

Traitements thermiques des aciers inoxydables

par **Hervé SASSOULAS**

Ingénieur civil des Mines

Ingénieur de recherche. Centre de recherches d'Ugine. Ugine - Savoie

1. Traitements thermiques appliqués aux différentes familles d'aciers inoxydables.....	M 1 155 - 2
1.1 Aciers inoxydables martensitiques	— 2
1.2 Aciers inoxydables ferritiques.....	— 8
1.3 Aciers inoxydables ferrito-martensitiques	— 10
1.4 Aciers inoxydables austénitiques.....	— 10
1.5 Aciers inoxydables austéno-ferritiques	— 13
1.6 Aciers inoxydables à durcissement par précipitation	— 14
2. Détensionnement des aciers inoxydables austénitiques	— 17
3. Traitements thermiques après soudage	— 18
3.1 Aciers martensitiques.....	— 18
3.2 Aciers ferritiques.....	— 18
3.3 Aciers austénitiques	— 19
3.4 Aciers austéno-ferritiques.....	— 19
3.5 Aciers à durcissement par précipitation	— 19
4. Contrôle des propriétés de la surface : fours et atmosphères ...	— 19
4.1 Fours à bains de sels.....	— 19
4.2 Fours à gaz	— 19
4.3 Atmosphères protectrices.....	— 19
4.4 Traitements thermiques à l'air.....	— 20
4.5 Défauts de surface dus aux traitements thermiques.....	— 20
5. Grossissement du grain des aciers inoxydables	— 21
5.1 Aciers inoxydables ferritiques.....	— 21
5.2 Aciers inoxydables martensitiques et austénitiques.....	— 21
Pour en savoir plus.....	Doc. M 1 155

Les aciers inoxydables peuvent subir différents traitements thermiques.

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

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

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

■ Des traitements impliquant une certaine déformation du métal et qui ne peuvent donc être mis en œuvre que lors d'une mise en forme : il s'agit alors de **traitements thermomécaniques**, pratiqués par le sidérurgiste.

Ces traitements thermiques ou thermomécaniques sont évidemment différents selon la structure métallurgique recherchée à la température ambiante : ferritique, martensitique, austénitique, ou mixte (ferrito-martensitique ou austéno-ferritique). Les traitements sont donc présentés, dans cet article, en fonction des différentes familles d'aciers inoxydables.

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

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

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

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

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

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

1.1 Aciers inoxydables martensitiques

Leur structure totalement martensitique confère à ces aciers une limite d'élasticité, une résistance, ainsi qu'une dureté élevées. Leur ductilité est par contre moindre que celle des aciers inoxydables ferritiques ou austénitiques et, afin de l'améliorer, les aciers inoxydables martensitiques subissent en général un traitement de revenu plus ou moins prononcé.

Comme tous les aciers inoxydables, les aciers inoxydables martensitiques contiennent au moins 11 % de chrome.

La structure martensitique peut être obtenue par addition de carbone ou de nickel.

L'apport de carbone peut aller jusqu'à 1,4 %. Cet élément augmente fortement la dureté de l'acier, car d'une part il accroît la dureté de la martensite, et d'autre part il provoque l'apparition de carbures. Le carbone peut être en partie remplacé par de l'azote.

Les additions de nickel peuvent aller de 1,5 à 5 %. Cet élément a une influence sur la dureté beaucoup plus faible que celle du carbone et il est utilisé pour améliorer la ductilité. Il est beaucoup plus onéreux que le carbone.

Pour la présentation qui suit, nous avons choisi de classer les aciers martensitiques en quatre groupes principaux :

- **groupe 1** : C < 0,15 % - 11,5 % < Cr < 13,5 % - Ni < 1 % ;
- **groupe 2** : 0,15 % < C < 0,5 % - 12 % < Cr < 16 % - Ni < 1 % ;
- **groupe 3** : 0,6 % < C < 1,4 % - 16 % < Cr < 18 % - Ni < 1 % ;
- **groupe 4** : C < 0,2 % - 12 % < Cr < 18 % - 1,5 % < Ni < 5 %.

Pour les groupes 1 à 3, c'est la dureté qui est visée en premier lieu. Si l'on augmente la teneur en carbone, il faut augmenter la teneur en chrome car le chrome consomme une partie du chrome par formation de carbures. Les aciers des groupes 2 et 3 peuvent être additionnés de molybdène, pour des impératifs de tenue à la corrosion.

Pour le groupe 4, c'est un bon compromis résistance-ductilité qui est visé ; il est obtenu par emploi de nickel. Les aciers à durcissement structural (cf. § 1.6.2 et 1.6.3) ont des compositions proches avec parfois plus de nickel et addition d'au moins un autre élément (Ti, Al, Cu, Mo, Nb).

1.1.1 Trempe martensitique par refroidissement continu

L'obtention d'une structure totalement martensitique exige de tremper à partir d'un domaine monophasé austénitique (γ). Les figures 1 et 2 coupes pseudo-binaires du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-carbone, permettent de situer le domaine γ en fonction des teneurs en chrome et en carbone.

On peut par exemple, pour une teneur en chrome donnée, déterminer la teneur minimale en carbone pour que le domaine γ existe (figure 2). La figure 2a indique que pour 13 % de chrome 0,055 % de carbone suffisent à assurer l'existence du domaine γ (aciers des groupes 1 et 2). La figure 2b indique qu'à 17 % de chrome, il faut 0,31 % de carbone environ pour assurer cette existence (aciers du groupe 3).

