolution de la fraction fine retenue en fonction de la taille initiale des copeaux.

VII. ANALYSE DE LA FORME DE LA POUDRE OBTENUE

La forme des particules est un facteur très important dans les processus conventionnels de la métallurgie des poudres. C'est ainsi que la forme peut influencer positivement ou négativement sur le compactage et le frittage des comprimés de poudre, suivant que la forme des particules est sphérique ou irrégulière.

Après 8 heures de broyage, les particules de poudre sont devenues quasi-sphériques. Mais dans les études précédentes et dans le broyage mécanique classique, les particules de poudres obtenues ont une forme irrégulière, ce qui est contraire à nos résultats. En augmentant le temps de broyage, on observe une évolution des particules vers une forme sphérique, avec l'apparition d'une grande fraction de particules en forme d'écaillés ou de flocons. Ces dernières sont tellement fines qu'elles s'agglomèrent avec les plus grosses particules à cause de la rugosité de surface. Ces particules sont montrées à la figure 7.

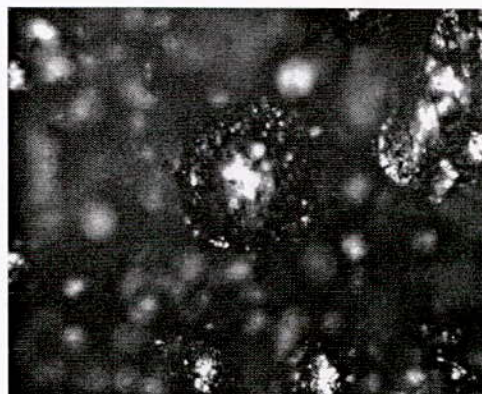


Fig. 7 Agglomération des particules fines sur les particules sphériques (G = 100 X).

Pendant la caractérisation par tamisage de la poudre, on a constaté que la majeure partie de la poudre est retenue par les tamis du milieu de la série. Ceux-ci correspondent aux tamis d'ouverture 150 et 160 µm. D'après les observations microscopiques, on remarque que la majorité de ces poudres ont une forme sphérique. Cette dernière est due au roulement des particules de poudre sur la paroi par les outils, comme c'est illustré à la figure 8.



Fig. 8 Forme des particules de poudres retenues dans les tamis 150 et 160 μm ($G = 100 \text{ X}$).

La fraction fine de poudre retenue dans l'assiette est importante comme produit de broyage. La figure 9, montre que la fraction fine est sous forme d'écaillés ou sous forme de flocons avec des angles arrondis pour certaines et aigus pour d'autres. Cette fraction fine est le produit de l'attrition et de la fragmentation par percussion. L'arrondissement des angles se fait par roulement et rotation des particules dans la chambre de broyage.

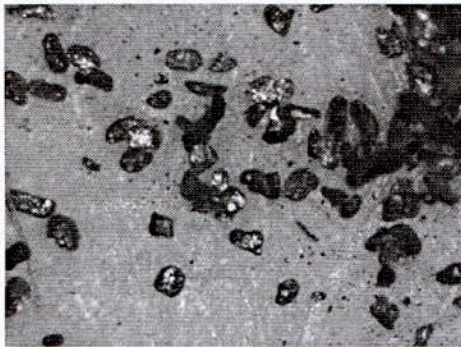


Fig. 9 Fraction fine retenue dans l'assiette de la série des tamis. ($G = 100 \text{ X}$)

VIII. CONCLUSION

Au cours de ce travail nous avons étudié l'efficacité et l'influence de la taille initiale des copeaux sur la taille moyenne et la forme des particules de poudre obtenue. Dans ce but, nous avons montré l'influence de ce paramètre sur le produit fini sous forme de courbes montrant la variation de la taille moyenne de la poudre obtenue en fonction de ce paramètre.

Les principales constatations qui découlent de cette étude sont :

* La taille initiale des copeaux n'a pas d'influence sur la taille moyenne de la poudre obtenue. C'est un avantage pour l'industrie de la MDP qui peut ainsi utiliser les copeaux de récupération sans se soucier de leur taille initiale ni de leur forme.

* La forme des particules obtenues après 8 h de broyage est sphérique, ce qui est inattendu dans le cas du broyage mécanique où on obtient la forme irrégulière. La forme sphérique est un avantage dans la dernière étape d'élaboration des pièces par métallurgie des poudres car elle permet d'activer le frittage qui se fait plus rapidement que dans le cas d'une poudre qui se présente sous une forme irrégulière.

IX. REFERENCES

- [1] G. Cizeron, *La Revue de Métallurgie CIT / Science et Génie de Matériaux*, Mai 1994, pp. 683-392.
- [2] R. Mbybr, *Poudre Métallique, Techniques de l'ingénieur, Fasc M862*, 1980.
- [3] M. Senna; H. Kuno, Polymorphic Transformation of PbO by Isothermal Wet Ball-Milling, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol 54 (No. 5), May 1971.
- [4] A. A. Griffith, "*Trans. Roy. Soc.*". Lond., Vol A221, 1921, p. 163.
- [5] Gilvarry, J. J. and BORGSTROM, B.M., Fracture and Comminution of Brittle Solids, *AIME Trans.*, Vol. 220, 1961, p. 380.
- [6] P. Ansart, « Les Propriétés du Cuivre et de ces Alliages », *Ed Variences*, 1992, pp. 36-43.
- [7] R. Ourahmoune; A. Kasser, Conception et réalisation d'un broyeur à lames et élaboration d'une poudre de bronze, *Mémoire de PFE*, ENP, 2003, pp. 85-87.

COMPORTEMENT EN FROTTEMENT-USURE DES REVETEMENTS A BASE DU MOLYBDENE

A. RAZALI¹, N.MESRATI¹, D.TREHEUX².

¹ Laboratoire Sciences et Génies des Matériaux, École Nationale Polytechnique d'Alger.
10, avenue de Hassen Badi EL Harrach Alger (Algérie).

² Département STMS Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513
École Centrale de Lyon B P 163. 69134 Ecully cedex (France).

RESUME

Le comportement en frottement-usure, relève souvent d'une situation spécifique et caractéristique aux conditions du test. Les seules démarches proposées, consistent en une analyse expérimentale comparative entre différents matériaux ou revêtements comme moyens de protection. Ainsi, notre étude est axée surtout sur la caractérisation mécanique du couple Mo/25CD4 et la mise en évidence des différents mécanismes intervenant lors du contact entre les antagonistes (formation de débris, influence du nombre de cycles et de la charge, lubrification,...).

Mots Clés : Projection thermique, multimatériaux, Mo/25CD4, frottement-usure, lubrification.

I. INTRODUCTION

Le problème des matériaux en contact en mouvement relatif s'avère de plus en plus important pour la durée de vie des équipements, la pollution et le coût en énergie perdue. Les transformations des surfaces frottantes par projection thermique [1-3], technique qu'on a utilisé dans notre cas, présentent un développement considérable et fort intéressant.

En effet, ces traitements de surface permettent de couvrir le plus grand nombre de problèmes relatifs aux ensembles d'industries, en assurant une diminution notable des pertes par frottement, une diminution substantielle de l'usure par abrasion et donc une meilleure protection en augmentant la durée de vie du matériau ainsi réalisé. Et c'est en analysant le travail des pièces qui s'usent facilement par frottement qu'on a opté pour ce type de revêtement, résistant à l'usure.

Aussi, la lubrification dont le rôle principal est de réduire le frottement et l'usure en introduisant un film entre les surfaces en contact glissant a été prise en considération.

La diversité des conditions de fonctionnement des éléments de machines impose des exigences sévères aux lubrifiants. Ces exigences augmentent quand les mouvements s'orientent vers des performances élevées et de basses consommations de carburant. Il y a également un effort constant pour accroître la durée de vie et réduire les coûts de maintenance

II. MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1. Matériaux étudiés

Pour la réalisation d'un dépôt protecteur sur un acier travaillant en frottement et usure, nous avons utilisé l'acier 25CD4 pour sa disponibilité et sa nuance qui est proche de celle exigée en construction mécanique et notamment pour les pièces frottantes [4-5].

Le revêtement est à base du Molybdène (98,84%) très utilisé par les entreprises Algériennes spécialistes dans le domaine.

II.2. Projection thermique du Molybdène

Avant de projeter le Molybdène sur le substrat, celui-ci doit être préparé avec beaucoup de précaution car c'est une étape déterminante quant à la qualité de l'adhérence du dépôt. La plupart des dépôts métalliques sont réalisés après la projection d'une couche d'accrochage, nécessaire pour une bonne adhérence. Par contre, le Molybdène est déposé sans avoir recours à cette couche, car l'expérience a prouvé que le Molybdène est un élément très adhérent sur les aciers [6].

Contrairement au procédé flamme poudre, la flamme ne sert en projection flamme-fil qu'à faire fondre le métal d'apport, introduit sous forme de fil, de cordon ou de baguette en son centre. Une fois fondu, le matériau d'apport est projeté sur le substrat par un courant d'air comprimé. C'est cette technique que nous avons utilisé dans notre étude.

Pistolets flamme-fil : les pistolets de projection flamme-fil se composent de deux parties (voir figure):

- une partie chalumeau dans laquelle le matériau d'apport est fondu et pulvérisé
- une partie entraînement de fil.

La partie chalumeau comprend un mélangeur de gaz, une buse à gaz, une buse à air. Elle est alimentée par les mêmes gaz que ceux utilisés en projection poudre (oxygène + gaz combustible), auxquels s'ajoute l'air comprimé servant à la pulvérisation du matériau d'apport fondu.

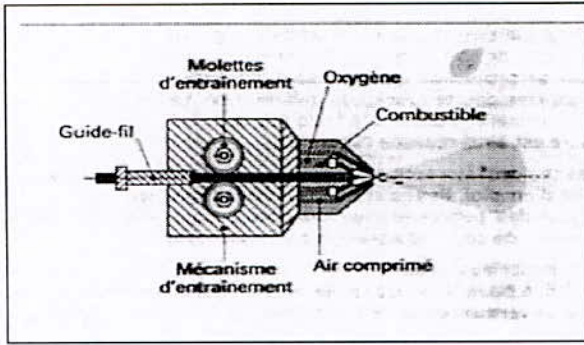


Fig. 1. Principe de fonctionnement d'un pistolet flamme-fil

La vitesse des particules est d'environ 150 m/s et la distance entre buse et substrat est comprise entre 100 et 200mm. Les épaisseurs déposées peuvent aller de quelques dixièmes de millimètre à quelques millimètres. Cette technique de projection permet de réaliser les grandes familles de dépôts suivantes:

- métaux : Zn, Al, Cu, Sn, Pb, Ni, Mo, aciers, aciers inoxydables;
- alliages de base Zn, Cu, Ni ou Sn;
- céramiques sous formes de cordon ou de baguette: NiAl, NiCrBSi, Al₂O₃, Al₂O₃-TiO₂, Cr₂O₃, ZrO₂-CaO.

II.3. Caractérisation tribologique

Pour le bon déroulement des essais tribologiques, on fait subir aux échantillons une rectification des deux surfaces pour que celles-ci soient bien planes, parallèles et répondre aux exigences de l'appareil.

II.3.1 Dispositif expérimental

L'appareil utilisé est un tribomètre bille / plan (figure 2), celui-ci est assisté par un ordinateur qui collecte les impulsions (transmises par des détecteurs), et qui les transforme sous forme de graphe. On enregistre en plus des coefficients de frottement, la dérivée de la force normale instantanée par rapport à la force tangentielle et on définit les éventuelles usures. Usures qui se traduisent dans certains cas par des émissions sonores acoustiques et des fluctuations dans les courbes représentant la force tangentielle. Le coefficient de frottement μ est le rapport de la force tangentielle instantanée sur la force normale appliquée :

$$FT = \mu FN \quad (1)$$

Le dispositif est recouvert d'une enceinte parfaitement fermée qui permet des essais sous atmosphère contrôlée. Le couple de frottement soumis aux tests est constitué par une bille (fixe) en acier 100C6 de dureté moyenne 65HRC et de 10mm de diamètre contre des échantillons

en acier 25CD4 de forme parallépipédique et de dimension 15x10x5. Les substrats étudiés revêtus par la couche de Molybdène subissent une pression exercée par la bille de l'ordre de 20 à 40 N respectivement.

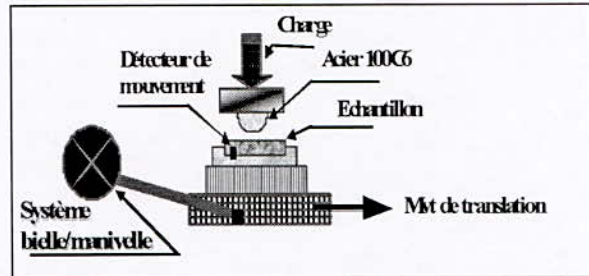


Fig. 2. Schéma du tribomètre bille/plan

II.3.2. Conditions de l'essai

Les essais tribologiques ont été réalisés à des vitesses de 20, 40, et 60 tours/s et à deux pressions différentes, des charges $F_{N1} = 20$ N et $F_{N2} = 40$ N à sec et avec lubrification. Le temps de frottement varie de 30mn à 1 heure selon les vitesses. La course de la bille sur l'antagoniste est de 4mm et le nombre de cycle a été fixé à 1000.

III. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

III. 1. Caractérisation physicochimique

L'analyse par diffraction X de la surface des revêtements de Molybdène, révèle en plus de ce dernier, la présence du dioxyde de Molybdène (MoO₂) (figure 3).

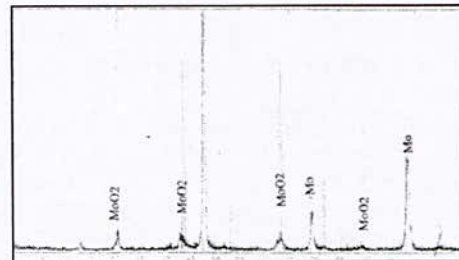


Fig. 3. Spectre de diffraction de la surface du Mo

On note une bonne adhérence de l'acier par le Molybdène le long de l'interface du couple. En effet, la figure 4 montre que l'interface Mo/25CD4 est exempte de défauts macroscopiques (décohésion intercalaire) à l'exception de quelques porosités qui ne peuvent être décelées qu'à fort grossissement. Nos résultats, concordent bien avec la bibliographie concernant la qualité de l'accrochage (Mo/acier). Les mêmes observations ont été faites par Ajrhourh [6] qui a réalisé un dépôt de Molybdène sur le graphite.

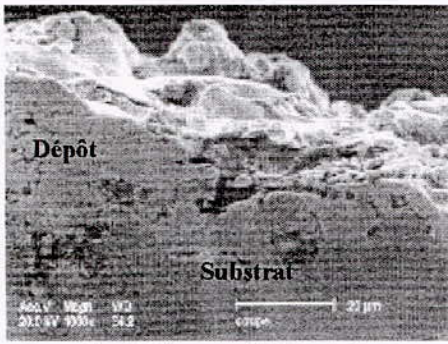


Fig. 4. Micrographie électronique de l'interface Mo/25CD4

III. 2. Caractérisation tribologique

III. 2.1. Evolution du coefficient de frottement pour $F_n = 20N$

Dans le cas où la vitesse $v=20\text{tr/mn}$, la courbe de la figure 5 montre la présence d'un large domaine au début de l'essai jusqu'à environ 300 cycles où le coefficient de frottement est instable, ce qui caractérise la période du rodage, jusqu'à ce que μ atteigne la valeur de 0.5. A ce stade, commence une deuxième période où le coefficient de frottement reste stable jusqu'à 800 cycles. Ensuite, on a une dernière période pour laquelle μ a une valeur moyenne de 0.53. Ce cas correspond à l'éjection des débris d'usure hors du contact.

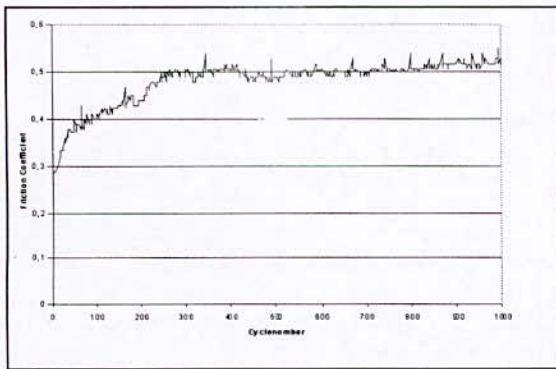


Fig. 5. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 20 \text{ tr/mn}$ et pour $F_n = 20 \text{ N}$

A la vitesse $v = 40 \text{ tr/mn}$, la courbe de la figure 6, comporte un premier domaine plus court par rapport au précédent ($v = 20 \text{ tr/min}$) où le coefficient de frottement présente des instabilités transitoires. A partir de 100 cycles, μ commence à se stabiliser vers une valeur de 0.55 jusqu'à 700 cycles, ensuite nous avons la troisième période où μ atteint la valeur de 0.63.

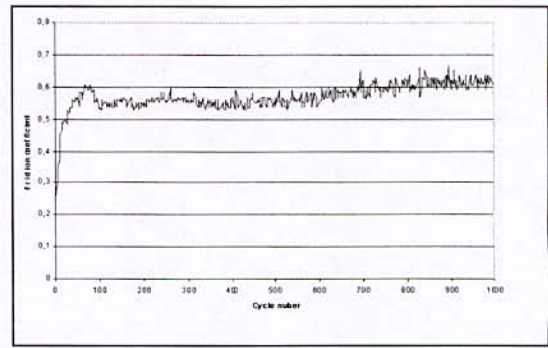


Fig. 6. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 40 \text{ tr/mn}$ et pour $F_n = 20 \text{ N}$

Pour $v = 60 \text{ tr/mn}$, la figure 7 présente également trois domaines avec une première période qui s'étend jusqu'à 50 cycles. Dans la deuxième étape (450 cycles), le coefficient de frottement est égal à 0.6 puis s'élève jusqu'à atteindre une valeur comprise entre 0.61 et 0.7. Pour la même force normale $F_n = 20 \text{ daN}$ et pour les différentes vitesses, la courbe est toujours composée de trois parties dont la première se rétrécit avec l'augmentation de la vitesse. Cela peut s'expliquer par le fait qu'à faible vitesse, les aspérités des deux antagonistes demandent beaucoup plus de temps pour s'accommoder entre elles, ce qui fait que le domaine soit plus large.

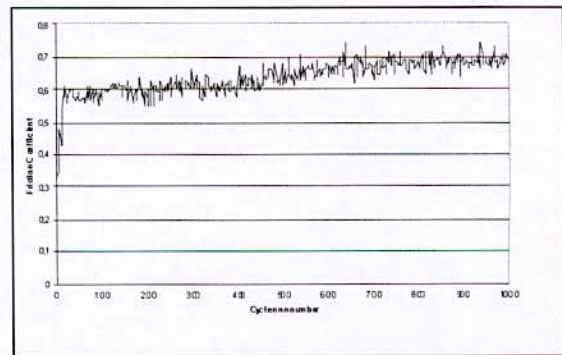


Fig. 7. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 60 \text{ tr/mn}$ et pour $F_n = 20 \text{ N}$

On remarque également que le coefficient de frottement augmente avec la vitesse (figure 8).

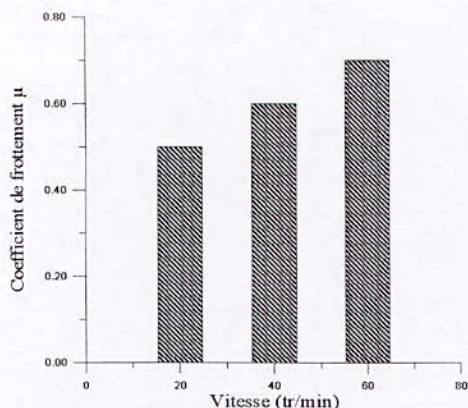


Fig. 8. Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse pour $F_n = 20N$

III. 2.2. Evolution du coefficient de frottement pour $F_n = 40N$

La figure 9, montre que si la vitesse $v = 20$ tr/mn, la courbe présente un premier domaine jusqu'à 250 cycles où le coefficient de frottement atteint une valeur moyenne égale à 0.53. Le deuxième domaine s'étend jusqu'à 600 cycles pour lequel le coefficient de frottement atteint une valeur de 0.56. A partir de la troisième période, μ augmente jusqu'à une valeur maximum de 0.64.

A la vitesse $v = 40$ tr/mn, la courbe de la figure 11, présente un rétrécissement de la première période et μ atteint une valeur de 0.6 pendant la deuxième étape. A partir de 400 cycles, le coefficient de frottement commence à augmenter jusqu'à une valeur maximale égale à 0.68.