La température de trempe doit être supérieure au point de transformation Ac_3 qui se situe entre 800 et 920 °C suivant la composition de l'acier [19]. Si l'on augmente la température de trempe au-delà de Ac_3 , la dureté obtenue augmente par suite de la dissolution des carbures dans l'austénite : la martensite formée au refroidissement, plus riche en carbone, est plus dure. Cependant, deux phénomènes viennent limiter cette augmentation de la dureté avec celle de la température de trempe. Au-delà de 1 050 °C, pour certaines nuances ($C > 0,20$ %), la teneur en carbone de l'austénite avant trempe devient telle que l'austénite est trop stable et que la structure après trempe comporte une part d'austénite résiduelle, ce qui abaisse la dureté. D'autre part, au-delà de 1 100 à 1 150 °C et pour d'autres compositions (bas carbone), on peut entrer dans le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ et la structure après trempe risque alors de contenir de la ferrite. Cette présence de ferrite est particulièrement à craindre dans le cas des aciers du groupe 4.

Lors du refroidissement d'un acier inoxydable martensitique à partir du domaine monophasé γ , seuls deux types de structure peuvent apparaître : ferrite plus carbures pour les refroidissements les plus lents, martensite pour les autres. La température d'apparition de la martensite au refroidissement est appelée M_s (*Martensite start*).

Dans le cas d'un refroidissement continu, seuls les aciers du groupe 1 présentent une vitesse critique de trempe telle qu'un refroidissement à l'air soit insuffisant pour assurer une transformation martensitique à cœur pour toutes les épaisseurs. **La plupart des aciers martensitiques sont donc auto-trempants.** Un autre impératif peut cependant conduire à choisir une trempe à l'huile plutôt qu'une trempe à l'air : il s'agit d'éviter la formation de carbures aux joints de grain γ dans le domaine 900-600 °C. La figure 3 illustre le domaine de précipitation de ces carbures pour un acier du groupe 2.

En tenant compte de ces considérations, le tableau 1 résume les conditions de trempe conseillées pour les divers groupes.

Mentionnons pour finir les précautions à prendre pour éviter l'apparition de tapures à la trempe ou au chauffage pour les aciers à forte teneur en carbone (groupe 2 et 3), donc à martensite fragile. Les vitesses de chauffage doivent être lentes avec pour les pièces sensibles (formes complexes) un palier d'homogénéisation vers 600 °C (sous le point Ac_1). Au refroidissement et toujours pour les pièces sensibles, on pourra opter pour une trempe isotherme.

1.1.2 Trempe isotherme

La figure 4 donne le diagramme TTT (temps-température-transformation) de deux aciers des groupes 1 et 2. Ces diagrammes permettent de définir une trempe étagée limitant les contraintes d'origine thermique dans la pièce.

Après austénitisation à une température à choisir dans le tableau du paragraphe précédent, on trempe la pièce dans un milieu (bain de sels par exemple) porté à une température (de 200 à 400 °C selon la nuance) supérieure à M_s mais inférieure au nez de la transformation de l'austénite en ferrite plus carbures. Le temps de maintien doit être suffisant pour assurer l'homogénéisation de la température.

On porte ensuite la pièce à l'ambiante ou à une autre température inférieure à M_f , ce qui assure la transformation martensitique. Cette opération sera si possible réalisée lentement pour éviter la formation de contraintes résiduelles dues aux gradients thermiques.

1.1.3 Traitement de déstabilisation de l'austénite

L'austénite formée à haute température est d'autant plus stable qu'elle est chargée en éléments d'addition (γ compris en éléments alphas). La température M_s donne une bonne indication de la stabilité de l'austénite : l'austénite est d'autant plus stable que M_s est plus basse ; la formule ci-dessous, d'après [1], donne la température M_s en fonction des pourcentages massiques en éléments d'alliage :

$$M_s = 571 - 474 C(\%) - 33 Mn(\%) - 17 Ni(\%) - 17 Cr(\%) - 21 Mo(\%) - 11 W(\%) - 11 Si(\%)$$

soit :

$$M_s = 300 - 474(C - 0,1) - 33(Mn - 0,5) - 17 Ni - 17(Cr - 12) - 21 Mo - 11 W - 11(Si - 0,25)$$

Seul le cobalt remonte la température M_s .

La fin de la transformation martensitique a lieu environ 150 °C au-dessous de M_s (température M_f). Parfois, cette température M_f n'existe pas et il y a une certaine proportion d'austénite résiduelle indestructible par traitement thermique.

Si la teneur locale en éléments d'addition est forte (nuance chargée et/ou ségrégation, dans une pièce moulée par exemple), la température M_f est inférieure à l'ambiante, l'austénite ne se transforme pas en martensite au refroidissement et devient de l'**austénite résiduelle** entraînant diminution des caractéristiques mécaniques, risque de tapures ou d'instabilité dimensionnelle lors d'une transformation martensitique apparaissant après le revenu, ou encore difficulté lors d'un recuit d'adoucissement maximal ultérieur.

La présence d'austénite résiduelle peut être liée à une température d'austénitisation trop élevée entraînant une mise en solution excessive de carbone ou d'azote, ou de tout autre élément stabilisant l'austénite. Elle peut aussi être liée à une contamination de surface (carburation).

L'élimination de l'austénite résiduelle peut se faire par un traitement par le froid (habituellement - 80 °C), traitement qui peut d'ailleurs, hors risque de tapures, intervenir lors de la trempe, que l'on achève alors en dessous de l'ambiante. Elle peut aussi être réalisée par un revenu sous Ac_1 , qui déstabilise l'austénite résiduelle par précipitation de carbures de chrome (abaissant ainsi la teneur en carbone de l'austénite) : l'austénite se transforme donc en martensite au refroidissement. Il faut dans ce cas faire subir un second revenu au métal pour adoucir la martensite *fraîche* formée dans la phase de refroidissement du premier revenu.

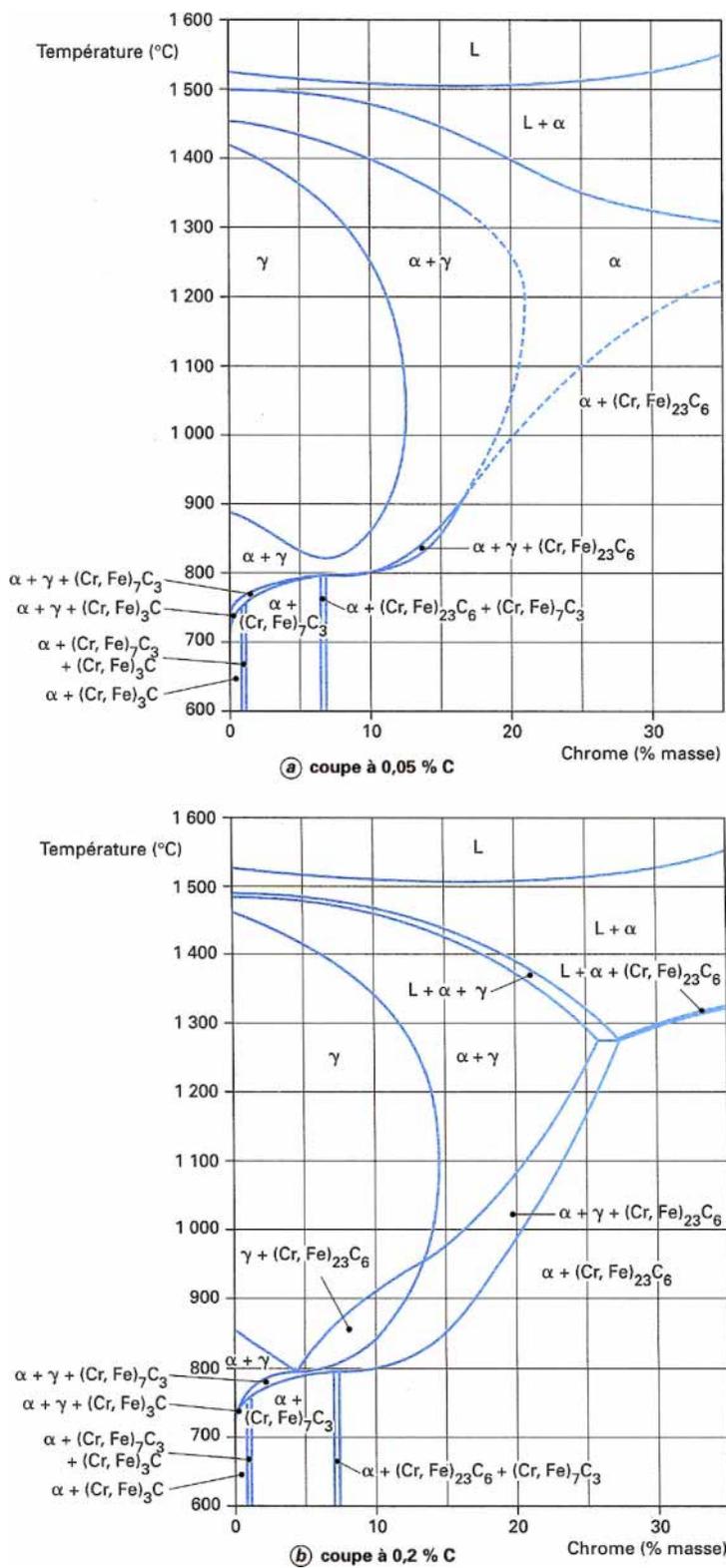


Figure 1 - Diagrammes pseudo-binaires Fe - Cr (d'après [7])