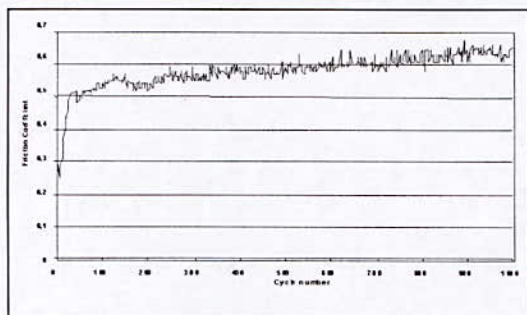


Fig. 9. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 20$ tr/mn et pour $F_n = 40 N$

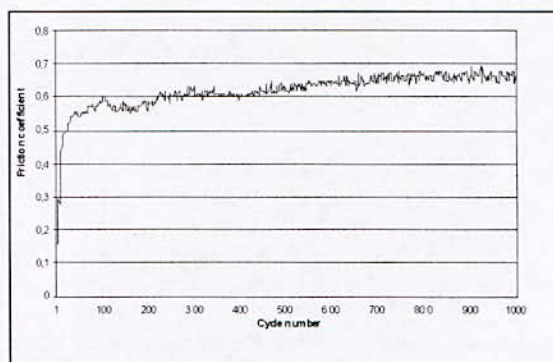


Fig. 10. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 40$ tr/mn et pour $F_n = 40 N$.

Dans le cas où $v = 60$ tr/mn, la figure 11 présente une première période encore plus courte jusqu'à 50 cycles où commence la deuxième au cours de laquelle μ est compris entre 0.63 et 0.7. A partir de 550 cycles, on entame la dernière période où le coefficient de frottement atteint une valeur égale à 0.72.

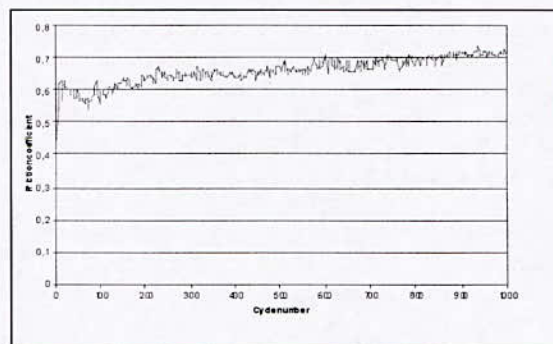


Fig. 11. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 60$ tr/mn et pour $F_n = 40 N$.

Dans ces conditions aussi, on note l'existence des trois domaines et l'influence de la vitesse et de la charge (figure 12). Pour une charge plus grande ($F_n = 40N$), le coefficient de frottement augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale de 0.72.

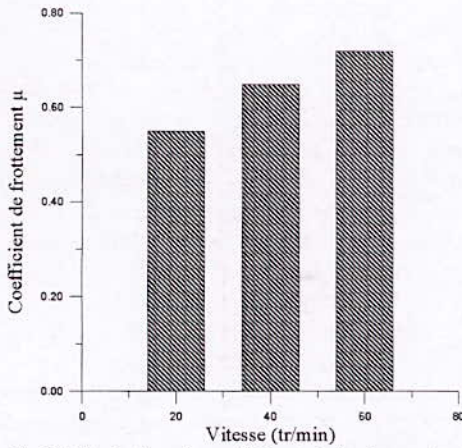


Fig.12. Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse pour $F_n = 40$ N

III. 2. 3. Influence de la lubrification sur le coefficient de frottement

Le rôle principal de la lubrification est de réduire le coefficient de frottement. Dans notre cas, nous avons opté pour l'huile d'indice 40 qu'on utilise habituellement dans les moteurs d'automobiles et qu'on a déposé sur les échantillons pendant les essais à l'aide d'une burette. Les graphes obtenus sont illustrés par les figures 13, 14 et 15. On remarque que le coefficient de frottement diminue ($\mu = 0.15$) avec l'augmentation de la vitesse car le lubrifiant facilite le déplacement entre les aspérités des deux antagonistes.

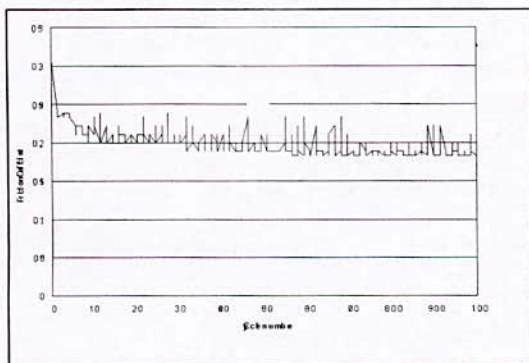


Fig. 13. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 20$ tr/mn et pour $F_n = 20$ N.

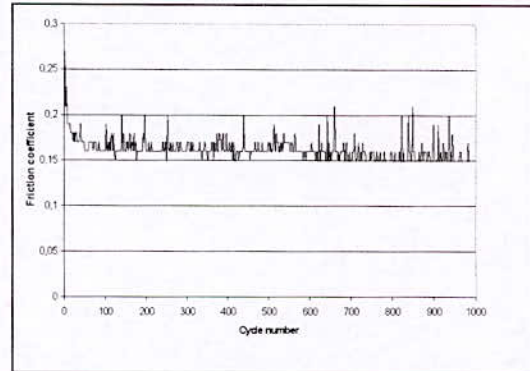


Fig. 14. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 40$ tr/mn et pour $F_n = 20$ N.

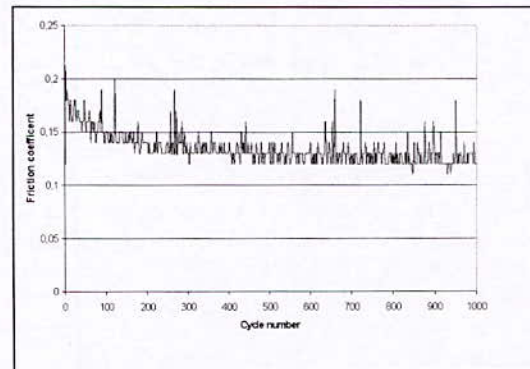


Fig. 15. Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 60$ tr/mn et pour $F_n = 40$ N.

Dans ce cas là aussi, μ diminue avec l'augmentation de la vitesse.

III. 2. 4. Influence du frottement sur la microdureté

Les essais de microdureté réalisés sur des échantillons traités dans différentes conditions, nous ont montré l'influence des tests tribologiques sur les propriétés mécaniques des bimatériaux élaborés.

La figure 16, illustre la filiation de la microdureté des échantillons avant et après les tests de frottement à $F_n = 20$ N.

Nous remarquons une augmentation de la microdureté après les essais de frottement. La plus faible valeur a été obtenue pour les échantillons non traités. Côté substrat, la valeur de la microdureté est très homogène et reste constante pour tous les échantillons (aux environs de 390HV).

L'élévation de la microdureté en surface, peut s'expliquer par la présence du phénomène d'écrasement causé par des contraintes créées par la bille.

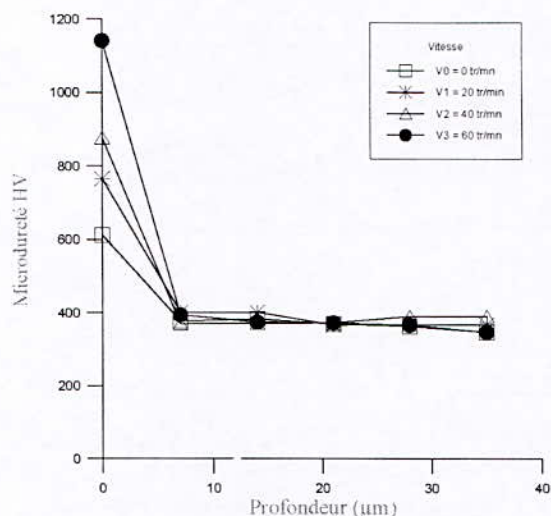


Fig. 17. Filiation de la microdureté en fonction de la distance.

IV. CONCLUSION

L'intérêt d'un revêtement comme moyen de protection est de conférer à la pièce des propriétés superficielles et de répondre à des exigences industrielles bien définies.

Ainsi, notre travail a porté sur l'étude d'un revêtement de Molybdène sur un acier 25CD4. La technique principale d'élaboration des échantillons est la projection thermique.

La caractérisation du matériau ainsi élaboré a révélé la présence du Molybdène et du dioxyde de Molybdène (MoO_2).

Aussi, nous nous sommes intéressés à l'étude du comportement tribologique du revêtement et l'influence de la vitesse ainsi que de la charge normale. L'influence de la lubrification sur le coefficient de frottement a été prise en considération.

Le Molybdène présente un comportement tribologique important. En effet, la courbe de frottement présente trois paliers dont le premier correspond à la période de rodage, le deuxième et le troisième palier sont relatifs à l'élimination ou le piégeage des débris d'usure.

La lubrification joue le rôle du troisième corps en séparant les deux surfaces en contact, ce qui entraîne la diminution du coefficient de frottement ($\mu=0.15$). Dans ce cas, la trace est presque inexistante.

Les différentes expériences portant sur l'influence de la vitesse, la charge normale et de la lubrification sur le coefficient de frottement nous incite à retenir qu'un bon système tribologique est capable de sacrifier sa surface pour sauver son volume. En formant des débris et de les maintenir dans le contact pour créer une séparation entre les deux antagonistes.

En guise de recommandation, nous proposons une étude portant sur l'influence des traitements thermiques (sous vide) sur le comportement tribologique et l'adhérence du couple Mo / 25CD4.

V. REFERENCES

- [1] N. Mesrati, D. Nguyen, D. Treheux. Rôle du zinc et de l'argent sur l'adhérence de la zircone projetée sur un alliage d'aluminium-silicium 12%. *Revue de métallurgie-CIT/Science et Génie des matériaux*, N°12, 1993, pp.1673-1980.
- [2] Y. Berriche. Frottement et usure du composite Aluminalon (Al_2O_3 -AION). Influence de dispersion d'ajouts de BN, Y_2O_3 , SiC. *Thèse Docteur Ingénieur*. E.C.Lyon, 1990.
- [3] F. P. Bowden, D. Tabor. Friction and lubrication of solids. *Clarendon Press Oxford*, 1958.
- [4] G. Zambelli, L. Vincent. Matériaux et contact. *Presses Polytechniques et universitaires Romandes Lausanne*, 1998.
- [5] M. F. Ashby, D. R. H.Jones. Matériaux, tome 1, Propriétés et application, *Edition Dunod, Paris* 1996, pp. 209-219.
- [6] H. Adjrouh. Adhérence et réactivité des multimatériaux à base de graphite. *Thèse Docteur Ingénieur*. E.C.Lyon, 1992.

ELABORATION ET CARACTERISATION DES DEPOTS CHIMIQUE DE NICKEL SUR L'ACIER ORDINAIRE A33

K. CHOUCANE¹, M. A. BELOUHRANI², A. BRITAH², A. MERATI¹

¹Laboratoire d'Electrochimie et de Corrosion, EMP BP 17Bordj El Bahri Alger

²Laboratoire Génie des Matériaux, EMP BP 17 Bordj El Bahri Alger

RESUME

Des revêtements de type Nickel- Phosphore ont été élaborés par voie chimique à pH alcalin, et trois température (70, 80 et 90 °C) sur des substrats en acier ordinaire de nuance A33, en utilisant l'hypophosphite de sodium (NaH₂PO₂) comme réducteur. Les couches obtenues ont été caractérisées par des essais au choc thermique, des mesures de leurs micro-duretés et par des examens aux Microscopes Optique et Electronique à Balayage. L'ensemble des ces essais a été complété par des tests vis-à-vis de la corrosion dans une solution saline 30 g/l aérée. Les techniques utilisées à cet effet sont le suivi du potentiel d'abandon en fonction du temps et la détermination des courbes intensité-potentiel.

Mots clés : Revêtements, Dépôts chimiques, Corrosion.

I. INTRODUCTION

La protection de l'acier contre la corrosion se fait, selon le cas, soit par procédé électrochimique, soit par application de revêtements. Ces derniers peuvent être organiques comme les revêtements de peintures et de résines ou minéraux comme les revêtements métalliques. Les techniques de leurs applications sont multiples et variées et entre autre la technique électrochimique. Celle-ci engendre deux types à savoir les dépôts par électrolyse et les dépôts chimiques. Dans le premier cas, plusieurs métaux sont déposables, alors que le second est réservé à un nombre limité ; le nickel et le cobalt font partie de cette catégorie.

Sur le plan application, le nickel présente des avantages considérables, surtout du point de vue résistance à la corrosion. L'objectif de cette étude est situé dans ce contexte, il s'agit d'élaborer des dépôts Nickel-Phosphore sur des substrats d'acier par voie chimique, puis tester leur résistance à l'attaque dans le milieu agressif NaCl 30 g/l. Le choix de cette technique réside dans le fait que ce type de dépôts n'est pas tributaire des lignes de courant, par conséquence, les couches déposées peuvent être appliquées sur des formes géométriques complexes avec une bonne distribution d'épaisseur sur la surface traitée. L'incorporation du Phosphore dans les dépôts de Nickel

résulte de l'utilisation et de la décomposition de l'Hypophosphite de sodium, utilisé dans ce cas comme élément réducteur. D'une manière générale, le Phosphore augmente la résistance à l'usure.

II. PROCESSUS REACTIONNEL

La réaction amenant au dépôt passe par plusieurs étapes dont la cinétique est gouvernée par plusieurs phénomènes parmi lesquels [1] :

- le transport des espèces réactives dans le milieu réactionnel,
- le transport de ces espèces du milieu liquide à l'interface solide-liquide ;
- le transport des espèces adsorbées à la surface ;
- la cinétique de nucléation ;
- la cinétique des réactions électrochimiques qui ont lieu à l'interface solide-liquide.

L'écriture simple des réactions électrochimiques ayant lieu s'établit comme suit :

- réaction d'oxydation du réducteur



- réaction de réduction du métal

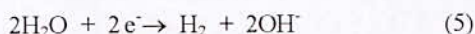


Les potentiels rédox correspondants à ces réactions sont donnés par [2, 3] :

$$E_M = E_{M^{n+}/M}^o + 2,3 \frac{RT}{nF} \text{Log} \left[\left(M^{n+} \right)_{\text{Libre}} \right] \quad (3)$$

$$E_{\text{Red}} = E_{\text{Red/Ox}}^o + 2,3 \frac{RT}{nF} \text{Log} \left[\frac{[O_x]}{[R_{ed}]} \right] \quad (4)$$

La réduction de l'eau doit être aussi prise en considération :



Le potentiel correspondant s'écrit :

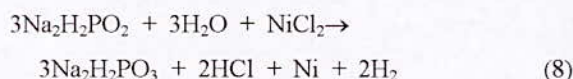
$$E_{H_2O} = -2,3 \frac{RT}{F} pH \quad (6)$$

Le potentiel mixte régit la cinétique de la réaction du dépôt, il est fonction des paramètres opératoires des bains chimiques, dont les plus importants sont : la concentration de l'ion métallique et du réducteur, le pH, la température, et les concentrations des différents additifs.

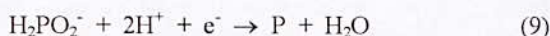
La réaction électrochimique globale mise en jeu lors de la réduction chimique autocatalytique du nickel par l'hypophosphite s'écrit :



Théoriquement une mole de nickel réagit avec une mole d'hypophosphite, cependant, selon la réaction moléculaire il faut trois molécules d'hypophosphite pour déposer simultanément une molécule du métal, une molécule de phosphate et pour réduire 1,5 molécule d'hydrogène.



Le phosphore est incorporé dans le dépôt selon la réaction :



Les dépôts de nickel s'effectuent dans un large domaine de pH. La codéposition du phosphore est fonction de ce pH. En effet, pour des pH < 3 l'hypophosphite s'adsorbe à la surface du substrat et ne subit pas d'oxydation. L'oxydation apparaît à partir d'un pH > 3 et sa vitesse croît lorsque le pH de la solution augmente [3].

La vitesse de déposition dans les bains acides est inférieure à celle obtenue dans les bains basiques mais le bain est plus stable et les dépôts sont d'un aspect meilleurs. Cependant, les bains basiques sont moins chers et les épaisseurs obtenues sont beaucoup plus importantes [4].

III. EXPERIMENTAL

Les échantillons de travail sont présentés sous formes de plaques rectangulaires de dimensions (50*15*1) cm³ dont la composition est donnée par le tableau 1.

La pièce à revêtir est soumise à une préparation de surface préliminaire, qui consiste en un prédégraissage, un

dégraissage et un décapage. Chacune de ces opérations est suivie d'un rinçage à l'eau courante puis à l'eau distillée.

Tableau .1. Composition du substrat

Eléments	Fe	C	Si	P	Mn
% Massique	98	0,007	0,19	0,01	0,33
Eléments	S	Ni	Cr	Mo	Cu
% Massique	0,016	0,02	0,06	0,01	0,07

Plusieurs variétés de bains de nickelage ont été expérimentées. L'hypophosphite a été toujours retenu comme réducteur, alors que le sulfate et le chlorure de nickel ont été utilisés comme générateurs des ions de nickel. Les complexants employés sont : les citrates, les acétates, la glycérine et le phosphate trisodique. L'acide borique et l'acide acétique ont été testés comme agents tampons. Toutes les expériences ont été menées dans deux intervalles de pH 3,5 - 4,5 et 9 - 10,5.

La composition retenue est la suivante :

Chlorure de nickel (NiCl ₂ .6H ₂ O)	24 g/l
Hypophosphite de sodium (Na ₂ H ₂ PO ₂ .H ₂ O)	24 g/l
Acétate de sodium (C ₂ H ₃ NaO ₂)	12 g/l
Tricitrate de sodium (C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇)	56 g/l
Chlorure d'ammonium (NH ₄ Cl)	200 g/l
Ammoniaque (NH ₄ OH)	140 ml/l
Acide borique (H ₃ BO ₃)	24 g/l

Le pH de la solution a été maintenu dans l'intervalle 9 à 10.

Les températures auxquelles les dépôts ont été effectués sont 70, 80 et 90 °C ± 5 °C. Les durées de traitement ont été fixées à trente minutes, une, deux, et trois heures.

Les propriétés, des dépôts élaborés, ciblées par la caractérisation sont l'épaisseur, l'uniformité, l'adhérence la microdureté et la résistance vis à vis de la corrosion.

Les tests d'adhérence ont été réalisés par des chocs thermiques, l'apparition de cloques indiquent la mauvaise adhérence de ces dépôts.

La détermination de la microdureté a été réalisée suivant les normes NF A 91 118 et ISO 4516, sur un appareil OPL 079 dont le pénétrateur est du type Vickers [6,7].

Le microscope optique utilisé est du type MM6 Avant leur examen, les échantillons sont découpés, enrobés dans une résine à froid, puis polis sur papier abrasif de différentes granulométries et finis sur la poudre d'alumine et la pâte de diamant. Une attaque au Nital (4 % acide nitrique + 96 % d'éthanol) permet de distinguer le substrat de son revêtement protecteur, de voir l'uniformité de ce dernier et d'en mesurer l'épaisseur [8].

L'examen de la surface ainsi que la composition du revêtement a été réalisé par un microscope électronique à balayage du type S.E.M PHILIPS 515 couplé à un système EDAX pour micro-analyse, travaillant à une tension de 15 kV.

Le comportement vis à vis de la corrosion a été investigué par la détermination des courbes d'évolution des potentiels d'abandon en fonction du temps $E = f(t)$ et par les tracés des courbes de polarisation $E = f(\log i)$. Pour ces dernières, le balayage en potentiel a été effectué entre -150 mV et $+150$ mV par rapport au potentiel d'équilibre. Le dispositif expérimental est constitué d'un potentiostat de type AMEL 5000, couplé à un ordinateur muni d'un logiciel spécifique (CORRWARE 2). La cellule électrochimique est d'un volume de 250 cm^3 dotée d'un couvercle comportant trois électrodes : l'électrode de référence au calomel saturé (ECS) l'électrode de travail (l'échantillon) et une contre électrode en platine.

IV. RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Les tests aux chocs thermiques mettent en évidence l'absence de cloques et de décollement indicateurs d'une certaine adhérence aux substrats. Les variations de l'épaisseur en fonction du temps et de la température sont représentés dans la figure 1

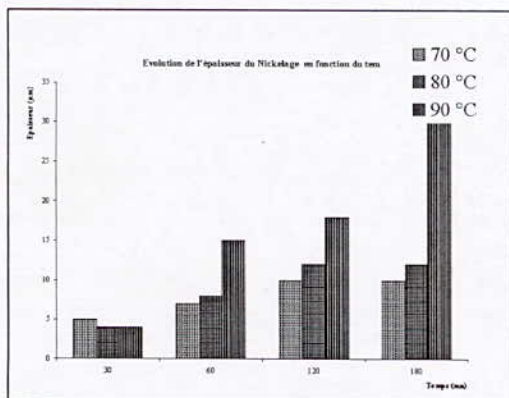


Fig. 1. Variation de l'épaisseur du Nickel en fonction du temps et de la température.

L'épaisseur du dépôt augmente avec le temps et la température de traitement. Les épaisseurs obtenues à 90°C restent largement supérieures à celles obtenues à 70°C et 80°C avec un maximum de $30 \mu\text{m}$ pour une durée de traitement de 180 minutes

Les coupes métallographiques effectuées sur l'ensemble des dépôts élaborés, montrent que les épaisseurs sont uniformes comme indiquées sur l'exemple de la figure 2. Ces coupes confirment la bonne adhérence et l'augmentation de l'épaisseur en fonction de la température.