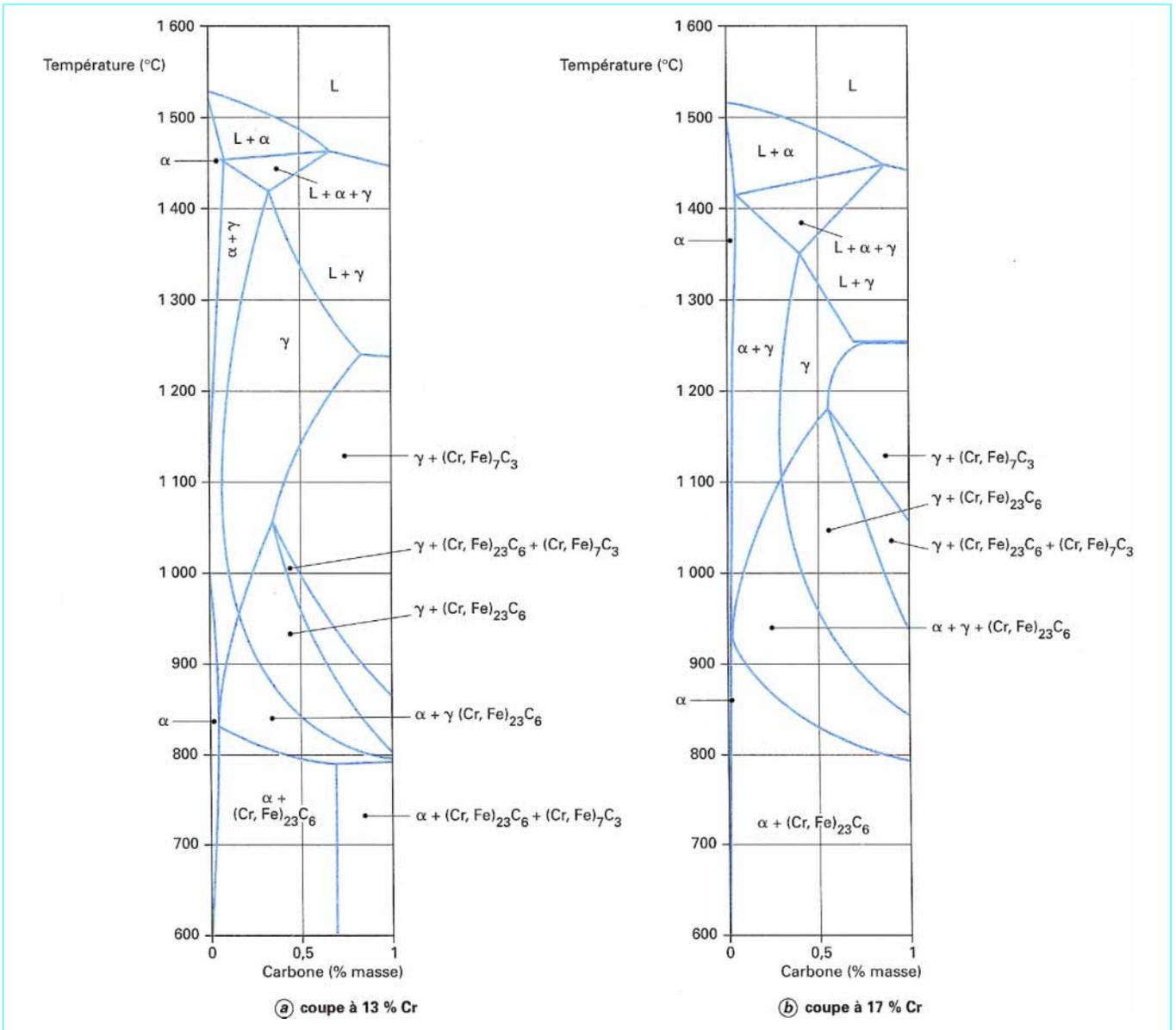


Figure 2 – Diagramme pseudo-binaires Fe – C (d’après [8])

Tableau 1 – Conditions de trempe des aciers martensitiques

Trempe	Groupe			
	1	2	3	4
Ac ₃(°C)	≈ 920	850 à 900	830 à 860	800 à 900
Température de trempe(°C)	950 à 1 100	950 à 1 100	1 000 à 1 050	950 à 1 000
Milieu de trempe	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air pour petites pièces (épaisseur < 10 mm) huile pour les autres	Air	Air
austénite résiduelle possible après trempe	Non	Oui (sauf C < 0,20 %)	Oui	Oui

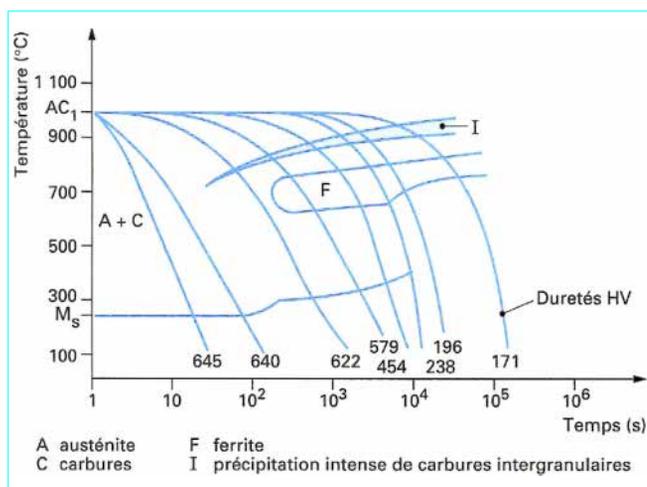


Figure 3 – Courbe de transformation en refroidissement continu (TRC) d'un acier titrant 0,25 % C et 13,4 % Cr (d'après [9])

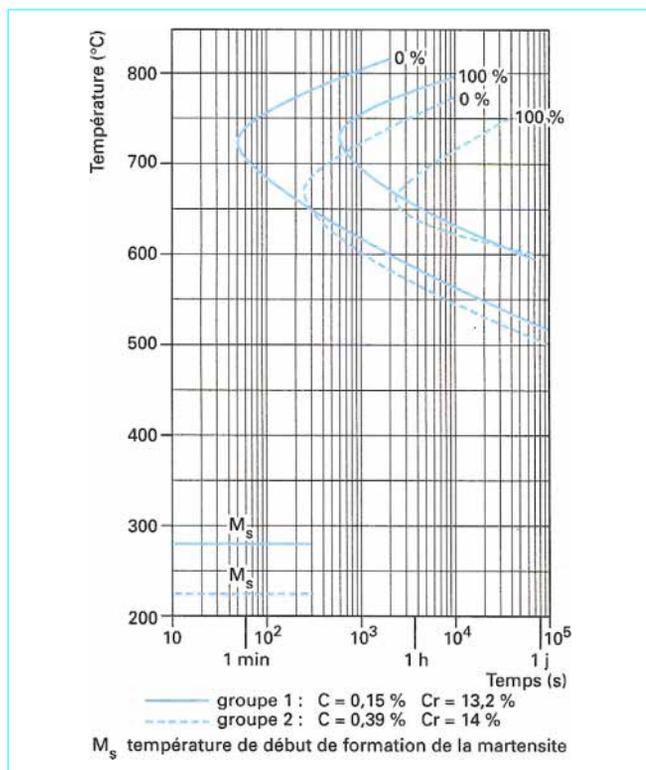


Figure 4 – Courbe de transformation isotherme (TTT) de deux aciers martensitiques (d'après [8])

1.1.4 Traitements de détensionnement et de revenu

La martensite obtenue après trempe doit subir un traitement de revenu destiné à améliorer la ductilité et la résistance aux chocs (appréciée par l'essai de résilience, par exemple). Nous excluons de ce paragraphe les traitements de durcissement structural pouvant avoir lieu à des températures identiques (cf. § 1.6).

Nous présentons par plage de température les effets de ce traitement.

■ Entre 150 et 350 °C (durée de quelques heures)

Il s'agit plutôt d'un traitement de détensionnement des contraintes résiduelles dues à la trempe. La structure varie peu : résistance et limite d'élasticité varient peu également. Seuls allongement et tenue au choc sont améliorés, l'abaissement des contraintes résiduelles diminuant la fragilité, en éliminant des sites potentiels d'amorçage de la rupture. Ce traitement permet également l'élimination de l'hydrogène de contamination éventuellement incorporé dans l'acier lors de la trempe.

■ Zone 400 à 550 °C

Elle est à éviter en raison de la précipitation de fins carbures du type M_7C_3 entraînant une baisse de la résilience et pouvant également produire un durcissement secondaire (figure 5).

■ Entre 550 °C et Ac_1

Il s'agit d'un traitement de revenu à proprement parler, la résistance et la limite d'élasticité diminuent et la ductilité et la résilience augmentent en fonction du couple temps-température qui devra donc être ajusté en fonction du compromis recherché. Il y a précipitation et coalescence de carbures du type $M_{23}C_6$, qui ne fragilisent pas le métal en raison de leur coalescence mais peuvent déchromiser localement le métal et ainsi amoindrir la résistance à la corrosion [19]. Des exemples d'évolution de la dureté sont donnés en figures 5 et 6 : on a regroupé dans un paramètre unique (paramètre de Larson-Miller) $T/1\,000 \times (20 + \lg t)$ l'effet d'un maintien durant un temps t à une température T .

La connaissance du point Ac_1 étant fort utile pour le choix de la température de revenu, nous donnons ci-dessous quelques indications pour sa détermination.

■ Pour les aciers à 12 % de chrome, carbone et azote ne semblent pas modifier Ac_1 de manière significative. Sa variation en fonction des autres éléments possibles d'addition serait [1] [2] [3] :

Élément	Ni	Mn	Co	Si	Mo	V	Al
Variation de Ac_1 par % d'addition.... (°C)	-30	-30	-5	+25	+25	+50	+30

Pour un acier contenant 12 % de chrome, 0,5 % de manganèse et 0,25 % de silicium, Ac_1 vaut environ 740 °C.

■ Pour les aciers à 17 % de chrome, on appliquera de préférence la formule suivante, extraite de la référence [3] :

$$Ac_1 = 310 + 35 Cr(\%) + 60 Mo(\%) + 73 Si(\%) + 170 Nb(\%) + 290 V(\%) + 620 Ti(\%) + 750 Al(\%) + 1\,400 B(\%) - 250 C(\%) - 280 N(\%) - 115 Ni(\%) - 66 Mn(\%) - 18 Cu(\%)$$

Les aciers des groupes 1 et 2 peuvent être soumis à un traitement de détensionnement ou de revenu suivant le but recherché (respectivement, conserver des caractéristiques mécaniques élevées ou gagner en ductilité et/ou résilience) ; on appliquera généralement aux aciers du groupe 3 un simple traitement de détensionnement, ces aciers étant utilisés pour leur haute résistance mécanique. Par contre, les aciers du groupe 4 étant utilisés en raison de leur bonne ductilité et résilience, on leur applique généralement un traitement de revenu à une température comprise entre 600 °C et Ac_1 .

1.1.5 Traitements d'adoucissement (recuit)

Les traitements du paragraphe précédent étaient destinés à conférer au métal ses caractéristiques finales d'emploi. Les traitements d'adoucissement ou de recuit sont des traitements intermédiaires destinés à donner au métal une aptitude à une mise en forme (usinage, frappe à froid). La pièce après mise en forme définitive sera traitée pour obtenir ses caractéristiques finales (trempe + détensionnement ou trempe + revenu).

On peut distinguer les traitements d'adoucissement simple ou maximal.

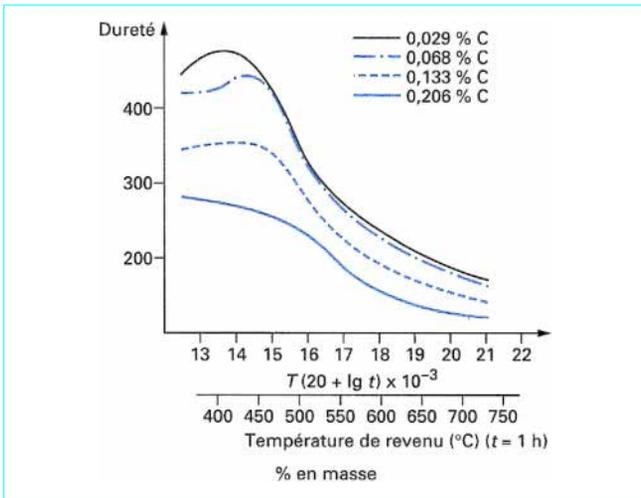


Figure 5 – Influence du carbone et de l'azote sur la courbe de revenu d'un acier inoxydable à 12 % Cr