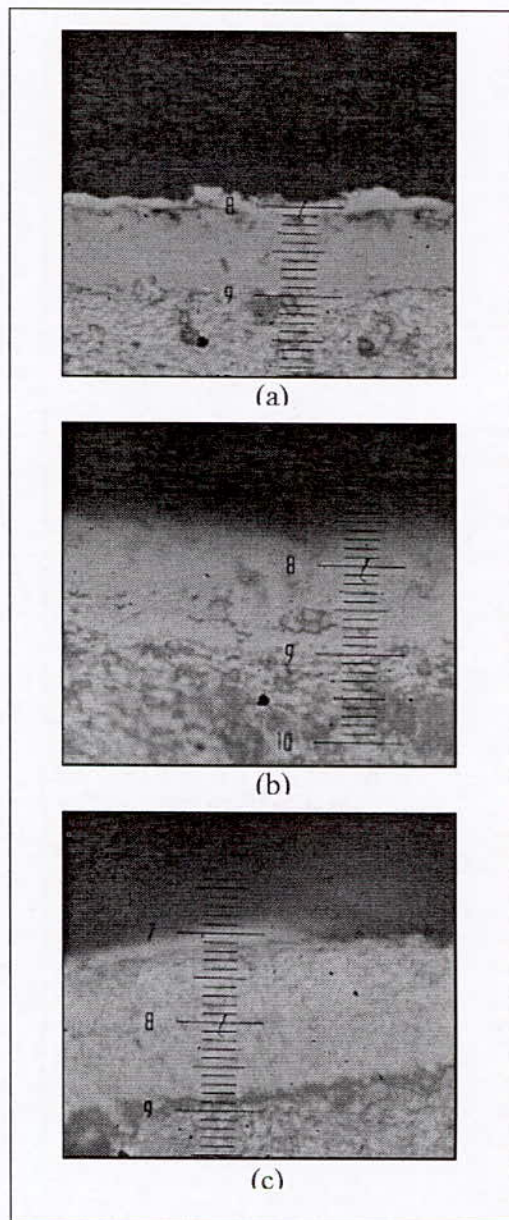


Fig. 2. Coupe métallographique d'un dépôt de Ni-P (Grossissement 1200x), obtenu après 2 heures :
 a : température de 70°C ,
 b : température de 80°C ,
 c : température de 90°C .

La figure 3 résume les mesures de microdurté enregistrés pour les revêtements de nickel.

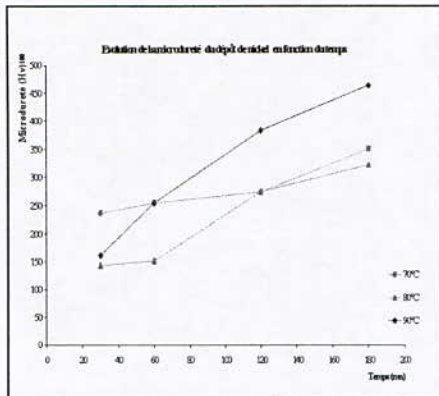


Fig. 3. Variations de microdureté en fonction du temps et des températures.

La microdureté des dépôts obtenus augmente avec le temps et ce, quelque soit la température. Pour les dépôts obtenus après traitement de 30 minutes, la valeur de la microdureté est maximale pour la température de 70°C. Pour les températures de 80 et 90 °C, ces valeurs sont pratiquement identiques.

A partir de 60 minutes de traitement les microduretés maximales sont enregistrées pour la température de 90°C. Celles des dépôts élaborés à 70°C restent supérieures à celles des dépôts élaborés à 80°C jusqu'au temps de traitement de 120minutes ou elles se confondent puis ne restent que légèrement supérieures.

D'après les examens au MEB, les surfaces des dépôts présentent les aspects résumés par les figures 4. Les surfaces observées semblent se former par germination, en effet pour le revêtement obtenu à 70°C, la surface est marquée par un défaut de relief assez important et par la présence de fine microporosité. Pour le dépôt élaboré à 80°C, la surface est nodulaire et est formée de grains sphériques. A 90°C, la surface devient plus uniforme et plus lisse.

L'analyse de surface montre que la composition en phosphore de l'alliage Ni-P varie de 5 à 8%.

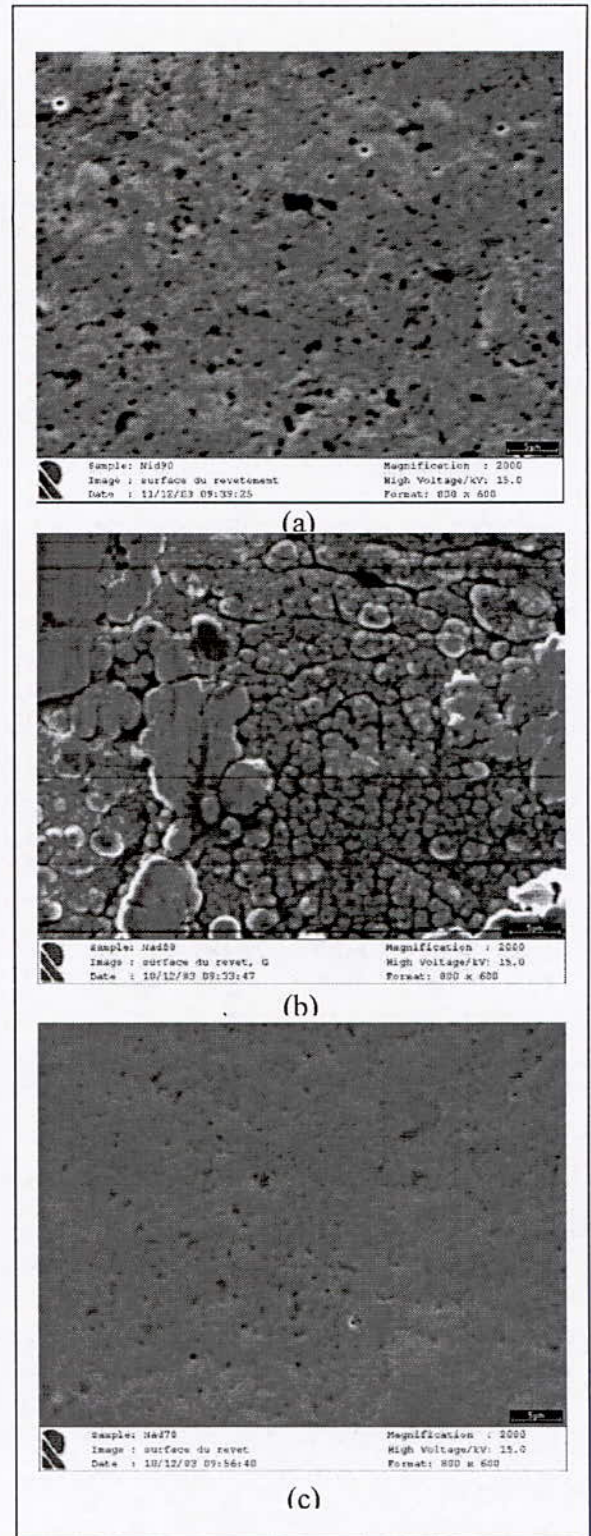


Fig. 4. Examen superficiel au MEB du dépôt de Ni-P obtenu après 1 heure:

- a : à 70 °C,
- b : à 80 °C,
- c : à 90 °C

Les potentiels de corrosion des dépôts de Nickel sont tous situés entre -250 et -480 mV/ECS, la plupart des courbes intensité-potentiel se trouvent au dessus de celle de l'acier. La variation la plus faible en fonction du temps de traitement et de la température en terme de potentiel de corrosion déduite des courbes I-E, correspond aux dépôts élaborés à 70 °C pour des durées de traitements de 30 et 60 minutes.

D'après les résultats obtenus et regroupés dans le tableau 2, le revêtement de Ni-P améliore la résistance à la corrosion de l'acier ($E_{cor} = -650$ mV/ECS, $I_{cor} = 10$ μ A/cm²).

Les dépôts présentent pratiquement les mêmes densités de courant de corrosion qui sont inférieurs à 1 μ A quel que soit les conditions d'élaboration. Pour les temps de traitement de 30 et 60 minutes, le potentiel est proche de celui de l'acier puis augmente pour 120 et 180 minutes.

Pour les températures de 80 et 90°C, les potentiels des dépôts diminuent en fonction du temps de traitement, mais restent largement supérieurs à celui de l'acier. Les couches réalisées à 70 °C présentent les potentiels les plus bas, ce qui montre autrement, la présence d'effet galvanique par présence de microporosités.

Tableau. 2. Valeurs des potentiels (E) et des densités de courant de corrosion (I_{cor})

Température (°C)	Temps (mn)	I_{cor} (μ A)/cm ²	E (V/ECS)
70 °C	30	0.9	-0.46
	60	0.9	-0.48
	120	0.8	-0.25
	180	0.4	-0.34
80 °C	30	0.3	-0.31
	60	0.3	-0.33
	120	0.5	-0.39
	180	0.8	-0.34
90 °C	30	0.8	-0.27
	60	0.4	-0.34
	120	1	-0.35
	180	0.7	-0.29

V. CONCLUSION

Cette étude a permis de mettre en relief l'effet de la température et du temps de traitement sur les dépôts de Nickel chimique obtenus dans les bains basiques.

Les points les plus marquants de ce travail sont :

- les dépôts élaborés présentent une bonne adhérence à leurs substrats, les recouvrements en épaisseur sont uniformes même sur les surfaces de bord.
- les épaisseurs varient de 5 à 30 μ m.
- la microdureté augmente en fonction du temps de traitement et de la température. La valeur maximale est enregistrée pour le dépôt élaboré à 90°C pour une durée de traitement de 180 minutes.
- L'application de ce revêtement dans les conditions opératoires présentes améliore la tenue à la corrosion de l'acier en milieu salin.

VI. REFERENCES

- [1] H. Kinds, A. M.bitter, O. Cavlleri and K. Kern, *Electroless deposition of metal nanoisland on aminothioliat functionalized Au(111) electrodes*, *Journal phy. Chem.*, B1998, 102, 7582-7589.
- [2] Dieter Landolt, *Corrosion et chimie de surface des métaux Traité de matériaux* Ed Press Polytechnique et Universitaires Romandes Paris p 472-475.
- [3] L. cadorna, P. cavalotti and g. salvago *Electroless plating I*. *Electrochimica Metallorum*, N°1, Milano 1966, pp 1-9.
- [4] S. Audisio, M. Caillet, A Galere *Traitement de surface et protection contre la corrosion* ", Ecole d'été Aussois, 1987, pp 194-216.
- [5] R. Trozaité, M. Kurtinaiene, *"Composition, microstructure and magnetic properties of electroless plated thin Co-2 films"*, *Surface and coating Technology*, vol 115, 1999,pp 57-65.
- [6] Centre technique des industries mécaniques *"Contrôle des revêtements électrolytiques et chimiques "* guide pratique, Ed 1989
- [7] AFNOR *"Corrosion et protection des métaux*. Tome 2, Ed AFNOR, 1994
- [8] E Weidmann, *"Préparation - traitements automatique des échantillons métallographiques pour l'étude des bords"* Edition Hermes, 1987.



ETUDE DE LA FISSURATION DES ACIERS A HAUTE STABILITE D'USURE DANS LES CONDITIONS DE CHARGES DYNAMIQUES

D. DAHMOUN¹, H. DILMI²

¹LSGM, Faculté de Génie Mécanique et Génie des procédés, U.S.T.H.B, B.P,32 El Allia Bab Ezzour ALGER

²Faculté des sciences, Université Ahmed BOUGERRA de Boumerdes

RESUME

Parmi les aciers utilisés pour la coulée des pièces mécaniques [1], l'acier hautement allié au manganèse occupe une place très importante du point de vue résistance aux charges dynamiques de chocs et d'usure. L'élaboration d'un tel alliage, présente énormément de problèmes liés essentiellement à l'apparition de microfissures à l'interfaces des joints des grains d'austénite. Malgré la longue expérience dans la technologie de production de cet acier (Z120M13), cette dernière reste néanmoins une technologie avec beaucoup de réserve quant à l'augmentation de la qualité du produit.

Mots clés : Résilience, usure, micro fissures, vitesse de refroidissement, stop-trempe, chauffage in-situ.

I. INTRODUCTION

Les travaux de recherche entrepris [2-3] montrent, que la qualité de la pièce coulée dépend de certains facteurs qui déterminent la longévité de ces dernières. Ainsi, la composition chimique est définie comme suit :

%C= 1.0 – 1.35 ; % Mn = 11.5 – 15.5 ; % Si + 0.3 -0.9 ; % S 0.035 ; %P 0.09.

Sachant que cet acier possède des propriétés uniques après traitement thermique [4], à l'endroit de la précipitation du carbure complexe de manganèse se produit un appauvrissement de la solution solide γ riche en Manganèse. La vitesse de refroidissement tiens un rôle primordial pour permettre à la pièce d'acquérir des caractéristiques mécaniques élevée liés essentiellement à la qualité et à la quantité de carbures précipités [5]. Pour obtenir une dissolution maximale des carbures complexes de manganèse, l'acier doit subir une trempe à 1150°C avec un maintien de 11 heures. Afin d'étudier la cinétiques de dissolution de ces carbures, on a appliqué une méthode qui consiste à chauffer des échantillons préalablement obtenus à différentes vitesses de refroidissement. Pour chaque palier défini par rapport à un temps choisi, on fixe la structure en réalisant une trempe à l'eau suivie d'un revenu.

II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET RESULTATS

III.1. Influence de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques.

Lors du processus de refroidissement, jusqu'à la température ambiante et en se conformant au diagramme ternaire Fe-Mn-C, une multitude de transformation doivent se produire ; particulièrement la précipitation de la phase γ . Les transformations de phase n'aboutissent pas à un processus complet à cause de la vitesse de refroidissement lente. C'est pourquoi en augmentant la vitesse de refroidissement de 0.92 à 2.4 10^4 °C/min, le pourcentage du carbure au sein de cette structure varie de 13.6 à 3%..

On remarque aussi une variation de la dureté, de la grosseur des grains d'austénite ayant un coefficient d'extension linéaire et une plasticité assez importante. C'est pourquoi lors du décochage précoce des pièces coulées, on observe l'apparition de fissures à chaud (fig.1)

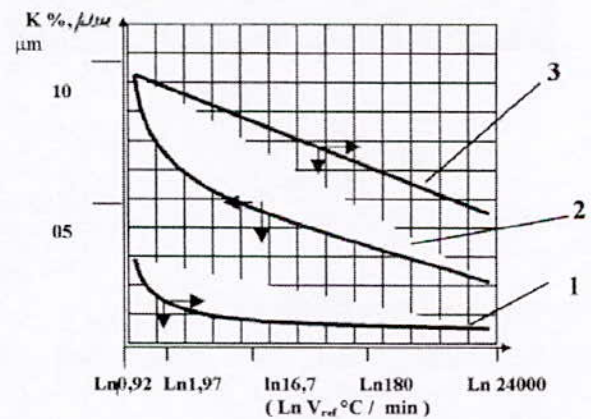
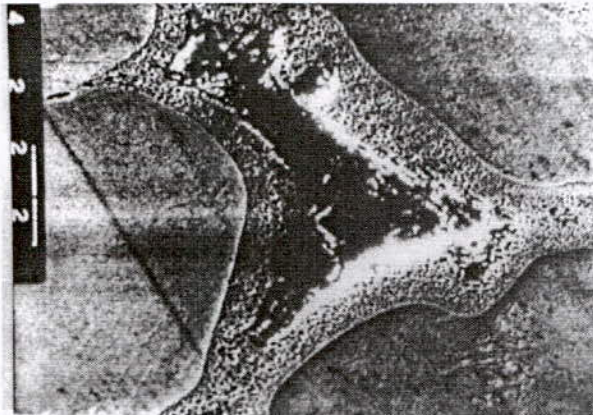


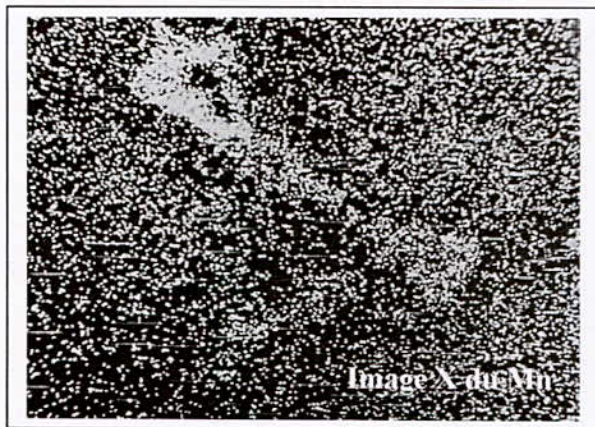
Fig.1. Influence de la vitesse de refroidissement sur la grosseur des grains et la grandeur moyenne des carbures complexe de Mn.

- Courbe1 : Dimension moyenne des carbures.
- Courbe2 : % de carbures.
- Courbe3 : Grosseur des grains d'austénite.

II. 2. Etude de la cinétique de dissolution des carbures de manganèse.



a



b

Fig.2. Photo MEB, Dissolution du carbure (Fe, Mn)₃C de type eutectique

a- Apparition de fissures à l'emplacement du carbure eutectique

b- Dispersion zonale de l'élément

La représentation quantitative de la précipitation des carbures a été effectuée par un microscope électronique de type « JOEL » où un micro-four a été inséré (*in-situ*). Une relation étroite a été établie entre le pourcentage de carbures complexes de Mn et la dureté après le procédé « stop-trempe ». $HB = 158 + 6.2 (\% K)$ avec un coefficient de corrélation de 0.9; K étant le % de carbures. En analysant les données expérimentales, on a défini une relation entre les caractéristiques de plasticité et la dureté de l'alliage à l'état de coulée en fonction du logarithme de la vitesse de refroidissement.

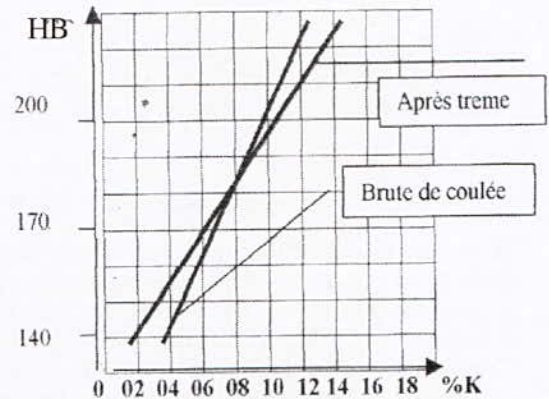


Fig.3. Influence de la trempe sur la dureté de l'acier.

Ainsi, on obtient $X = \ln V \text{ refr}$ (1)

où $V \text{ refr}$: Vitesse de refroidissement, K° / min

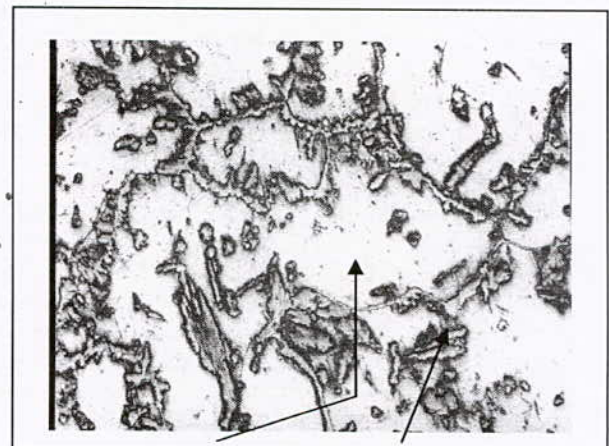
$$\sigma_B = 373 + 22,8 \cdot X \text{ [MPa];}$$

$$\sigma_{0,2} = 86,5 + 113 \cdot X - 8,2 \cdot X^2 \text{ [MPa]}$$

$$\delta = 1,60 + 0,99 \cdot X + 0,04 \cdot X^2 \text{ [%]}$$

$$KCU_{+20} = 0,05 + 0,02 \cdot X + 5 \cdot 10^{-3} \cdot X^2 \text{ [MJ/m}^2\text{]}$$

L'analyse thermique différentielle a montré que l'alliage se cristallise à partir de 1385°C . Dans l'intervalle de température $1180-1160^\circ\text{C}$, une zone structurale remarquable est obtenue et montre une transformation eutectique donnant naissance aux carbures de type eutectiques se formant essentiellement aux joints des grains ce qui est conforme à l'étude bibliographique [6].



Matrice austénitique Carbure de Mn de type perlitique

Fig.4. Structure de l'acier sans traitement

La figure 4 illustre la microstructure de l'acier brute ou on remarque la formation de carbures de forme perlitique précipités aux joints et au milieu du grain.

Dans le processus de chauffage en trempe, se déroule la dissolution des carbures qui se sont formés précédemment (figure.....).

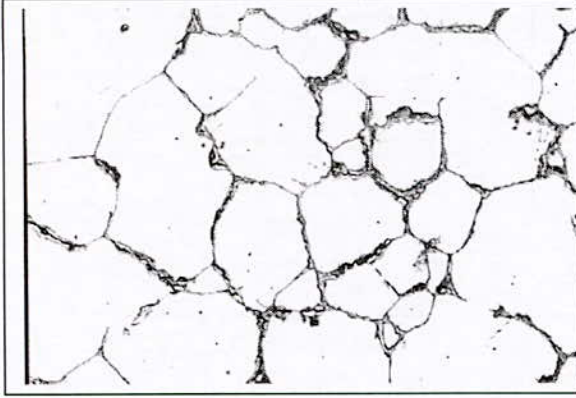


Fig. 5. Structure après trempe à 1100°C.