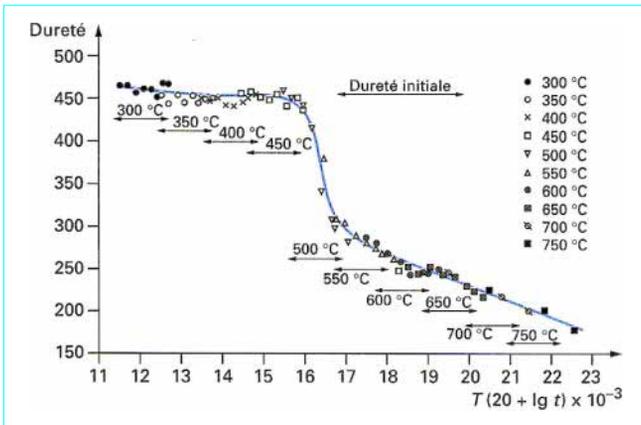


Figure 6 – Revenu d'un acier à 0,14 % C – 12 % Cr : évolution de la dureté en fonction du paramètre de Larson-Miller (d'après [1])

■ **L'adoucissement simple** est pratiqué sous Ac_1 et consiste en un revenu très poussé (température proche d' Ac_1 et temps long). Il n'aboutit pas aux caractéristiques mécaniques les plus basses, mais peut suffire dans beaucoup de cas.

Pour les aciers des groupes 1 à 3, le point Ac_1 est voisin de et supérieur à 800 °C et un recuit d'adoucissement simple type sera de quelques heures à une température comprise entre 750 et 800 °C (1 à 3 h pour les aciers du groupe 1, 2 à 6 h pour les aciers du groupe 2). Pour les aciers du groupe 4, le point Ac_1 est plus bas et un recuit d'adoucissement simple type sera de 2 à 6 h à une température comprise entre 630 à 650 °C.

■ **L'adoucissement maximal** demande un passage en dessus du point Ac_1 et donc une austénitisation partielle ou totale. Cette austénitisation sera suivie d'un refroidissement lent (par exemple compris entre 10 et 20 °C/h, et jusqu'à une température comprise entre 600 à 650 °C) éventuellement assorti de paliers en température soit en domaine intercritique, soit au nez de la transformation de l'austénite en ferrite plus carbures. La durée de ces traitements est élevée (une trentaine d'heures environ). L'utilisation de paliers au refroidissement peut dans certains cas faire gagner de temps pour un résultat identique.

En pratique, la température d'austénitisation choisie pour un recuit d'adoucissement maximal est voisine de 900 °C (un peu plus basse pour un bas carbone, un peu plus haute pour un haut carbone). La durée effective de maintien à cette température maximale du point le plus froid de la pièce ou de la charge sera supérieure à une heure.

La qualité d'un traitement d'adoucissement maximal s'apprécie par l'intermédiaire des caractéristiques mécaniques (résistance particulièrement faible ou striction particulièrement forte). Dans le cas des aciers des groupes 2 et 3, elle s'apprécie aussi à travers la globularisation des carbures ; il ne doit plus y avoir de réseau de carbures intergranulaires (aux anciens joints γ) ou ce réseau doit être minimal, les carbures doivent être moyens ou gros (de taille supérieure à 0,25 μm par exemple) et globulaires.

L'état du métal avant le traitement d'adoucissement a une grande influence sur la facilité à réaliser le traitement et sur le résultat obtenu en finale. Il faut, par exemple, éviter la présence de carbures intergranulaires en réseau, difficiles à éliminer, ainsi que la présence de zones ségréguées (carbone localement élevé) qui se traduisent par de nombreux petits carbures et/ou la présence d'austénite résiduelle. La présence de gros carbures intragranulaires est par contre un élément favorable.

Pour les aciers du groupe 4, la présence de nickel stabilise trop l'austénite formée au-dessus d' Ac_1 pour que celle-ci puisse être décomposée en ferrite lors du refroidissement lent jusqu'à 600 °C. Un second revenu d'adoucissement simple est donc indispensable pour transformer en ferrite la martensite apparue lors du premier recuit : ce second revenu doit bien entendu être réalisé sous Ac_1 .

Le tableau 2 présente quelques exemples de résistance après recuits d'adoucissement sur métal laminé à chaud pour diverses nuances martensitiques.

Tableau 2 – Résistances mécaniques R_m de nuances martensitiques laminées à chaud		
Nuance Désignation selon la norme EN-10088 : symbolique (numérique)	Adoucissement simple	Adoucissement maximal
X 20 Cr 13 (1.4021)	< 720 MPa	< 650 MPa
X 30 Cr 13 (1.4028)	< 750 MPa	< 700 MPa
X 39 Cr 13 (1.4031)	< 800 MPa	< 750 MPa
X 17 CrNi 16-2 (1.4057)	< 850 MPa	

1.1.6 Traitements thermomécaniques

Un grain austénitique fin avant trempe est favorable à toutes les caractéristiques mécaniques à l'ambiante par l'affinement de structure qu'il engendre. Seule la résistance au fluage à température élevée peut être dégradée par un ancien grain γ plus fin.

Un affinement du grain austénitique peut être obtenu par déformation de l'austénite à basse température, donc éventuellement à une température où celle-ci est métastable.

Deux possibilités pratiques peuvent être envisagées :

— la **trempe isotherme** jusqu'à une température comprise entre Ac_3 et M_s à laquelle on procède à la déformation (forgeage par exemple), puis trempe à l'ambiante ;

— le **laminage dit contrôlé**, c'est-à-dire achevé à une température basse, de 800 °C par exemple. La figure 7 donne des indications sur le gain de caractéristiques pouvant être obtenu par laminage contrôlé d'un acier du groupe 1. Noter que le gain porte sur la limite d'élasticité et sur la résilience.