Dans la structure brute de coulée, à cause des caractéristiques médiocres de l'acier, ce dernier n'est pas utilisé. Cependant, la technologie du décochage précoce dans le moule fait que la vitesse de refroidissement augmente et de ce fait ne favorise pas une grande précipitation des carbures de manganèse. Les essais en résilience à +20°C et -60°C réalisés et leurs traitement analytique par corrélation a permis de donner le formalisme suivant nécessaire aux interprétations concernant le comportement de notre matériau:

$$\sigma_B = 703,8 + 26,9 \cdot X - 3,2 \cdot X^2 \text{ [MPa];}$$

$$\sigma_{0,2} = 417,7 + 2,9X. \text{ [MPa]}$$

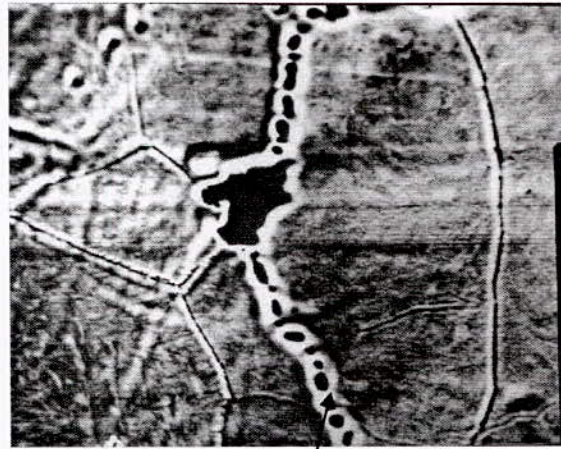
$$\delta = 27,6 + 0,97 \cdot X + 0,13 \cdot X^2 \text{ [%]}$$

$$KCU_{+20} = 0,62 + 0,02 \cdot X + 7 \cdot 10^{-4} \cdot X^2 \text{ [MJ/m}^2\text{]}$$

$$KCU_{-60} = 0,72 + 0,03 \cdot X + 9 \cdot 10^{-4} \cdot X^2 \text{ [MJ/m}^2\text{]}$$

Les relations formulées ci-dessus ont montré que le refroidissement forcé influe considérablement sur les propriétés mécaniques de l'acier. Les échantillons prélevés sur l'alliage issu d'un refroidissement de 100 K°/min ont donné de meilleurs résultats. D'un côté, le refroidissement précoce, diminue les tensions internes d'où une bonne diffusion de l'austénite mais provoque des chocs thermiques susceptibles d'influencer négativement sur le comportement du matériau.

La faible vitesse de refroidissement, permet de constater l'apparition d'un taux de fissures évalué à 0,3 %. Après un refroidissement assez rapide pour figer la structure, le taux de fissures atteint une valeur proche de 3%.



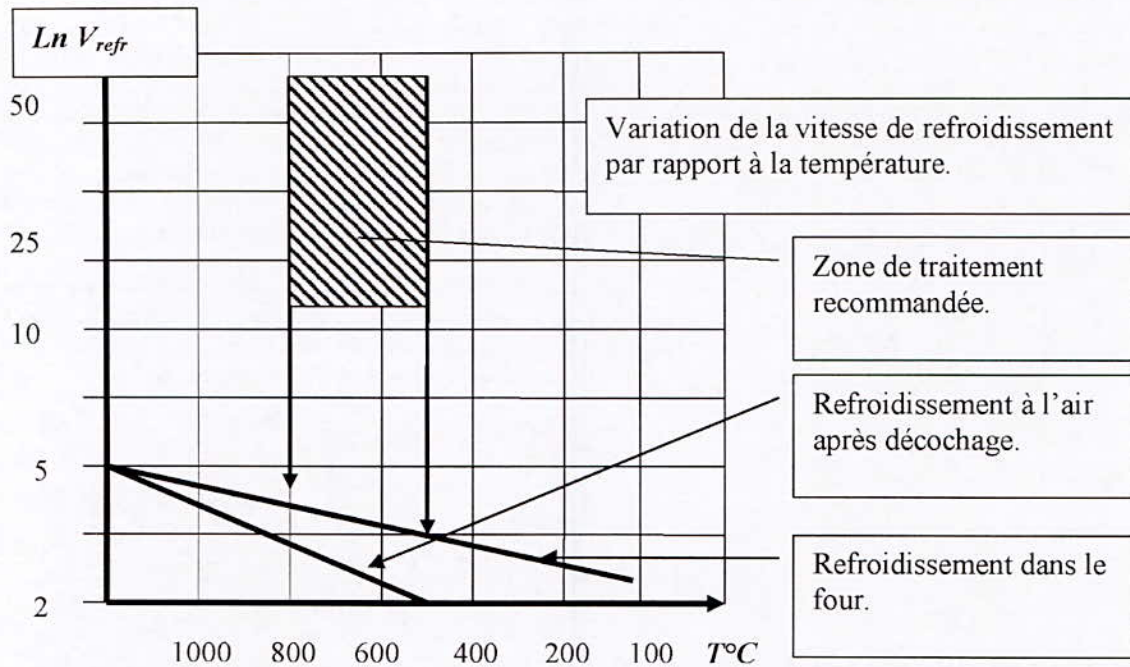
Fissures aux joints de grains /

Fig. 6. Analyse par MEB, fissuration aux joints des grains.

III.3. Optimisation du régime de refroidissement et du traitement thermique des pièces coulées.

La vitesse moyenne de refroidissement dans ce cas est de 2 à 5 °C / min, ce qui est en dessous de l'optimal 50 à 90 °C / min. Ceci favorise la précipitation des carbures complexes de manganèse dans le processus du refroidissement.

Les résultats expérimentaux obtenus nous ont permis de supposer que la structure austénitique ne varie guère jusqu'à la température de 800°C. Aussi, on remarque que le taux de soufre peut provoquer un déplacement de la zone donnant un précipité de type carbure eutectique réfractaire.



IV. CONCLUSION

Il est à remarquer que l'influence du décochage précoce des pièces du moule à une température de 900°C avec les différentes vitesses de refroidissement donne naissance à des formations de carbures monolithiques et de type perlitique.

Leur dissolution donne après trempe une chaîne de micro porosités aux joints de grains ce qui fragilise l'alliage.

La longévité des pièces mécaniques travaillant à $+20^{\circ}\text{C}$ et -60°C se comportent de la même manière (Propriétés et comportement mécanique).

Les transformations de phase se déroulent à partir de 700°C où les précipités carbure $(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{C}$ apparaissent aux joints de grains.

Plus de 800°C et au dessous de 600°C , il est inutile d'accélérer le refroidissement vu qu'aucun changement n'a lieu. Ainsi, il faut éviter la zone entre 700 et 600°C , intervalle pour lequel il est nécessaire d'accélérer le refroidissement sans pour autant augmenter les tensions internes.

Nous remarquons que les échantillons d'acier Hadfield traités dans la zone recommandée, donnent de meilleurs résultats concernant les propriétés mécaniques

V. REFERENCES

- [1] A. V. PIKOUNOV, B. V. BAOUAMANE, A. M. MIKHAILOV, *Travaux de laboratoire des processus théoriques de fonderie*, 1990, p. 270.
- [2] Z. STRADOMSKI, H. DYJA, Efficacité du durcissement de l'acier coulée Hadfield. *Ecole polytechnique de Czeszochowa Pologne*, 1992.
- [3] A.V. KOURDIOUMOV, M.B. PIKOUNOV. *Production des pièces coulées en alliages légers*, 1996, p. 502.
- [4] A. A. GOULAEV, Structure fine de l'aciers 13Mn. *Microstructures et traitements thermiques de l'acier*, 1985, p.14-18
- [5] O. G. KASATKINE, B. B. VINAKOUR. *Variation des propriétés de l'acier Hadfeild suite aux transformation de phase*, 1987, p.55-56.
- [6] N. JANSON, FPION. Statistique et planification. *Méthodes de traitement des données expérimentaux*. Edition MIR. 1980, p. 611-618.

AMELIORATION DE LA TENUE A LA PLASTICITE – CORROSION DES ALLIAGES D'ALUMINIUM PAR OPTIMISATION DES TRAITEMENTS.

B. CHOUACHE, A. BELATTAR, M.A. BELOUHRANI, A. BRITAH.

Laboratoire Génie des Matériaux, E. M. P, BP 17 Bordj El Bahri, Alger.

RESUME

L'analyse de l'influence de la plasticité sur la tenue en corrosion des alliages d'aluminium en milieu salin fait partie de l'évaluation du comportement en service de ces matériaux.

La dégradation par la corrosion des matériaux à durcissement structural est intergranulaire ce qui est accentuée par la présence à la surface des contraintes résiduelles qui favorisent la corrosion sous contrainte (CSC).

L'étude électrochimique des différents traitements thermiques a permis de proposer des solutions pour améliorer le comportement en service de ces matériaux.

Mots clés : Aluminium, Déformation plastique, Corrosion, Traitements thermiques

I- INTRODUCTION

Bien qu'il ne soit introduit dans le domaine industriel qu'à la fin du XIX^e siècle, après la découverte par Paul Louis Toussaint Héroult et Charles Martin Hall du procédé de fabrication par électrolyse, l'aluminium est devenu le premier des métaux non ferreux. Plusieurs domaines tirent profit des avantages que présente l'aluminium et ses alliages.

L'utilisation de ce matériau touche essentiellement le domaine du transport, la construction architecturale, l'industrie aéronautique et l'industrie pétrolière. Les raisons qui motivent cette large utilisation se résument dans sa légèreté, sa bonne conduction thermique et électrique, et surtout son excellente tenue à la corrosion vis-à-vis de la plupart des milieux agressifs.

Cette dernière propriété est acquise suite à la formation d'un film d'oxyde continu (alumine) au contact de l'eau ou de l'oxygène ; ce qui rend le métal passif et l'isole de son environnement. Cependant, sous certaines conditions agressives, cette couche «casse» provoquant ainsi une sévère corrosion par piqûres ou intergranulaire, provoquant, en général, la rupture du matériau par fissuration.

Parmi ces conditions agressives, on note la présence de la déformation plastique (la plasticité) qui est très utilisée dans les procédés de fabrication mécanique tels que le forgeage, le laminage,.... Cependant, la tenue à la corrosion à différents degrés d'écroutissage n'a pas encore fait l'objet de beaucoup d'études, d'où la question suivante : « A partir de quelle déformation, le grand risque de détérioration par la corrosion est possible ? ». Ce travail constitue une base de réponse à cette question qui préoccupe aussi bien le concepteur que l'utilisateur de tels matériaux.

II- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.1. Matériaux étudiés

Les deux nuances étudiées sont l'aluminium pur 1050A (A5) et le duralumin 2017A (AU4G). Leurs compositions chimiques sont indiquées dans les deux tableaux suivants :

Tableau. 1. Composition chimique nominale de 1050A (maximum %)

Al	Fe	Si	Zn	Mg	Cu	Mn
Base	0,40	0,25	0,07	0,05	0,05	0,05

Tableau. 2. Composition chimique nominale de 2017A (%)

Al	Cu	Fe	Si	Mn	Mg	Zn	Cr
Base	3,5 à	Max 0,7	0,2	0,4	0,4	0,25	0,1
	4,5		à 0,8	à 1	à 1		

Une des méthodes pour augmenter la résistance mécanique de l'aluminium et de tous ses alliages est l'écroutissage par déformation à froid. Cette déformation diminue simultanément l'aptitude des alliages à la déformation à froid (qu'il est possible de lui faire recouvrer par un traitement thermique de recuit qui permet de conférer au métal sa résistance mécanique minimale).

L'écrouissage reste la seule façon de durcir les alliages sans durcissement structural (alliages non trempants, l'aluminium 1050A dans notre cas).

Les alliages des familles 2000 peuvent être durcis par traitement thermique de mise en solution et trempé, suivi d'un durcissement structural qui s'effectue :

- soit à la température ambiante (maturation ou vieillissement naturel),
- soit par chauffage (revenu ou maturation accélérée ou vieillissement artificiel), le cas de notre travail.

C'est par ces traitements qu'ils acquièrent leurs caractéristiques maximales ; de plus, il est possible de combiner durcissement par écrouissage et durcissement par traitement thermique de mise en solution, trempé et maturation ou revenu.

Les conditions des traitements thermiques effectués sont :

Tableau. 3. Conditions des traitements thermiques.

	Recuit	Mise en solution	Trempe	Revenu
1050A	260°C (2h) (ref. lent)			
2017A	300°C (3h) (ref. lent)	500 °C (3h)	À l'eau (< 40 °C)	160 °C (12h)

L'écrouissage est introduit par traction des éprouvettes à plusieurs taux de déformation plastique, et un écrouissage superficiel est introduit par le grenailage et le sablage.

- le sablage effectué avec du sable naturel de diamètre de l'ordre de 0.268mm, une incidence de 80° et à une distance d'attaque de 150mm,

- le grenailage réalisé sous un angle d'incidence de 80° et à une distance d'attaque de l'ordre de 200 mm. Les grenailles rondes utilisées sont en aciers durs de diamètre moyen de l'ordre de 2.5 mm.

Pour ces deux derniers traitements, la pression de projection était constante et le temps d'exposition des échantillons a été varié.

II.2. Forme et dimensions des éprouvettes de traction

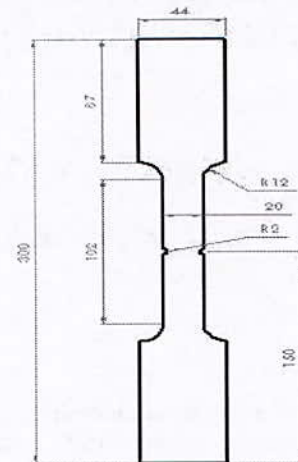


Fig. 1. Eprouvette de traction.

Remarque : L'entaille est ajoutée pour localiser la déformation.

III- RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. Evolution de la dureté

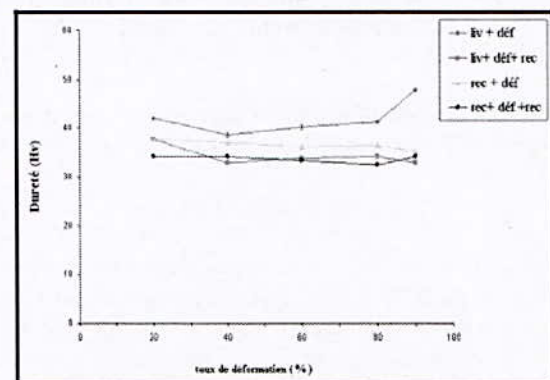


Fig. 2. Evolution de la dureté de 1050A en fonction du taux de déformation.

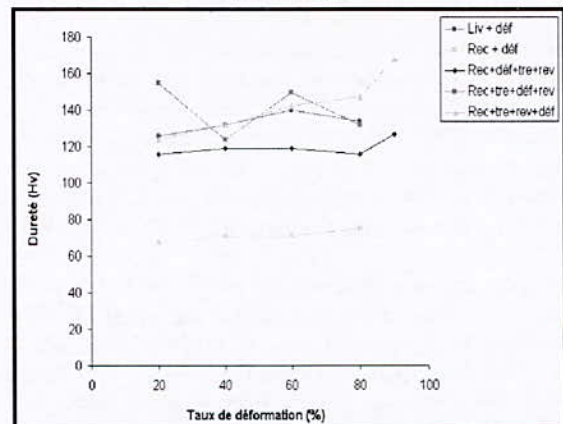


Fig. 3. Evolution de la dureté de 2017A en fonction du taux de déformation.

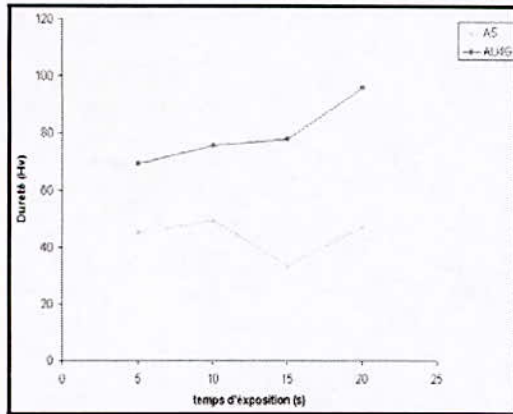


Fig. 4. Evolution de la dureté après grenailage en fonction du temps d'exposition.

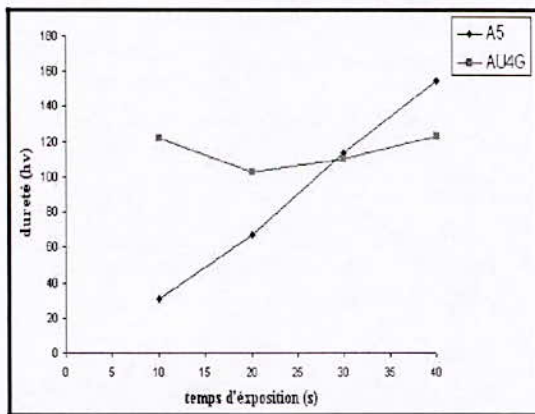


Fig. 5. Evolution de la dureté après sablage en fonction du temps d'exposition.

Les conclusions retenues de ces courbes se résument dans ce qui suit :

- la dureté de l'alliage 1050A croît après déformation à partir de l'état de livraison.
- Pour les autres traitements, la dureté reste presque constante.
- Pour l'alliage 2017A, le traitement optimum pour améliorer sa dureté est le durcissement structural (trempé suivie d'un revenu)
- La dureté des deux alliages étudiés s'améliore après grenailage et sablage.

Des conclusions logiques vu que l'alliage 1050A est un alliage non trempant et qui trouve le meilleur de sa dureté après déformation plastique, et l'alliage 2017A (4 % de Cu) est un alliage qui appartient à la famille des alliages trempants qui durcit suite à un traitement de durcissement structural.

Les effets du grenailage et du sablage sont dus en partie à l'écaillage de la surface mais surtout à l'introduction dans la surface du métal des contraintes résiduelles de compression par déformation plastique de la couche superficielle, ce qui améliore la dureté du métal.

III.2. Etude électrochimique

Les essais d'électrochimie sont conduits dans l'eau de mer à 19,78 g/l de NaCl, aérée et à la température ambiante à l'aide du potentiostat de type AMEL 5000, contrôlé par un micro-ordinateur muni d'un logiciel spécifique Corr-Ware 2, avec une vitesse de balayage de 0,5 mV/s.

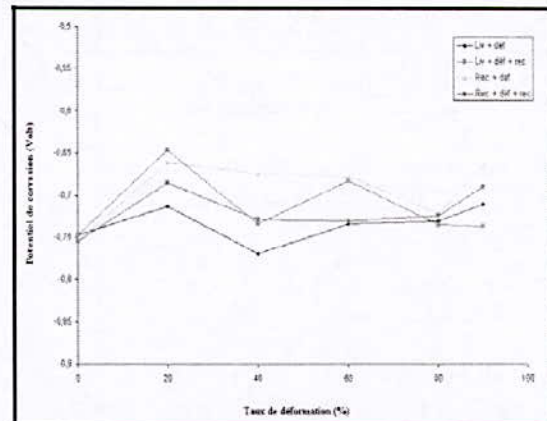


Fig. 6. Variation du potentiel de corrosion de 1050A En fonction du taux de déformation.

La comparaison de ces résultats indique que le recuit suivi d'une déformation rend l'aluminium 1050A plus noble par rapport à d'autres traitements.

On constate aussi qu'en absence de la déformation, l'état de livraison est plus noble.

Les traitements thermiques appliqués le plus souvent à l'aluminium après sa mise en forme le rendent, plus au moins, sensible à la corrosion.

Le meilleur traitement à retenir est le recuit suivi de la déformation.

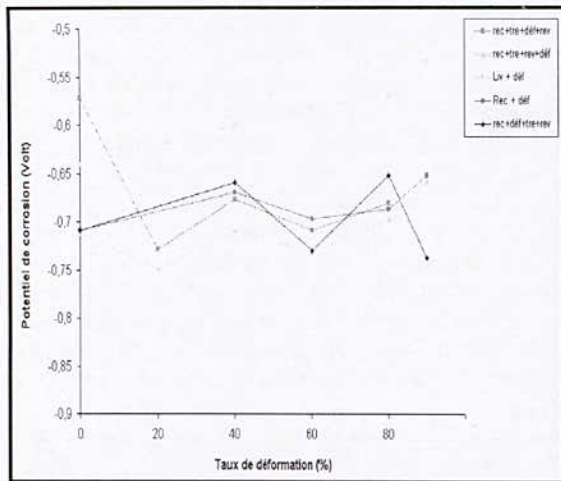


Fig. 7. Variation du potentiel de corrosion de 2017A en fonction du taux de déformation.

Le potentiel de corrosion déterminé à partir de ces courbes, fait apparaître les comportements suivants pour les différents traitements :

- En absence de déformation, l'état recuit suivi d'une trempe est plus noble.
- Le potentiel de corrosion à l'état de livraison suivi d'une déformation s'améliore nettement au cours de la déformation.
- Le potentiel de corrosion diminue lors de la déformation suivie d'une trempe et un revenu.
- La déformation après un traitement de durcissement structural rend l'alliage moins noble.

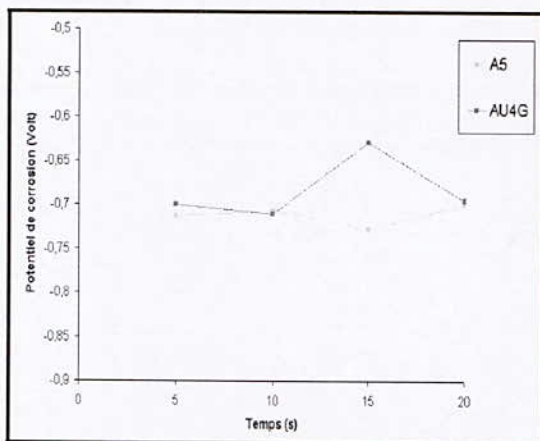


Fig. 8. Variation du potentiel de corrosion après grenailage en fonction du temps d'exposition

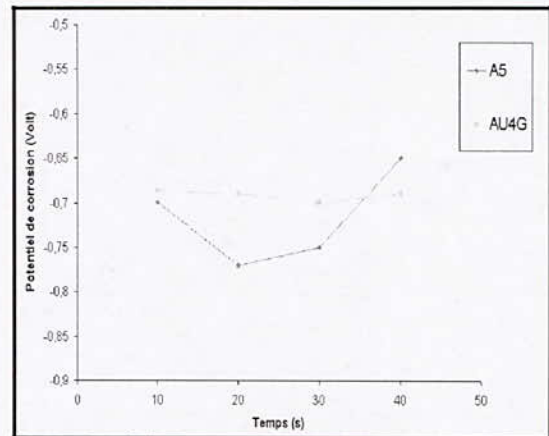


Fig. 9. Variation du potentiel de corrosion après sablage en fonction du temps d'exposition

Vu ces deux courbes, on constate que :

- L'alliage 1050A se comporte bien vis-à-vis la corrosion après grenailage et même après sablage.
- Le potentiel de corrosion de l'alliage 2017A diminue au-delà de 15 s d'exposition aux grenailles en acier
- le grenailage et le sablage retardent l'apparition ou le développement des microfissures préexistantes dans la couche superficielle.

III.4. Métallographie

Le microscope optique utilisé dans cette étude est un microscope Leitz lié à un moniteur et à une imprimante thermique.

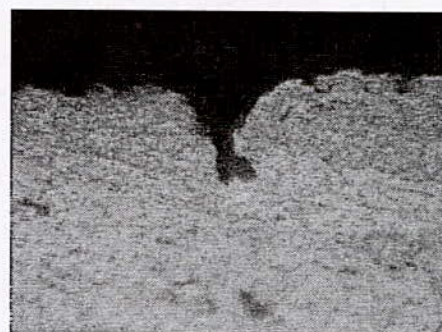


Fig. 10. Une piqûre de corrosion observée sur l'alliage 1050A immergé dans l'eau de mer (Gr : 1000X)

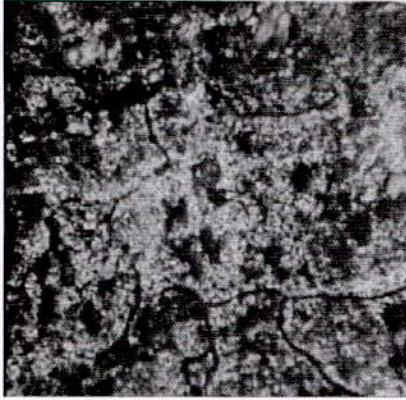


Fig. 11. Corrosion intergranulaire observée sur l'alliage 2017A immergé dans l'eau de mer (Gr : 1000X)

Ces deux images montrent clairement que la corrosion par piqûre et la corrosion intergranulaire sont les deux formes de corrosion auxquelles les alliages d'aluminium sont sensibles le plus souvent.

IV. CONCLUSION

Cette étude a été réalisée sur deux alliages d'aluminium 1050A et 2017A dans un milieu salin (Salinité de 35,73%) à 19,78 g/l de Cl, aéré, pH neutre et à température ambiante, dans différents états d'érouissage.

L'ensemble des résultats obtenus montre que :

- la déformation plastique fragilise la couche d'oxyde.
- les traitements de sablage et de grenaillage induisent des contraintes de compression et provoquent un érouissage superficiel et améliore la tenue en corrosion.
- les alliages d'aluminium sont plus sensibles à la corrosion par piqûres et la corrosion intergranulaire que d'autres formes de corrosion.

V. REFERENCES

- [1] A. AMIAR, H. BELHADI, Influence de la plasticité sur la tenue à la corrosion des alliages d'aluminium, *PFE*, EMP, ALGERIE, 2004.
- [2] M. COLOMBIE, COLL, *Matériaux industriels : matériaux métalliques*, Edition Dunod, PARIS, 2000.
- [3] C. VARGEL, *Corrosion de l'aluminium*, Edition Dunod, PARIS, 1999.
- [4] G. BERANGER, H. MAZILLE, *Corrosion des métaux et alliages, mécanismes et phénomènes*, LAVOISIER, PARIS, 2002.
- [5] R. DEVELAY, Traitements thermiques des alliages d'aluminium, *Techniques de l'ingénieur*, Vol MD2, M1290, M1291, M1292, Edition Technip, 1996.
- [6] J. F. FLAVENOT, A. NIKU-LARI. *Le Grenaillage de Précontrainte*, CETIM, 1982.
- [7] C. FARES, Amélioration du comportement à la corrosion de l'aluminium en présence du mercure par un dépôt de nickel chimique, *Thèse de magister*, EMP, ALGERIE, 2002.



FORMATION DE L'ALUMINE METASTABLE DURANT L'OXYDATION DE L'ALLIAGE FE-CR-AL ET SON ELIMINATION PAR UN DEPOT DE DIOXYDE DE TITANE

R. CHEGROUNE^{1,2}, E. SALHI², A. GALERIE³

¹ Département SDM, Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, USTHB, B.P 32, El-Alia, Bab – Ezzouar, 16111, Alger, Algérie

² Laboratoire de Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, B.P 182, 10 avenue Hassen Badi, 16200, El-Harrach, Alger, Algérie.

³ Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgiques, UMR CNRS – INPG- UJF 5614, B.P 75 38402 Saint Martin d' Hères, Grenoble, France.

RESUME

L'influence d'un dépôt à base de TiO₂ sur un alliage de type Fe-Cr-Al a été étudiée pour diminuer la formation des alumines de transition durant l'oxydation thermique dans le domaine de température 800- 950°C.

La modification de la surface par l'application de ce dépôt avant oxydation a montré qu'il réduisait considérablement l'alumine de transition, résultat observé par DRX suivi par des examens au MEB couplé à l'EDAX.

Des taux de recouvrement des oxydes ont été estimés par voie expérimentale et des perspectives d'études ont été proposées.

Mots Clés : Oxydation, Alumines de Transition, Alumine Alpha, Dépôt de TiO₂, DRX FeCrAl

I. INTRODUCTION

La corrosion des alliages métalliques représente un souci majeur pour l'industrie. En particulier, les alliages de type Fe-Cr-Al présentent une grande résistance à l'oxydation à partir de 1000°C [1].

Par contre dans le domaine de températures 800-1000°C, leur durée de vie se trouve réduite à cause de la formation des alumines de transition.

Le comportement à l'oxydation à haute température dépend principalement de la température, de l'atmosphère oxydante et des éléments d'addition tels que Yttrium, Cérium, Hafnium et Lanthane [2]. La littérature concernant le comportement en cinétique

d'oxydation des alliages Fe-Cr-Al est vaste. Les études sur ce type d'alliages couvrent une large gamme de temps de traitement, allant de quelques minutes à des dizaines de jours, et une large gamme de température (de 800 à 1350°C) [3-5].

En premier lieu, on remarque que l'ensemble des auteurs s'accorde à dire que, pour des temps raisonnables, les cinétiques d'oxydation de ce type d'alliages sont paraboliques même si d'autres comportements, pour de très longs temps d'oxydation, ont pu être observés par certains auteurs [6]. Ensuite, nombreuses sont les études qui ont tenté de mettre en évidence l'effet des éléments dits « actifs ».

L'apport positif de ces éléments actifs a en effet été découvert tôt, dans les années 1940, par l'introduction de cérium qui améliorait les qualités protectrices de la couche d'oxyde. Depuis, il a été montré, à de nombreuses reprises, que l'incorporation d'une faible quantité d'éléments actifs, tels que l'Yttrium, le Zirconium ou encore le Hafnium, pouvait changer significativement le comportement à l'oxydation de ces alliages [7-9].

L'une des solutions d'amélioration de la résistance à l'oxydation des alliages de type Fe-Cr-Al est l'application d'un dépôt de TiO₂ préparé à partir d'une suspension aqueuse à concentration fixée.

Ce revêtement permet de favoriser la formation et la stabilisation de l'alumine α -Al₂O₃ et empêcher l'apparition des alumines de transition. Des moyens d'investigation ont été mis en œuvre afin de caractériser les couches oxydées.

II. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les échantillons utilisés sont des alliages de nuance YHfAl, fournis sous forme de feuillards, d'épaisseur 0,05 mm, par la Société (VDM, Allemagne). L'analyse chimique effectuée a montré que les alliages contiennent : 20,4 % de Cr, 6,05 % Al, 0,06 % Y et 0.045% Hf. La poudre de TiO₂, de granulométrie de diamètre 1 µm, a été dispersée dans de l'eau qui contient 10% d'éthanol à une seule concentration de (1000 mg/l).

La suspension a été déposée manuellement sur l'échantillon, et le taux de recouvrement obtenu après vaporisation à l'air est de (175 µg / cm²).

Les traitements thermogravimétriques ont été réalisés à l'aide d'une thermobalance SETARAM. Cette dernière est une thermobalance à fléau articulé sur un ruban de torsion tendu entre deux lames ressorts.

La relation proportionnelle, qui lie l'intensité du courant à la force d'équilibrage électromagnétique, associe la mesure des variations de courant à la mesure de variation de masse. Le four de la thermobalance est constitué d'un résistor en graphite placé sous argon et isolé par un tube d'alumine servant de chambre d'analyse. La régulation de température est pilotée par ordinateur .

Cette thermobalance offre l'avantage d'être sensible au microgramme et de permettre d'effectuer des mesures de variation de masse en continu d'un échantillon.

Les deux échantillons avec et sans dépôt ont été découpés à partir des feuillards bruts fournis par la société VDM de manière à obtenir les dimensions de (20x10x0.05 mm³). Ensuite, ils ont été nettoyés à l'alcool dans un bain à ultrasons de façon à obtenir une surface propre. Les traitements d'oxydation ont été effectués à 850°C pendant une durée de 48 h.

En vue d'identifier les variantes d'alumines, une analyse par DRX (KαCu =1,54 Å) a été accomplie sur les deux échantillons avec et sans dépôt.

Pour voir la morphologie des oxydes formés, des observations au MEB et couplé à l'EDAX ont été faites sur la surface des échantillons oxydés .

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Les deux échantillons avec et sans dépôt sont placés dans une thermobalance de type SETARAM ou règne une atmosphère oxydante de composition (Argon-

15%O₂), sous une pression de 1atm et une température de 850°C.

Les cinétiques obtenues par analyse thermogravimétrique de type parabolique, caractéristique d'une couche d'oxyde d'épaisseur de 1,70 µm , pour l'échantillon sans

dépôt est de 1,30 µm pour l'échantillon avec dépôt, la croissance de cette couche se produit par un mécanisme de diffusion[10-11]. Sur les figures 1 (a) et 1 (b), sont portées les deux courbes décrivant la variation du gain de masse par unité de surface en fonction du temps d'un échantillon avec et sans dépôt. Le taux de recouvrement de la suspension de la poudre de TiO₂ ayant une concentration de (1000 mg/l), a été calculé et nous avons trouvé une valeur de 175 µg / cm². Ce taux est suffisant pour modifier le comportement à l'oxydation de l'alliage de nuance YHfAl.

Le même travail de recherche a été réalisé par A. Galerie et al. [9-11] où des échantillons traités et non traités ont subi une oxydation dans une thermobalance sous un flux gazeux (Ar-15%O₂) à 950°C .

Les résultats montrent aussi qu'un taux de recouvrement de (170 µg/ cm²) est suffisant pour ralentir la cinétique d'oxydation des alliages Fe-Cr-Al. Nous avons remarqué que la cinétique d'oxydation de l'échantillon avec dépôt est légèrement lente en comparaison avec celle de l'échantillon sans dépôt. Ce résultat confirme l'effet de la suspension sur l'empêchement des alumines de transitions en faveur de la formation des alumines stables [12-13].

En vue de confirmer les résultats de l'analyse thermogravimétrique, des observations au MEB des surfaces oxydées ont été effectuées. Les alumines métastables apparaissent sous forme d'aiguilles, pour des longues durées d'oxydation, sur les échantillons sans dépôt[14-15].

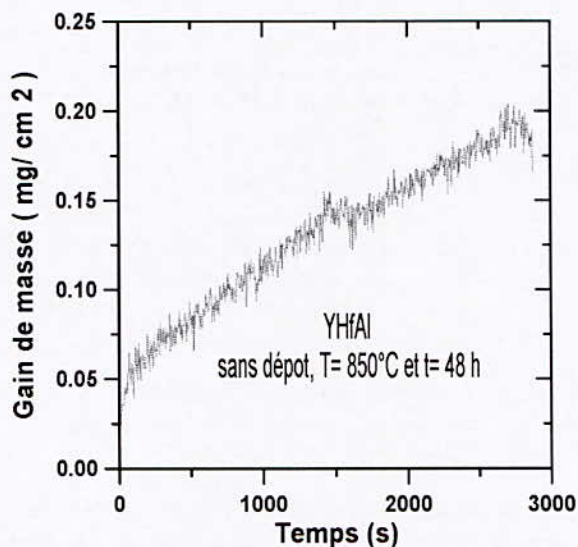


Fig. 1a. Variation du gain de masse en fonction du temps pour l'alliage sans dépôt YHfAl, traité à 850 °C dans une atmosphère (Ar- 15%O₂).

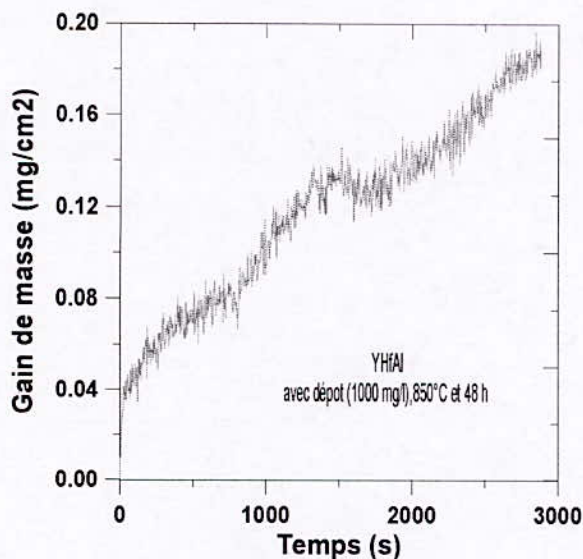


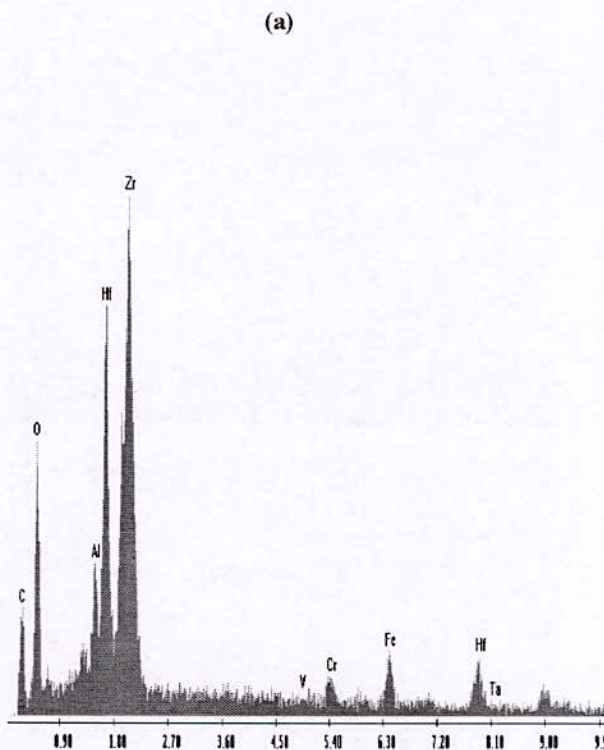
Fig. 1b. Variation du gain de masse en fonction du temps pour l'alliage avec dépôt YHfAl, traité à 850 °C dans une atmosphère (Ar- 15%O₂).

Tandis que sur les échantillons avec dépôt, les grains d'alumine α se présentent sous forme globulaire. Les observations surfaciques (MEB) effectuées sur les couches d'alumine formées lors des tests d'oxydation sur l'alliage YhfAl mettent en évidence quelques caractéristique remarquables de ces films :

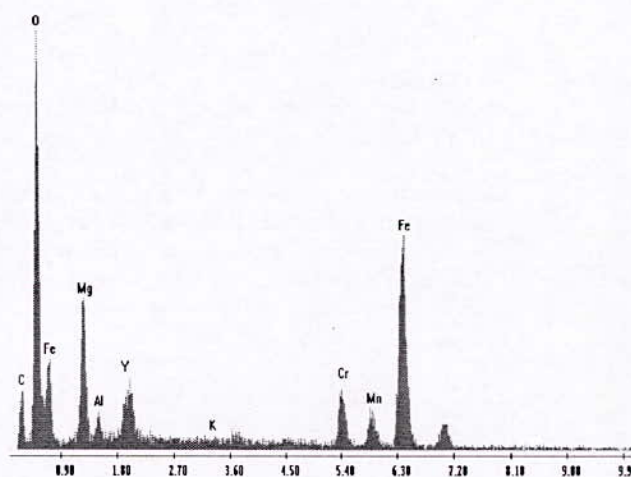
Pour l'échantillon avec dépôt fig. 3(b) , la couche d'oxyde présente un aspect très compact par conséquent une très bonne adhérence et une barrière pour la diffusion des cations et des anions. Cette dernière est constituées principalement de l'alumine α .

Pour l'échantillon sans dépôt fig.3 (a) la couche d'oxyde présente un aspect déchiqueté avec l'existence de quelque pores ce qui génère une mauvaise adhérence de la couche formée. La cinétique d'oxydation rapide, avec un transport de matière à l'état solide, est assuré majoritairement par Al⁺³ résultat d'une couche plus épaisse (1,7 μ m) par rapport à celle de l'échantillon avec dépôt (1,3 μ m) . pour l'échantillon sans dépôt, il y a formation de l'alumine métastable dites « de transition »

La répartition des éléments chimique obtenue par EDAX est donnée sur la figure 2 où l'on voit les pics des éléments constituant l'alliage en plus d'un pic plus intense de l'oxygène qui témoigne d'une oxydation effective.



(a)



(b)

Fig. 2. Analyse par EDAX de la surface oxydée obtenue sur la micrographie au MEB de la figure 3.
a : zone sombre
b : à l'endroit du nodule.