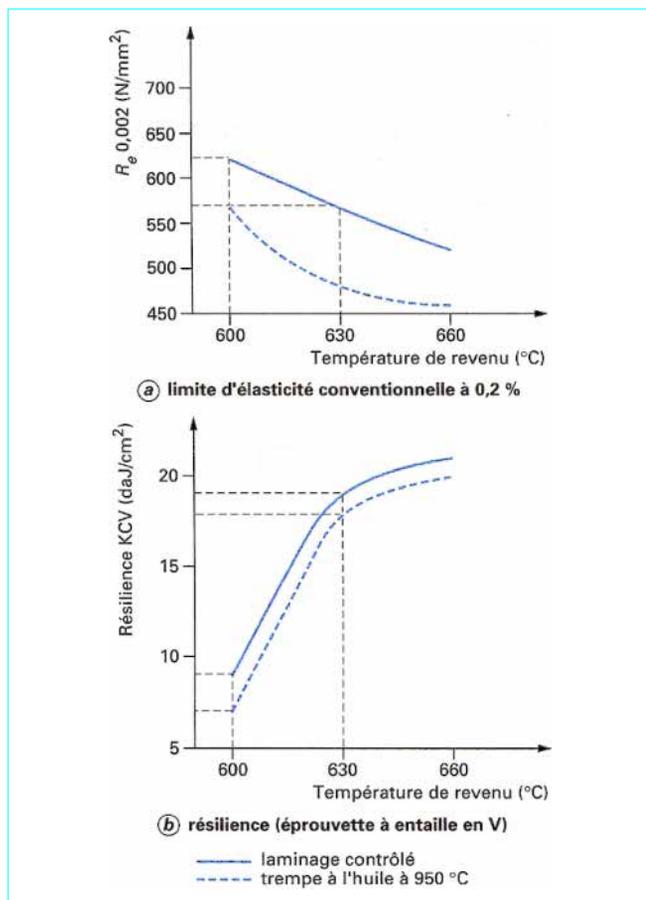


Figure 7 – Influence du laminage contrôlé sur les caractéristiques mécaniques à l'ambiante, après revenu, d'un acier titrant 0,12 % C et 12 % Cr

1.2 Aciers inoxydables ferritiques

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

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

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

1.2.1 Risques de fragilisation des aciers inoxydables ferritiques

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

1.2.1.1 Fragilisation à 475 °C

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

Comme son nom l'indique, elle se produit lors de maintiens entre 400 et 500 °C, avec un nez situé vers 475 °C. On peut l'éliminer par maintien au-dessus de 600 °C [17].

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

Le tableau 3 donne un exemple de fragilisation sur un acier semi-ferritique (0,08 % C, 0,4 % Si et 16,9 % Cr).

Tableau 3 – Fragilisation d'un acier semi-ferritique (0,08 % C - 0,4 % Si - 16,9 % Cr)

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

La fragilisation à 475 °C est due à une démixtion du chrome dans la matrice ferritique : formation de zones de ferrite riche en chrome (de très petite taille : largement inférieure au micromètre) avec appauvrissement correspondant des autres zones. Elle n'est décelable ni en micrographie optique, ni en microscopie électronique à balayage.

Le diagramme d'équilibre fer-chrome de la figure 8 montre le domaine de démixtion (domaine $\alpha + \alpha'$).

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

1.2.1.2 Précipitation de phase σ

Le domaine d'existence de la phase σ est visible sur la figure 8 pour un alliage fer-chrome. La phase σ existe pour des teneurs en chrome comprises entre 23 et 70 % et des températures comprises entre 500 et 800 °C. Certains éléments comme le molybdène, le silicium, le nickel et le manganèse agrandissent ce domaine d'existence, en particulier, vers les basses teneurs en chrome (par exemple 15 %). Notons que la formation de phase σ concerne également la ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques et même les aciers austénitiques à forte teneur en éléments d'alliage.

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

La figure 9 illustre la cinétique de formation de la phase σ : pour une teneur en chrome inférieure à 20 % la fragilisation n'aura lieu qu'après plusieurs centaines d'heures, et il faut dépasser 25 % de chrome pour que la fragilisation ait lieu en quelques dizaines d'heures. En pratique, hors pièces moulées ou forgées très massives, la formation de phase σ n'a pas lieu lors des traitements thermiques

industriels habituels. Elle limite par contre la plage de température d'utilisation des nuances ferritiques, limitation qui se surajoute d'ailleurs à celle imposée par la fragilisation à 475 °C.

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

1.2.1.3 Précipitation des carbures, nitrures ou carbonitrures de chrome

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

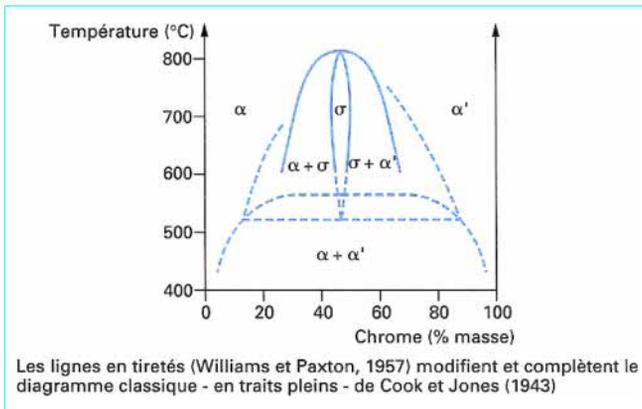


Figure 8 - Diagramme d'équilibre Fe - Cr au-dessous de 800 °C : domaine d'existence des phases α , α' et σ (d'après [11])