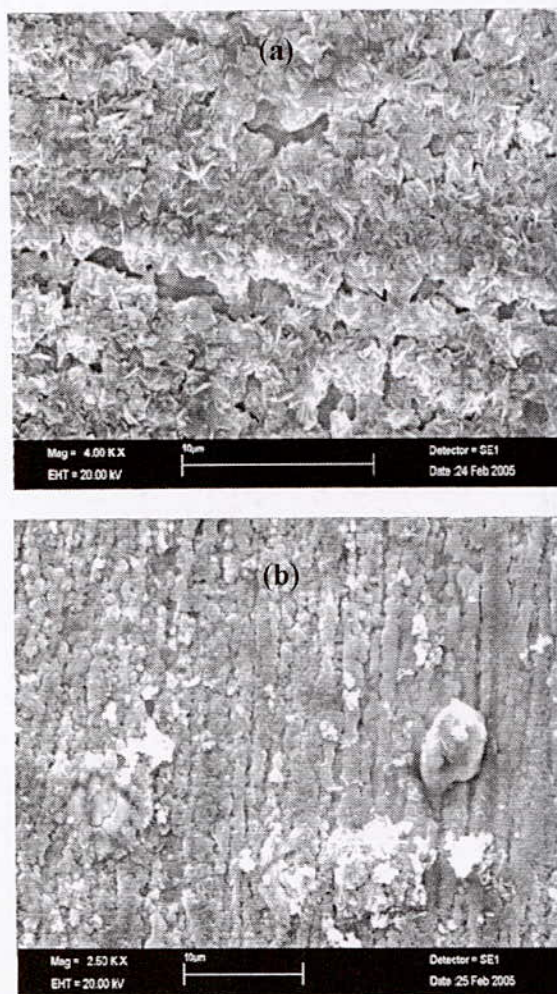


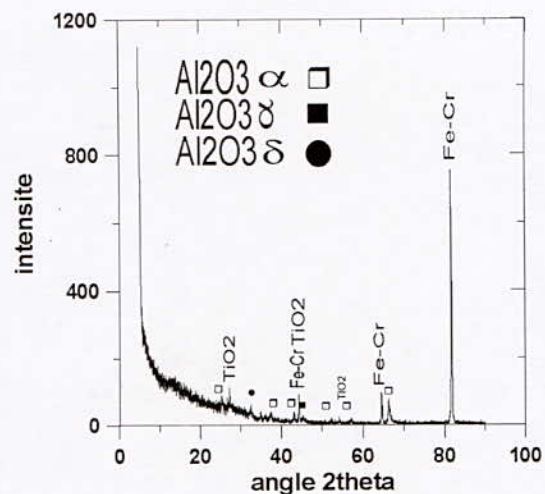
Fig. 3. Micrographie au MEB

a : sans dépôt

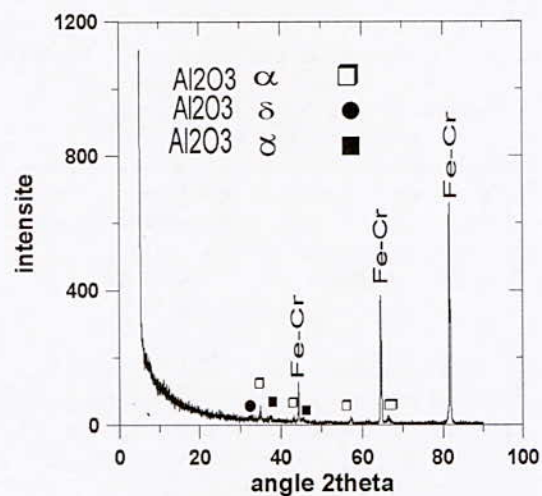
b : avec dépôt de l'échantillon oxydé à 850°C pendant 48h, atmosphère (Ar- 15%O₂).

Les analyses par Diffraction des Rayons X (DRX) sur les deux échantillons avec et sans dépôt (figure 4) confirment l'existence de plus de pics de diffraction relatifs à l'alumine α dans l'échantillon avec dépôt, figure 4 (a), suivi de quelques pics de faible intensité correspondant à ceux des alumines de transition.

Pour l'échantillon sans dépôt, figure 4 (b), les pics de diffraction de l'alumine α sont peut nombreux.



(a)



(b)

Fig. 4. Courbes de diffraction de (DRX) des échantillons oxydés à 850°C pendant 48 h sous une atmosphère de (Ar- 15%O₂) (a) avec dépôt, (b) sans dépôt

Ce résultat conforte bien les conclusions déjà dégagées au MEB et au moyen de l'analyse thermogravimétrique.

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Un traitement de surface a été développé dans le but d'éliminer la formation de l'alumine de transition dans le domaine de températures 850-1000°C.

Un traitement de surface utilisant comme dépôt une suspension de TiO₂ a permis la diminution des aluminés de transition en favorisant la formation de l'alumine stable (Al₂O₃-α) dont le mécanisme n'est pas encore élucidé.

Les différentes caractérisations au MEB, DRX et l'analyse thermogravimétrique ont confirmé le rôle du dépôt à base de TiO₂.

Pour que ce traitement soit efficace, il faut poursuivre des investigations dans un domaine de températures plus large 850-1000°C.

Comme perspective d'étude, il serait souhaitable de se pencher sur la qualité du dépôt en optimisant les paramètres de la poudre (granulométrie, taux d'humidité et l'ajout d'éléments (tensio-actifs).

V. REFERENCES

- [1] C. Badini, F. Laurella, *Surf. Coat. Tech.* Vol. 135, 2001, pp. 291-298.
- [2] J. Beakin, V. Prunier, G. C. Wood, F. H. Stott, *Mater. Sci. Forum*, Vols. 251-254, 1997, pp. 41-48.
- [3] R. Prescott, M.J. Graham, *oxidation of metals*, Vol. 38, 1992, pp 233-254
- [4] F. H. Stott, *Materials Science Forum*, Vol. 251-254, 1997, pp19-32
- [5] M. Turker, *Corrosion Science*, Vol. 41, 1999, pp. 1921-1935.
- [6] D. Monceau, B. Pieraggi, *Oxidation of Metals*, Vol. 50, 1996, pp. 477-493
- [7] K. Messaoudi, *thèse de Doctorat*, Université de Paris-sud, U. F. R, 1997, pp. 23-27
- [8] W. J. Quadackers, *Journal de Physique*, COLLOQUE C9, Vol. 3, 1993, pp. 177-186
- [9] F. Clémendot, J. M. Gras, J. C. Van Duysen, *journal de physique*, COLLOQUE C9, Vol. 3, 1993, pp. 291-299.
- [10] K. M. N. Prasanna, A. S. Khanna, Ramesh, Chandra, W. J. Quadackers, *Oxidation of Metals*, Vol. 46, Nos 5/6, 1996.
- [11] Kee. Sun Lee, Kyu. Hwan Oh, Won Wook Park and Hyung Yong Ra, *Scripta Materialia*, Vol. 39, No. 8, 1998, pp. 1151-1155.
- [12] A. Andoh, S. Taniguchi, T. Shibata. *High-Temperature corrosion and protection*, 2000, pp. 297-302.
- [13] G. Andrieu, A. Germidis, R. Molins, *Mater. Sci. Forum*, Vols 251-254, 1997, pp. 357-364
- [14] A. Galerie, Y. Wouters, W. J. Quadackers, *Rapport sci LTPCM-France et IMPES*, (IWV-Germany).
- [15] B. A. Pint, J. R. Martin, L. W. Hobbs, *Solid State Ionics*, Vol. 78, 1995, pp. 99-107.



INFLUENCE DE H₂S SUR LA CORROSION DES ACIERS ORDINAIRES ET INOXYDABLES ET SON IMPACT DANS L'INDUSTRIE DES HYDROCARBURES

K. MADANI¹, A. HANNANI²

² Laboratoire d'Electrochimie et Corrosion, métallurgie et chimie minérale. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene. BP 32 EL Alia, Bab Ezzouar /ALGER.

¹ Centre de recherche nucléaire de DRARIA (CRND)-Division des Matériaux et Combustibles Nucléaires. Tél (021) 31.03.58 a 61, Fax 021.31.03.80.

RESUME

Le présent travail a pour but l'étude de l'effet corrosif de l'hydrogène sulfuré et des ions chlorures sur deux aciers de compositions chimiques différentes. L'étude basée sur les méthodes électrochimiques a montré qu'une diminution de pH favorise une corrosion accrue, dont la forme restant grandement dépendante des constituants du milieu corrosif. Les analyses par diffraction de rayons X ont montré la formation de plusieurs produits de corrosion non protecteurs. Il sera montré également comment les données expérimentales électrochimiques s'inscrivent dans un ensemble de résultats impliquant nécessairement et de façon complémentaire, d'autres données voir métallurgiques et mécaniques.

Mots clés: Corrosion, H₂S, Milieux neutres, Milieu acides.

I. INTRODUCTION.

D'une manière générale, les puits de production (huiles ou gaz) se situent à des profondeurs allant de 500m à 1500m. La corrosion concerne tous les équipements, aussi bien ceux en contact avec le fluide (équipements de fond, tubage...) que ceux en contact avec l'air (corrosion atmosphérique) ou en contact avec le sol. La corrosion par H₂S, entraîne des corrosions localisées (sous dépôt, piqûres) à l'intérieur des parois des tubing de forage. Des phénomènes de cloques et de fissurations ont été observés dans la pratique industrielle (Champs pétroliers Rhoud El Baguel Sonatrach). De même, la sollicitation mécanique et dynamique des tubing entraîne la propagation des fissures jusqu'à rupture. Les conséquences économiques d'une telle rupture sont catastrophiques.

Ce présent travail est consacré à l'effet corrosif de H₂S, qui s'est toujours manifesté dans l'industrie des hydrocarbures, particulièrement dans un environnement aqueux [1], et à celui des ions chlorures jouant un rôle particulier dans le processus de corrosion, ces derniers s'adsorbent très facilement sur la surface de l'acier

entraînant une destruction locale du film de passivation [2]. La susceptibilité à la corrosion par H₂S dépend fortement du rapport eau / hydrocarbures produits, étant donné que les dommages de la corrosion augmentent avec l'augmentation de la teneur en eau [3].

II. PARTIE EXPERIMENTALE.

II.1. Composition chimique des deux aciers

Les aciers qui ont fait l'objet de notre travail ont été récupérés de puits de pétrole. Les compositions chimiques sont données dans les tableaux 1 et 2 :

Tableau 1 : Composition chimique de l'acier au carbone.

Elements	C	Mn	P	Cu	Fe
% massique	0.008	0.09	0.007	0.01	balance

Tableau 2 : Composition chimique de l'acier à 13 % en Cr.

Elements	C	Mn	Si	Cr	Ni	Fe
% massique	0.06	0.5	0.29	13	0.01	balance

II.2. Milieux corrosifs

Différentes solutions ont été utilisées pour étudier le rôle corrosif de H₂S et des ions chlorures Cl⁻ :

-Eau déminéralisée (avec et sans H₂S (1bar)).

-Solution de NaCl 20 g/l (avec et sans H₂S (1 bar)).

L'étude est menée à pH constant (pH ≈ 4), on note que ce pH est imposé par la pression de H₂S et que l'acidification du milieu est effectuée par l'ajout de l'acide acétique.

II.3. Cellule de mesure et électrodes

Les expériences électrochimiques ont été conduites en utilisant un montage à 3 électrodes.

a-une électrode de référence (ER) : c'est une électrode de Chlorure d'argent Ag/AgCl.

b-une contre électrode (CE) ou électrode auxiliaire : c'est un rondin en graphite de diamètre 0,6 cm et de longueur 15cm.

c-une électrode de travail (ET) : constituée des deux aciers à étudier, un acier ordinaire et un acier à 13 % Cr (les échantillons ont été découpés sous la forme d'un carré de section 1cm², ensuite soumis à un polissage pour atteindre une surface très réfléchie).

II.4. Agitateur magnétique

Pour homogénéiser en tout point la solution, un agitateur est placé à la base de la cellule au fond de laquelle repose un barreau magnétique.

L'agitation n'est parfaitement reproductible que si l'on utilise le même volume d'électrolyte, la même disposition du matériel immergé, et la même vitesse [4].

II.5. Chaîne de mesure

La chaîne de mesure utilisée est constituée des éléments suivants :

☞ Un Potentiostat/Galvanostat permettant d'imposer E et de lire i.

☞ Un ordinateur mené d'un logiciel donnant les résultats recherchés (courbes de polarisation, paramètres électrochimiques...).

L'étude est menée en mode potentiodynamique. Les courbes de polarisation sont balayées dans le sens cathodique avec une vitesse de balayage = 10 mV/mn.

Pour l'acier ordinaire, l'intervalle de polarisation est [E_{corr}-0.3V, E_{corr}+0.7V], alors que pour l'acier inoxydable l'intervalle de polarisation est [E_{corr}-0.5V, E_{corr}+1V]. Les mesures des résistances de polarisation ont été effectuées dans un intervalle de potentiel de 20 mV de part et d'autre du potentiel de corrosion à 0.1 mV /mn. Le montage utilisé est représenté par la figure 1.

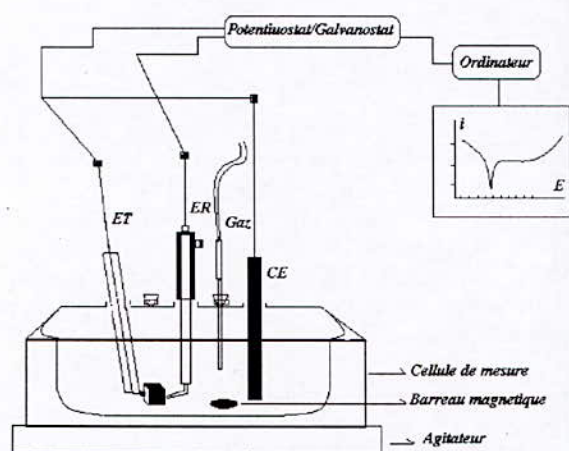


Fig. 1. montage potentiodynamique

II.6. Méthode d'étude

Comme un processus électrochimique est constitué par l'ensemble des phénomènes associés à la production d'un transfert de charges électriques à travers l'interface formée par la mise en contact d'une électrode (conducteur électronique) avec un électrolyte (conducteur ionique), les méthodes électrochimiques stationnaires ont été donc utilisées. Celles-ci sont basées sur l'exploitation de la relation fondamentale de la cinétique électrochimique pour un régime pur de transfert de charges. Le courant global (I) est donné par la relation de Butler-Volmer ;

$$I = I_{corr} \cdot [e^{(\alpha n F / RT)(E - E_{corr})} - e^{-(\beta n F / RT)(E - E_{corr})}] \quad (1)$$

I_{corr} et E_{corr} sont respectivement le courant de corrosion et le potentiel de corrosion.

α , β coefficients de transfert anodique et cathodique.

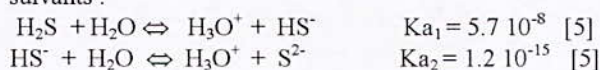
Le concept de la résistance de polarisation R_p s'applique à la courbe I=f(E) au voisinage du potentiel de corrosion. L'étude électrochimique est basée sur le tracé des courbes de polarisation semi-logarithmiques log(i)=f(E), des droites de Tafel et des courbes de polarisation linéaire.

III. RESULTATS ET DISCUSSIONS.

III.1. Acier ordinaire

Les courbes de polarisation de l'acier ordinaire dans les différents milieux sont représentées dans la figure 2. Ces dernières présentent qualitativement un même profil d'évolution, puisque les courbes anodiques montrent un accroissement continu de la densité de courant en fonction du potentiel sans aucun état passif indiquant une attaque continue de l'acier. Cependant on passe de H₂O connu par milieu de faible agressivité, représenté par la courbe A, à [NaCl 20g/l + H₂S (1 bar)] représentée par la courbe D, il y a augmentation des densités de courant anodique. Ceci est dû à l'introduction de H₂S et des ions Cl⁻ en solution.

Ceci peut être confirmé par le fait que dans l'eau, H₂S tend à acidifier le milieu, et donne lieu aux équilibres suivants :



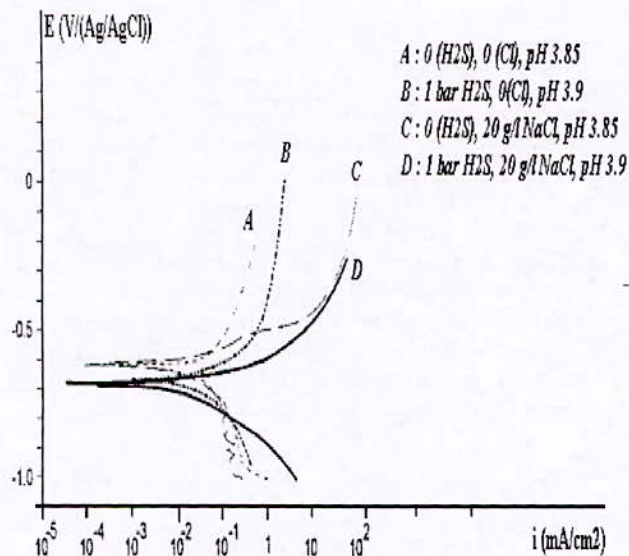


Fig. 2. Courbes de polarisation de l'acier ordinaire dans différentes solutions.

Paramètres électrochimiques

Les paramètres électrochimiques de l'acier ordinaire sont regroupés dans le tableau 3. Il est possible de constater que la présence de H₂S déplace le potentiel de corrosion vers des valeurs plus négatives dans les deux milieux (eau déminéralisée (-605 à -690 V(Ag/AgCl)), NaCl (-620 à -650 V(Ag/AgCl))). La présence de chlorures possède le même effet, E_{corr} passe de -605 V(Ag/AgCl) pour l'eau déminéralisée à -620 V(Ag/AgCl) pour NaCl. Un comportement plus anodique est donc constaté en présence des deux agents corrosifs.

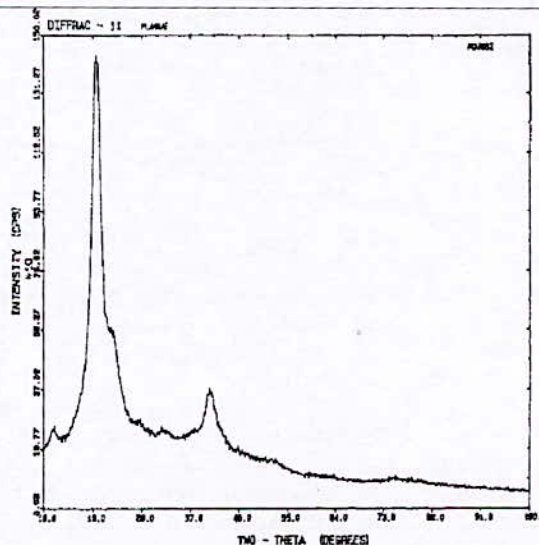
On constate aussi d'après le tableau que les valeurs des résistances de polarisation sont relativement comparables et de même ordre de grandeur, sauf dans la solution NaCl + H₂S ou la R_p semble avoir une faible valeur.

Tableau 3 : paramètres électrochimiques de l'acier ordinaire.

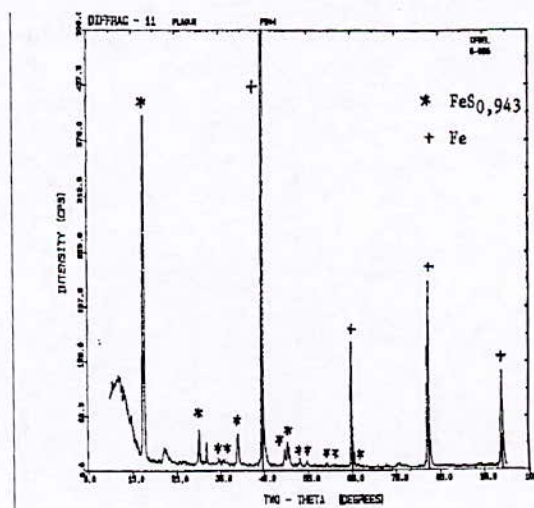
milieux	R _p (Ω.cm ²)	β _a (mV/dec)	-β _c (mV/dec)	E _{corr} (mV/(Ag/AgCl))
H ₂ O + H ₂ S	660	112	220	-690
NaCl + H ₂ S	340	63	170	-650
H ₂ O sans H ₂ S	740	110	180	-605
NaCl sans H ₂ S	690	58	184	-620

Analyses par DRX en présence de H₂S sous pression 1 bar

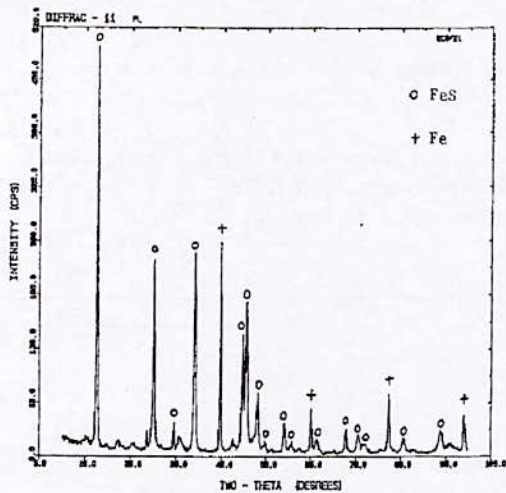
Les analyses par DRX des dépôts obtenus montrent qu'ils sont vraisemblablement formés de différentes compositions de sulfure de fer (Fig. 3).



(a)



(b)



(c)

Fig. 3. Spectre RX des dépôts formés sur l'acier ordinaire immergé dans une solution de H₂S (1 bar) pour un temps d'immersion

a : t = 24 h. b : t = 120 h. c : t > 200 h.

On constate d'après ces spectres qu'il s'est produit une cristallisation progressive du solide formé dans le temps puisqu'on est passé du sulfure de fer amorphe pour t = 24 h, au sulfure de fer non stœchiométrique de formule FeS_{0.943} pour t = 120 h à FeS pour un temps d'immersion t > 200 h.

En présence de H₂S sous pression 1 bar et de NaCl 20 g/l

Les analyses par DRX montrent que les produits de corrosion sont formés de mélanges de sulfure de fer (Fig. 4).

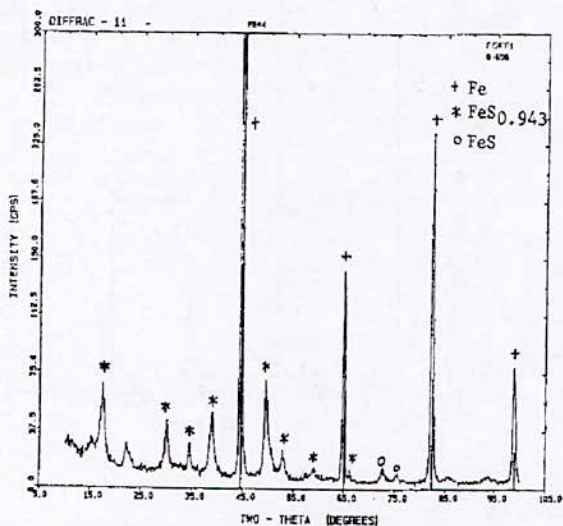


Fig. 4. Spectres RX des dépôts de corrosion formés sur l'acier ordinaire dans une solution de (H₂S + NaCl), t = 120 h.

III.2. ACIER 13 % en Cr

Les courbes de polarisation de l'acier à 13 % en Cr dans les différentes solutions sont représentées dans la figure 5. L'accroissement continu des densités de courant en fonction du potentiel pour les trois branches (B, C et D) indiquent une attaque continue de l'acier inoxydable par la solution, sans aucun état passif. On note cependant que dans H₂O, il y a stabilisation des densités de courant sur une gamme de potentiel approximativement égale à 0.70 V, suivie d'une réaugmentation de ce dernier. Il apparaît clairement que la présence de H₂S et des ions Cl⁻ en solution fait accroître les densités de courant.

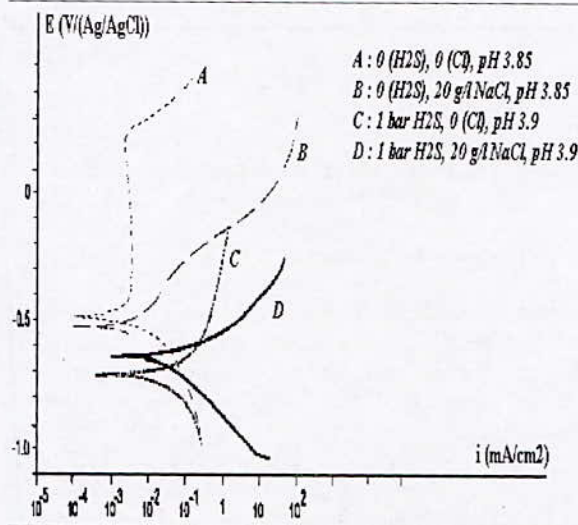


Fig. 5. Courbes de polarisation de l'acier à 13 % Cr dans différentes solutions.

Paramètres électrochimiques

Les paramètres électrochimiques de l'acier à 13 % Cr sont regroupés dans le tableau 4.

Les résultats obtenus montre que la présence de H₂S déplace le potentiel de corrosion vers des valeurs plus négatives dans les deux milieux (eau déminéralisée (-498 à -750 V(Ag/AgCl), NaCl (-550 à -680 V(Ag/AgCl))). La présence de chlorures possède le même effet, E_{corr} passe de -498 V(Ag/AgCl) pour l'eau déminéralisée à -550 V(Ag/AgCl) pour NaCl. E_{corr} déplacé vers des valeurs plus négatives indique que les deux agents corrosifs rendent le milieu plus agressif.

Il est à noter que la valeur de R_p dans (H₂O sans H₂S) > R_p dans (NaCl sans H₂S) > R_p dans (H₂O + H₂S) > R_p dans (NaCl + H₂S).

Tableau 4. paramètres électrochimiques de l'acier à 13% en Cr.

milieu	Rp ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	β_a (mV/dec)	$-\beta_c$ (mV/dec)	E_{corr} (mV/(Ag/Ag Cl))
H ₂ O + H ₂ S	580	150	190	-750
NaCl + H ₂ S	298	95	147	-680
H ₂ O sans H ₂ S	10520	129	122	-498
NaCl sans H ₂ S	4150	130	135	-550

Le tableau 5, regroupe les valeurs comparatives des vitesses de corrosion des deux aciers. Une comparaison montre que dans les deux solutions (NaCl 20 g/l+H₂S 1 bar et NaCl 20 g/l), l'acier ordinaire semble être très fortement attaqué comparé à l'acier inoxydable. En solution de (H₂O + H₂S 1) bar, les deux vitesses sont relativement comparables.

Il est clair d'après ces résultats que la présence de H₂S accélère la corrosion et ce, pour les deux aciers, mais son effet semble être plus accentué dans l'eau qu'en milieu chlorurés, chose attribuable à l'effet de l'acide acétique utilisée pour acidifier le milieu.

Tableau 5. Vitesse de corrosion de l'acier à 13 % Cr et de l'acier ordinaire dans différentes solutions.

solutions	Vitesse de corrosion (mg/dm ² .j)	
	Acier ordinaire	Acier inoxydable
H ₂ O+H ₂ S 1 bar	95	98
H ₂ S 1 bar+ NaCl 20 g/l	72	36
NaCl 20 g/l (sans H ₂ S)	12	2

Analyses par DRX en présence de H₂S 1 bar

Les analyses par DRX montrent la coexistence de plusieurs phases : Fe, FeS et FeS_{0,943} (Fig. 5).

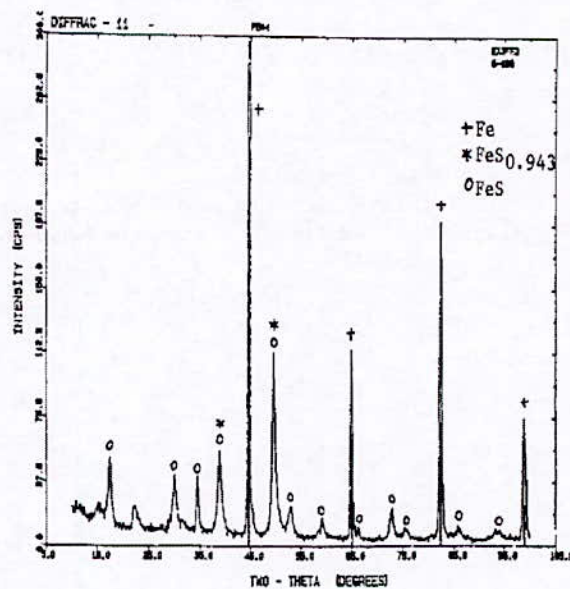


Fig. 5. Spectres de diffraction des rayons X des dépôts formés sur l'acier à 13 % Cr (FeS) dans une solution de H₂S 1 bar, t = 300 h.

IV. CONCLUSION

Les potentiels de corrosion des deux aciers dans des solutions de H₂S sont bas.

La présence de H₂S accélère la corrosion et ce, pour les deux aciers, mais son effet est plus accentué dans l'eau qu'en milieu chlorurés.

Les analyses par DRX ont montré la formation de plusieurs phases de sulfure de fer, non protectrices. Il est à noter que la DRX seule ne fournit pas des renseignements suffisants sur la vraie structure du produit de corrosion formé. Pour confirmer la structure proposée d'autres méthodes d'analyse de surface comme l'ESCA et le MEB seront nécessaires. Une diminution du pH favorise une corrosion accrue. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux des chercheurs [6-8].

V. REFERENCES

- [1] R.D. Kane, M. Watkins, D.F. Jacobs and G.L. Hancock. *Corrosion*, vol. 33, 1977, pp 309-320.
- [2] D. DjelLas (corrosion dans l'industrie des hydrocarbures). *2^{ème} école maghrébine de corrosion*, Sidi Fredj, 1993.
- [3] O. Lahodny-Sarc. European Federation of Corrosion Publications, n°11, *corrosion inhibitors*, 1994, pp 104-120.
- [4] J. Besson et J. Guiton, Manipulation d'électrochimie. *Edition MASSON et Cⁱ*, 1972.
- [5] Jeans-Louis Crolet et Gerard Beranger. Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages. *Techniques de l'ingénieur*, M150, 1998 pp. 1-21.
- [6] L. M. Dvoracek. *Corrosion*, vol 32, 1976, pp. 64-68.
- [7] O. Lahodny-Sarc. European Federation of Corrosion Publications, N°11, *corrosion inhibitors*, 1994, pp.104-120.
- [8] Yuiki Yoshino and Akihiko Ikegaya. *Corrosion*, vol. 41, 1985, pp. 105-113.

CARACTERISATION DES TECHNIQUES DE PROTECTION CATHODIQUE DANS LES OUVRAGES ENTERRES

K. NIBOUCHE, H. HOUALI, S. BRICK-CHAOUCH, M. ZERGOUG

¹Laboratoire d'Electronique et d'Electrotechnique
Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC), BP.64, Route de Dély Brahim, Chéraga, Alger.
Tél : (213)(21) 36 18 54/56, Fax: (213)(21) 36.18.50

RESUME

L'investigation sur les canalisations métalliques enterrées à partir d'échantillons est actuellement le seul moyen direct permettant de connaître les états de transformation de leur paroi intérieure et extérieure. L'objectif de ce travail, est de présenter ce que la protection cathodique peut apporter pour lutter efficacement contre la corrosion, par des procédés de prélèvement, d'examen et d'analyse à l'aide d'un protocole d'investigation utilisé à partir d'expériences accumulées concernant l'un des paramètres physiques, la résistivité du sol d'une canalisation dont nous avons caractérisé cette protection.

Mots Clés : Corrosion, canalisations enterrées, protection cathodique (PC), caractérisation physique, résistivité.

I. INTRODUCTION

La corrosion est un processus qui conduit les éléments naturels à défaire ce que l'homme a élaboré par son travail et à grands frais d'énergie, à partir des matériaux que la terre lui offre. Elle engendre, aussi bien pour les particuliers que pour les sociétés industrielles et les états, des coûts de renouvellement très importants, des conséquences techniques fâcheuses, et des risques pour l'homme lui-même.

La prévention contre la corrosion doit être envisagée dès la phase de conception d'une installation. En effet, des mesures préventives prises au bon moment permettent d'éviter de nombreux problèmes lorsqu'il s'agit de garantir une certaine durée de vie à un objet, notamment pour des industries telles que le nucléaire, l'industrie chimique ou l'aéronautique, où les risques d'accident peuvent avoir des conséquences particulièrement graves pour les personnes et l'environnement [1].

II. GENERALITES SUR LA CORROSION DES OUVRAGES ENTERRES

La détérioration d'un métal due à une réaction avec son environnement est appelée corrosion, qui est un ensemble

de phénomènes chimique ou électrochimique dans lequel un atome d'une pièce métallique réagit avec une substance qui est au contact avec la surface exposée, et par lequel les métaux et alliages tendent à retourner à leur état naturel d'oxydes ou de minerais. Un courant électrique passe du métal à travers des ions dans le milieu environnant, le sol.

La corrosion sévit dans tous les domaines d'activité, c'est surtout dans les industries gazière et pétrolière qu'elle montre le plus son caractère pernicieux, généralement enterrés, inaccessibles à l'examen, assurant leur fonction de production, de transport et de distribution, les ouvrages enterrés baignent dans un milieu particulièrement agressif du fait de leur hétérogénéité et du grand nombre d'impuretés qu'il contient.

Ce milieu très varié ne se prête pas facilement à la modélisation et aux études scientifiques, tant en laboratoire que sur site. C'est dans ce contexte que l'objectif de la présente étude est cerné, comme des techniques destinées à prémunir les ouvrages des effets de cette dégradation.

II.1. Les éléments pouvant causer la corrosion

En établissant les principes fondamentaux de la corrosion des métaux, et en montrant qu'elle résulte de la destruction de l'équilibre métal/solution. Nous voyons que dans la pratique, les éléments qui peuvent causer cette corrosion entre une canalisation et un électrolyte qui est le sol sont :

- Contacts entre matériaux différents
- Différence de concentration dans la solution.
- Manque d'homogénéité à la surface du métal ou de son environnement qui peut causer une différence de potentiel.

II.2. Différents moyens pour identifier les types de corrosion

Il existe une multitude de méthodes pour l'identification de la corrosion :

- Par apparence: uniforme, localisé, filiforme.

- Par des méthodes à travers l'endroit où la corrosion se développe ou commence : électrochimique, intergranulaire, chimique.
- Par des méthodes à travers l'endroit de la corrosion se développe rapidement: galvanique, frottement/friction, stress...

III. MOYENS DE PREVENTION ET DE LUTTE CONTRE LA CORROSION

La corrosion des structures enterrées métalliques dépend principalement de la composition du sol, de la résistivité, du pH, du contenu de l'eau et d'oxygène, etc... Beaucoup de moyens sont disponibles pour prévenir cette corrosion et la contrôler régulièrement comme :

- Eliminer l'humidité (électrolyte).
- Enlever le contact entre les matériaux dissimilaires.
- Utiliser des inhibiteurs.
- Utiliser des revêtements résistants (bitume, goudron de charbon et poudre d'époxyde ou polyéthylène).
- Sélectionner des procédés de fabrication et d'assemblage propices.
- Utiliser des matériaux résistants à la corrosion (choix adéquat).
- Une protection électrique.

IV. PROTECTION ELECTRIQUE

Lorsqu'il y a possibilité de créer une circulation d'un courant électrique entre un métal et la solution qui l'entoure, circulation telle que le sens du courant passe de la solution vers le métal, et de favoriser ainsi la réaction cathodique au niveau de ce métal que l'on veut protéger contre la corrosion, en reportant la réaction d'oxydation sur une autre structure, dont on accepte a priori la dégradation. Les canalisations et les réseaux en acier, même anciens et dégradés, constituent le champ d'application principal de cette technique de protection [2]. Cette protection active ou électrique consiste à amener par des moyens extérieurs et artificiels l'ensemble de la surface extérieure du métal à un potentiel suffisamment négatif pour rendre le métal entièrement cathodique et supprimer ainsi tout risque de corrosion extérieure. C'est le principe même de cette protection électrique dite « protection cathodique ».

V. PROTECTION CATHODIQUE

La protection cathodique est la technique la mieux adaptée, pour conserver dans son intégrité la surface extérieure des structures en acier enterrées ou immergées, en s'opposant au processus électrochimique d'attaque du métal par le milieu ambiant. Elle fonctionne en passant le courant continu, opposé au courant de corrosion, continuellement à partir des électrodes (anodes) qui sont

installées dans le sol entourant la structure à protéger. La corrosion est arrêtée quand le courant de protection est suffisamment grand et est correctement distribué. Le courant de protection exige une source d'énergie externe. Il existe trois méthodes pour réaliser la protection cathodique des canalisations enterrées en acier.

V.1 Protection cathodique par anode sacrificielle

Son principe est de constituer une pile à l'aide d'un métal plus électronégatif que l'acier (magnésium, aluminium, zinc), en créant un couple galvanique dont la canalisation métallique sera la cathode de la pile et l'anode un métal choisi pour son potentiel plus électronégatif (Fig. 1).

V.2. Protection cathodique par soutirage de courant

Son principe est de relier à une source électrique convenablement connectée de manière que l'acier devienne la cathode du système et de vérifier que le potentiel de cette cathode atteint bien le critère de protection en tous points, c'est la protection par soutirage de courant ou par courant imposé (Fig. 2).

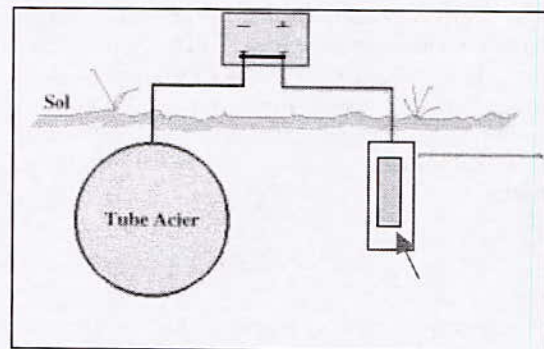


Fig. 1. Protection par Anode sacrificielle

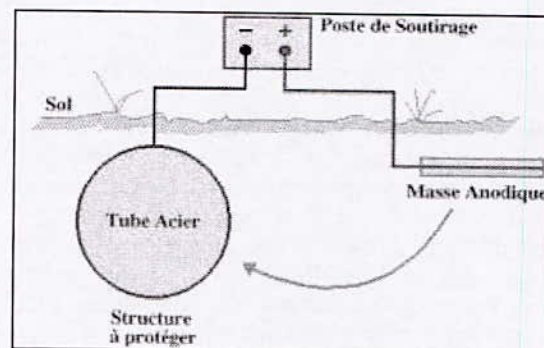


Fig. 2. Protection par soutirage de courant

L'abaissement du potentiel des canalisations à la valeur voulue est obtenu en connectant le réseau, en un ou plusieurs de ses points, au pôle négatif d'une source électrique de courant continu. Le champ électrique se

répartit dans le sol, par la prise de terre ou déversoir. Les électrons gagnent la canalisation et pénètrent par leur surface latérale, cheminent longitudinalement dans les conduites jusqu'à la connexion au pôle négatif du redresseur.

V.3. Protection cathodique par drainage de courant

Son principe est de protéger les canalisations enterrées contre les risques de l'électrolyse due à la présence dans le sol de courants vagabonds. L'appareil de drainage n'est pas un appareil de protection cathodique, il ne cherche pas à porter le métal de la conduite à son potentiel d'immunité, il ramène simplement à leur source les courants qui circulent dans les canalisations. Il peut atteindre le potentiel de protection mais la caractéristique des courants vagabonds étant d'être essentiellement variables et fluctuants, l'état de polarisation est lui aussi variable et fluctuant. C'est pour cela, qu'il est souvent nécessaire d'associer au drainage d'autres systèmes pour obtenir une protection totale contre la corrosion sur ce type de canalisations enterrées.

V.4. Critère de protection cathodique

Le critère essentiel de la protection cathodique est la valeur du potentiel au-dessous duquel un métal considéré (l'acier), enfouis dans le sol ne peut se corroder. Pour l'acier enterré ou immergé, ce dernier est mesuré avec une électrode de référence Cu/CuSO₄ en contact avec le milieu situé au voisinage immédiat du métal de -850 mV. Ce n'est qu'à partir d'une certaine valeur de courant que le potentiel nécessaire est atteint. Ce critère dépend surtout de la nature du métal à protéger et de la nature du milieu environnant (sol).

Premier critère : Le potentiel

La mesure du potentiel d'une canalisation enterrée s'effectue à l'aide d'une électrode au cuivre/sulfate de cuivre saturée Cu/CuSO₄ et d'un voltmètre de forte résistance interne. Cependant, compte tenu de la circulation des courants de protection cathodique dans le sol, la mesure ainsi effectuée ne correspond pas au potentiel du métal de la canalisation en contact avec le sol, (voir figure 3).

On admet que toute structure en acier enterrée dont le potentiel aura été rendu plus négatif que (- 850 mV) par rapport à l'électrode de référence en règle générale, sera protégée cathodiquement. Si on est en présence de bactéries le potentiel sera de - 950 mV par rapport au couple (Cu/CuSO₄).

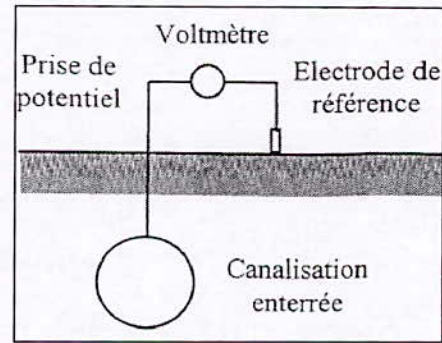


Fig. 3. Mesure du potentiel d'une canalisation enterrée

Deuxième critère : Le courant

Quand la mesure du potentiel n'est pas réalisable, il peut être utile de contrôler le courant assurant la protection cathodique. Des expériences établies donnent pour l'acier les critères suivants, regroupés dans le tableau 1. Ces valeurs sont des moyennes et doivent toujours être ajustées en fonction des caractéristiques réelles du métal mais surtout de la nature de l'électrolyte.

Tableau. 1. Courants de protection cathodique pour l'acier

Courant de protection mA/m ²	Acier dans différent milieu
0,7	Ciment
5	Sol anaérobie sans bactérie
35	Sol aéré
60	Eau douce agitée
100	Eau de mer calme
> 500	Eau de mer en mouvement

Ces valeurs sont des moyennes et doivent toujours, au moment de projets, être ajustées en fonction des caractéristiques réelles du métal mais surtout de la nature de l'électrolyte.

VI. CARACTERISATION PHYSIQUE DE L'OUVRAGE A PROTEGER

L'approche physique de cette étude a été de calculer d'une part le potentiel et le courant de protection de la conduite à protéger, et d'autre part de voir comment évolue le courant de protection de différentes structures de canalisations enterrées en fonction de la longueur à protéger, pour des canalisations longilignes ou compactes (concentrées), revêtues ou nues.

VI.1. Ouvrages longilignes

Pour les structures longilignes, il faut tenir compte de la résistance qui provoque un effet d'atténuation du courant. Le courant ainsi que la tension, sont donnés par les lois, dites de télégraphistes. Si la conduite est de longueur finie L, les équations suivantes sont les plus couramment utilisées pour le dimensionnement des ouvrages longilignes de longueur déterminée :

$$I = \frac{E_0}{\gamma} \sinh(\alpha L) \quad (1)$$

$$E = E_0 \cosh(\alpha L) \quad (2)$$

- L : Longueur de la canalisation à protéger
- E : Abaissement du potentiel au point L (V)
- E₀ : Abaissement du potentiel au point x₀ (V)
- I : Intensité du courant à injecter (A)
- I₀ : Intensité du courant au point x₀ (A)
- α : Coefficient d'atténuation de la conduite
- γ : Résistance caractéristique de la conduite
- r : Résistance ohmique longitudinale de la conduite exprimée en (Ω.m⁻¹)
- R : Résistance transversale d'isolement de la conduite en (Ω.m)

$$\alpha = \sqrt{\frac{r}{R}} \quad \text{et} \quad \gamma = \sqrt{r \cdot R} \quad (3)$$

VI.2. Ouvrages compacts

V.2.1. Canalisations nues

Le courant de protection est calculé en multipliant la densité de courant par la surface à protéger.

$$I = i * A \quad (4)$$

- I : Intensité du courant de protection (A)
- i : Densité de courant de protection (A/m²)
- A : surface totale de l'ouvrage à protéger (m²)

V.2.2. Canalisations revêtues

La densité de courant de protection est calculée à partir du potentiel de protection E, et du potentiel standard de l'ouvrage E₀. En tenant compte de la résistance d'isolement R (Ω.m²), qui représente la résistance de contact avec le sol d'un mètre carré de canalisation revêtue. Comme la résistivité des revêtements est élevée, la résistance d'isolement de la canalisation dépend surtout des défauts de ce revêtement.

$$I = \frac{E - E_0}{R} \quad (\text{A/m}^2) \quad (5)$$

VII. RESISTIVITE DU SOL

La valeur de la résistivité est un critère important, sinon décisif, d'appréciation de l'agressivité d'un sol. La connaissance de la résistivité du sol ou du liquide en contact avec la structure métallique est un élément essentiel pour lutter contre la corrosion et la mise en place des dispositifs de protection cathodique en particulier.

La résistivité du sol est une donnée intégrante car elle rend compte de la teneur en sels dissous et la teneur en eau. C'est un paramètre facilement mesurable. Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la résistivité, telle des trois piquets, la plus utilisée est celle des quatre terres (la méthode de Wenner), voir la figure 4 [3]. Une classification de la corrosivité en fonction de la résistivité du sol est donnée dans le tableau 2.

Tableau. 2. Classification de l'agressivité d'un sol selon sa résistivité

Résistivité du sol (Ω.m)	Corrosivité
ρ < 500	Très élevée
500 < ρ < 2000	Elevée
2000 < ρ < 5000	Moyenne
5000 < ρ < 10000	Faible
ρ > 10000	Très faible

Quatre piquets sont alignés et enfoncés dans le sol à faible profondeur avec un écartement @ entre piquets. On alimente les piquets extérieurs à l'aide d'un générateur de courant basse fréquence. On mesure l'intensité du courant I et la différence de potentiel entre les piquets intérieurs ΔV. Si on admet que l'électrolyte est uniforme, la résistivité est donnée par la formule suivante d'après la théorie :

$$\rho = 2 \cdot \pi \cdot a \cdot \left(\frac{\Delta V}{I} \right) \quad (6)$$

- ρ : Résistivité (Ω.m)
- a : Distance entre piquets (m)
- ΔV: Différence de potentiel entre les piquets intérieurs b et c (Volt)
- I : Intensité entre les piquets extérieurs a et d (Ampère)

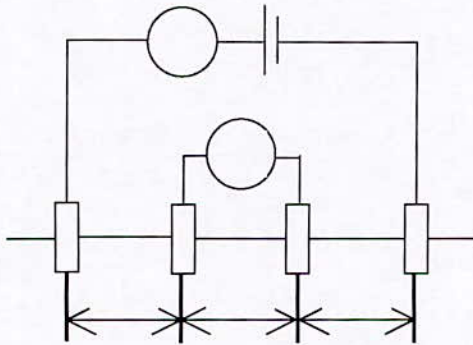


Fig. 4. Méthode des quatre terres

VII. CARACTERISTIQUES DE L'OUVRAGE A PROTEGER

VII.1 Données de l'étude

Nous avons recueilli les données nécessaires de l'ouvrage enterré à protéger cathodiquement et qui fait l'objet de cette étude, d'une longueur de 28,25 Km et de diamètre de 8", dont les caractéristiques sont regroupées dans le tableau 3 [4].

VII.2 Influence de la résistivité du sol sur la corrosion des canalisations enterrées

Les données de la résistivité du sol prises le long du tracé de la conduite devant alimenter cet ouvrage traversant des zones non agressives dont la valeur varie entre 65 Ωm et 170 Ωm , sont regroupées sur la figure 5. Nous remarquons que le sol présente des zones de résistivité homogène tout le long de la structure.

Tableau. 3. Caractéristiques de l'ouvrage à protéger

Caractéristiques	Données
Type d'ouvrage	Gazoduc
Diamètre extérieur (m)	0,2032
Longueur Totale (Km)	28,250
Epaisseur (mm)	6,35
PMS (Bar)	70,9
Nuance Matériau	Acier X42
Résistivité de l'acier de la conduite (Ωm)	$20 \cdot 10^{-8}$
Revêtement	PE
Résistance d'isolement (Ωm^2)	8000

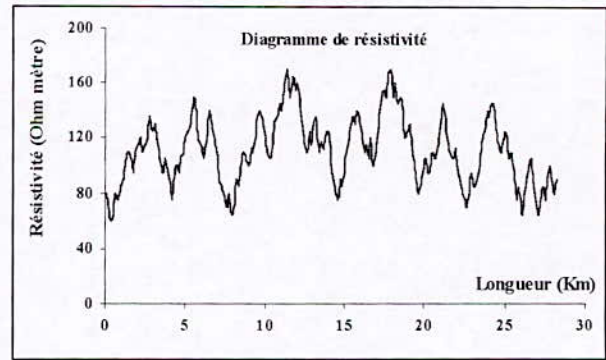


Fig. 5. Profil des résistivités du sol le long de la conduite
 $\rho = f(L)$

VII.3 Evolution du courant de protection de différentes structures de canalisations enterrées en fonction de la longueur à protéger

Sur la figure 6, sont regroupés les différentes évolutions du courant de protection de différentes structures de canalisations enterrées en fonction de la longueur à protéger, des ouvrages longilignes, revêtus et nus. La figure 7 montre l'influence du coefficient d'atténuation sur le potentiel de la conduite à protéger. Nous remarquons une évolution exponentielle du courant de protection de la conduite à protéger. Un poste de soutirage débitant 20 A ne protégera que 28 Km d'un ouvrage compact nu, 24 Km d'un ouvrage compact revêtu, et seulement 21 Km d'une canalisation longiligne, du fait de l'atténuation exponentielle. Même avec un poste débitant 100 A, il ne protégera pas les 30 Km de l'ouvrage longiligne mais une longueur inférieure.

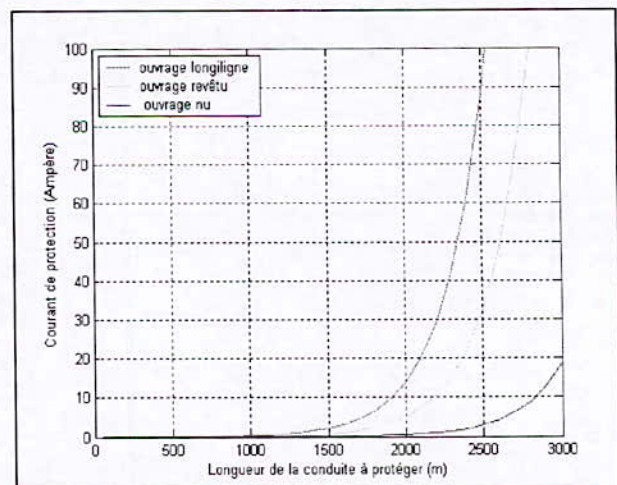


Fig. 6. Evolution du courant de protection en fonction de la longueur à protéger

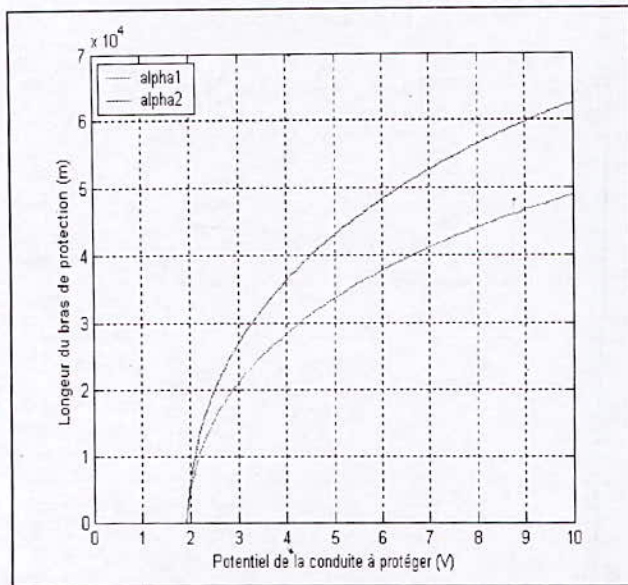


Fig. 7. Influence du coefficient d'atténuation sur le potentiel de la conduite à protéger

La figure 7 indique qu'un facteur d'atténuation moins important ($\alpha_1 = 47,35 \cdot 10^{-6}$) permet d'avoir un potentiel de la conduite à protéger est plus important et inversement pour le second facteur ($\alpha_2 = 37,02 \cdot 10^{-6}$).

VIII. PROFONDEUR DE PENETRATION ET DISTANCE ENTRE ELECTRODES

La méthode des quatre électrodes ou aussi appelée la méthode de la résistance électrique (RE) peut nous renseigner sur les données de la profondeur de pénétration et la distance entre électrodes, qui est composé de deux électrodes d'injection de courant, et de deux électrodes de mesure de potentiel, comme représentée sur la figure 8.

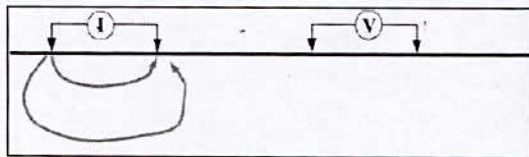


Fig. 8. Méthode des quatre électrodes
Deux électrodes d'injection de courant
Deux électrodes de mesure de potentiel

On estime que la proportion du courant qui pénètre un horizon d'une certaine épaisseur z est fonction de la distance entre les deux électrodes d'injection L .

- Si $L = 2z$, seul 50% du courant passe dans l'horizon.

- Si $L = z/3$, 90% passe.

% Pénétration du Courant

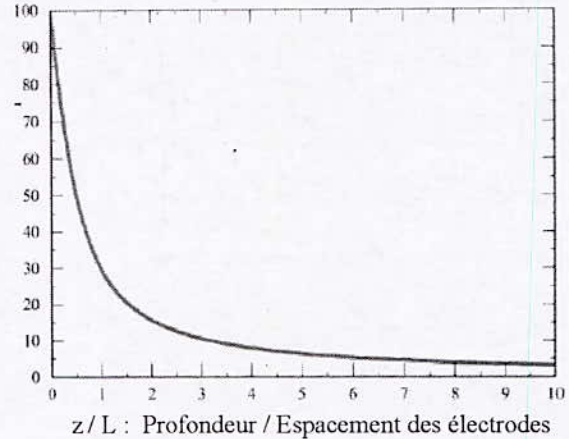


Fig. 9. Pénétration du courant en fonction de l'Espacement des électrodes

La profondeur de pénétration limite utilisée est de l'ordre du kilomètre. Pour augmenter cette profondeur de pénétration, on doit donc augmenter la distance entre les électrodes (Fig. 9).

La connaissance de ces deux paramètres est très importante et la conséquence est que l'on va modifier la résistivité apparente mesurée car on risque d'inclure plus d'inhomogénéités.

IX. CONCLUSION

A la lumière de cet article, nous avons présenté en quoi l'étude de la protection active ou une protection électrique, est plus précisément la protection cathodique, pouvait constituer une réponse aux moyens de lutte contre la corrosion des ouvrages enterrés et comment y remédier.

Nous avons d'une part apporté une approche générale sur quelques paramètres physiques, et d'autre part sur les différentes procédures de prélèvement, d'examen et d'analyse les plus couramment mise en oeuvre tant sur le site qu'au laboratoire.

La connaissance de la résistivité du sol et le courant de protection cathodique sont deux éléments essentiels pour se prémunir contre ce type de phénomène.

X. REFERENCES

- [1] M. Marec. Conception, construction et exploitation des réseaux de transport de gaz naturel. Corrosion et protection cathodique, Chapitre 6.1 Association technique de l'industrie du Gaz de France. ATG. 1996.
- [2] C. Basalo, Les canalisations d'eau et de gaz, corrosion, dégradation et protection. Technique et Documentation - Lavoisier. France, 1987.
- [3] M. Khalfi; S. Kaci. Utilisation de l'énergie solaire dans la protection cathodique de canalisations enterrées. Mémoire d'ingénieur, ENP, 1996.
- [4] Etude de protection cathodique. Antenne DP YOUB. Sonelgaz. Direction transport du gaz. Service central protection des ouvrages N°17, Juin 2002.

LISTE DES AUTEURS

K. ABADLI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).
E-mail : k_abadli@yahoo.fr

F. ATMANI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

R. BADJI

Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle. B.P 64, Chéraga, Alger (Algérie).

A. BELATTAR

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17 Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

B. BELKESSA

Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle. B.P 64, Chéraga, Alger (Algérie).

Y. BELLAROUSSI

Centre de Développement des Technologies Avancées, Alger (Algérie).

M. A. BELOUHRANI

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17 Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

H. BENHANICHE

Service Soudage et Laboratoire de contrôle. Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers. Zone industrielle, B.P 9, Régaïa, Alger (Algérie).

T. BERGUIGA

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).
- Phone : 021.52.53.01 - Fax : 021.52.29.73 - E-mail : berguiga.talha@caramail.com

K. BETTAHAR

Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle. B.P 64, Chéraga, Alger (Algérie).
- E-mail : bettahar_kheireddine@yahoo.fr

R. BONNET

Institut National Polytechnique (LTPCM/CNRS/UJF), Domaine Universitaire, B.P 75, 38402-Saint Martin d'Hères (France).

M. BOUABDALLAH

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).
- Phone : 021.52.53.01 - Fax : 021.52.29.73 - E-mail : mbouabdallah@hotmail.com

M. BOUNOUGHAZ

Université de Boumerdès- Faculté des Sciences/Département de Chimie (Algérie).

S. BRICK-CHAOUCH

Laboratoire d'Electronique et d'Electrotechnique, Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC). B.P.64, Route de Dély Brahim, Chéraga, Alger (Algérie).
- Phone : (213) (21) 36.18.54/56 - Fax: (213) (21) 36.18.50

A. BRITAH

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17, Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

K. CHOUCANE

Laboratoire d'Electrochimie et de Corrosion, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17, Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

R. CHEGROUNE

Département S.D.M , Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés, USTHB, B.P 32 , El -Alia, Bab-Ezzouar,16111, Alger, Algérie

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

Z. CHERROUF

Laboratoire de Métallurgie

Laboratoire de Caractérisation et Instrumentation, Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle, Route de Delly Brahim, B.P 64, Cheraga- Alger (Algérie).

- Phone/fax: (213) (21) 36.18.50

B. CHOUACHE

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17 Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

- E-mail : chouache_bouziane@yahoo.fr

D. DAHMOUN

Département S.D.M, Faculté G. M et G.P, USTHB, P.B 32 El-Alia, Bab-Ezzouar, 16111, Alger (Algérie).

- E-mail : ddjaf@yahoo.fr

F. DALARD

Institut National Polytechnique de Grenoble, LTPCM/GEDAI/ENSEEG, Grenoble (France).

M. DAOUZLI

Département C.L.E.S, École Centrale de Lyon, B.P 163. 69134 Ecully cedex (France).

- Phone : (33) 04.72.18.63.32 - Fax : (33) 04.78.33.65.92

H. DILMI

Faculté des sciences, Université Ahmed BOUGERRA de Boumerdés

- E-mail : Dilmihamid@yahoo.fr

M. E. DJEGHLAL

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

S. FERROUKHI

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17, Borj-El-Bahri, Alger (Algérie).

A. GALERIE

Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgiques, UMR CNRS-INPG-UJF 5614, B.P 75, 38402 Saint Martin d'Hères, Grenoble (France).

- E-mail : alain.galerie@ltpcm.inpg.fr

H. GHENIMI

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, BP 17, Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

A. HACINI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : haciniaminal@yahoo.fr

M. HADJI

Département de Mécanique, Université de Blida (Algérie).

M. L. HATTALI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : hatlam69_2@hotmail.com.

A. HAZOTTE

LETAM, Université de Metz, Ile du Saulcy, 57045 Metz Cedex 1 (France).

F. HELLAL

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

D. HERTZ

Département STMS Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513

École Centrale de Lyon, B.P 163. 69134 Ecully cedex (France).

- Fax : (33) 04.78.33.11.40

H. HOUALI

Laboratoire d'Electronique et d'Electrotechnique, Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC). BP.64, Route de Dély Brahim, Chéraga, Alger (Algérie).

- Phone: (213) (21) 36 18 54/56 - Fax: (213) (21) 36.18.50

D. KADDOUR

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

A. KAIDI

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17, Borj-El-Bahri, Alger (Algérie).

A. KASSER

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

M. KEDDAM

Département S.D.M, Faculté G. M et G.P, USTHB, P.B 32, El-Alia, Bab-Ezzouar, 16111, Alger (Algérie).

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : keddam@yahoo.fr

M. LARIBI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : mlaribi@caramail.com

C. LANGLADE

Département STMS, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513
École Centrale de Lyon B.P 163, 69134 Ecully cedex (France).

K. LAZAZI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : khawlalazl@yahoo.fr

K. MADANI

Laboratoire d'Electrochimie et Corrosion, métallurgie et chimie minérale. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene. BP 32 EL Alia, Bab Ezzouar /ALGER.
Centre de recherche nucléaire de DRARIA (CRND)-Division des Matériaux et Combustibles Nucléaires.

Tél (021) 31.03.58 à 61 , Fax 021.31.03.80. E-mai : karimamadani2000@yahoo.fr

Y. MADI

Département de Science Des Matériaux, LSGM, USTHB, B.P 32, EL ALLIA, Alger (Algérie).

- E-mail : Madi_youcef@yahoo.fr

A. MAY

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17, Bordj El Bahri, Alger (Algérie).

H. MAZA

Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC), B.P.64, Route de Dély Brahim, Chéraga, Alger (Algérie).

A. MERATI

Laboratoire d'Electrochimie et de Corrosion, Ecole Militaire Polytechnique B.P 17, Bordj-El-Bahri, Alger (Algérie).

N. MESRATI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- Phone : 071.36.52.29 - E-mail : n_mesrati@yahoo.fr

K. NECIB

Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Militaire Polytechnique, B.P 17, Bordj El Bahri, Alger (Algérie).

K. NIBOCHA

Laboratoire d'Electronique et d'Electrotechnique

Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC). B.P.64, Route de Dély Brahim, Chéraga, Alger (Algérie).

- Phone : (213) (21) 36.18.54/56 - Fax: (213) (21) 36.18.50

- E-mail : niboucha.karima@caramail.com

S. OUALLAM

Laboratoire de Métallurgie, Laboratoire de Caractérisation et Instrumentation

Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle, Route de Dely Brahim, B.P 64, Cheraga Alger (Algérie).

- Phone/fax: (213.21) 36.18.50 - E-mails: s_ouallam@yahoo.com, ouallam@wissal.dz

N. OUBABAS

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : nidov28@yahoo.fr

R. OURAHMOUNE

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

-E-mail : ourahmoune_r@hotmail.com

A. RAZALI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

K. REHOUMA

Centre de Soudage et de Contrôle BP 64, Cheraga, Alger

- Phone : 0 21 36 18 54/56 - Fax : 0 21 36 18 50 - E-mail : k_mariche@yahoo.fr

A. SADKI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

A. M. SAADA

Département de Génie Minier , Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie)

- E-mail : sabdel-hafod@yahoo.fr

E. SALHI

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : essaidosalhi@yahoo.fr

Z. SELLIDJ

Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux, Département de Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, P.B 182, 10 Avenue Hassen Badi El-Harrach, 16200 Alger (Algérie).

- E-mail : zsellidj@yahoo.fr

Y. SI-KADDOUR

Département de Science des Matériaux LSGM/FGMGP, USTHB, B.P 32, El-Alia, Bab Ezzouar (Algérie).

- E-mail: ysikaddour@hotmail.com

K. TAÏBI

Département de Science des Matériaux LSGM/FGMGP, USTHB, B.P 32, El-Alia, Bab Ezzouar (Algérie).

- E-mail: kameltaibi@yahoo.fr

D. TREHEUX

Département STMS Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513

École Centrale de Lyon, B.P 163. 69134 Ecully cedex (France).

- Fax : (33) 04.78.33.11.40

A. B. VANNES

Département STMS, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes UMR 5513

École Centrale de Lyon, B.P 163. 69134 Ecully cedex (France).

- Fax : (33) 04.78.33.11.40

M. ZERGOUG

Laboratoire d'Electronique et d'Electrotechnique, Centre de Recherche en Soudage et Contrôle (CSC). BP.64, Route de Dély Brahim, Chéraga, Alger (Algérie).

JOURNEES SCIENTIFIQUES EN SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX



JSSGM'05

ENP le 12-13 Juin 2005



ADEP



Nihad Informatique
Nihad Informatique

D&L
DERLAB S.A.R.L.
Équipements Scientifiques et
Techniques

Future Computer &
Networks Company