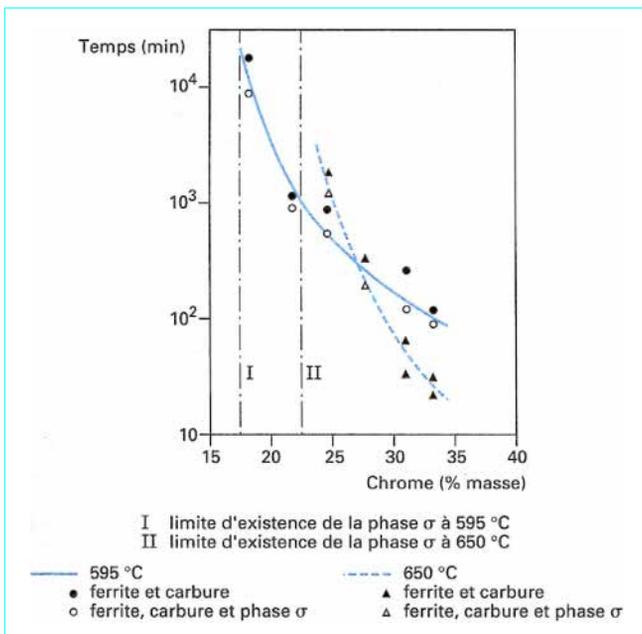


Figure 9 - Influence de la teneur en chrome sur la durée de formation de la phase σ dans les aciers ferritiques (d'après [12])

Cette fragilisation apparaît après des maintiens au-dessus de 900 ou 950 °C et son mécanisme d'apparition est le suivant : le maintien à 900-950 °C ou au-delà met en solution le carbone et l'azote, la solubilité de C et N diminuant avec la température, le refroidissement ultérieur met hors d'équilibre ces interstitiels dissous et ils peuvent alors précipiter sous forme de fins carbures ou carbonitrures intergranulaires ou situés dans les dislocations. Cette précipitation peut se produire même lors de refroidissements particulièrement rapides (à l'eau par exemple). Notons que le scénario décrit ci-dessus apparaît systématiquement en zone affectée par la chaleur lors d'une opération de soudage.

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

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

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

- limiter les teneurs en carbone et azote : par exemple, $C + N < 0,020 \%$, la figure 10 montre que dans ce cas on limite la fragilisation (comparer l'état (b) fragilisé à l'état (a) non fragilisé) ;
- fixer carbone et azote par des éléments (titane, niobium, zirconium) formateurs de carbonitrures intragranulaires et plus stables en température que ceux de chrome ; la nuance est alors appelée stabilisée.

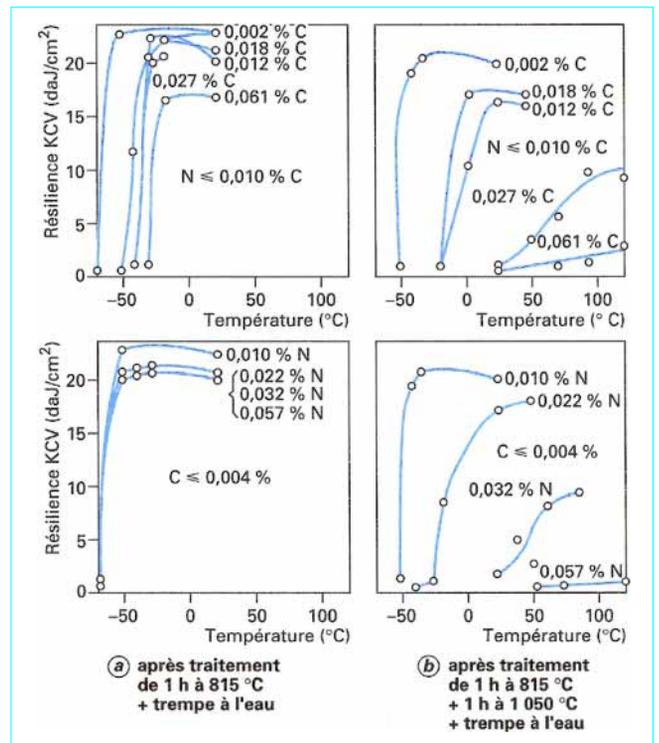


Figure 10 - Courbes de transition de la résilience d'un acier ferritique à 17 % Cr pour différentes teneurs en carbone et en azote (d'après [13])

Le tableau 4 illustre ces deux possibilités dans le cas d'un acier contenant 18 % de chrome et 2 % de molybdène, la fragilisation après soudage étant évitée pour toutes les nuances sauf celle de la deuxième ligne (non stabilisée, fort C + N).

1.2.1.4 Fragilisation par présence de martensite

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

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

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

Les traitements thermiques appliqués aux aciers inoxydables ferritiques peuvent génériquement être qualifiés de recuits soit qu'il s'agisse de recristalliser le métal, soit qu'il s'agisse de restaurer certaines de ses propriétés de ductilité ou de corrosion. Notons au passage que les traitements de recristallisation sont évoqués dans le guide de choix des traitements thermiques des aciers inoxydables [20], mais ne sont pas abordés dans le présent article. Ils concernent plus le sidéurgiste que l'utilisateur final d'acier.

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

Dans le premier cas, le recuit aura lieu entre 750 °C et A_{c1} puisque les températures plus élevées sont interdites par la crainte de redissoudre les carbonitres ou de former de l'austénite se transformant ensuite en martensite.

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

Dans tous les cas, le refroidissement devra être rapide pour passer rapidement à travers les zones fragilisantes, en particulier autour de 475 °C.

Tableau 4 – Fragilisation par précipitation de carbures ou de carbonitres

C + N (en %)	Ti ou Nb (en %)	Allongement après traitement à 815 °C (en %)	Allongement après soudage (en %)
0,005	0	33	31
0,030	0	31	8
0,070	0,5	34	30
0,060	0,6	28	21

Les durées de maintien en température seront fonction de l'épaisseur, inférieure à 3 mm s'agissant de nuances ferritiques. On peut conseiller d'utiliser de une à deux minutes par millimètre d'épaisseur, temps généralement nécessaire pour atteindre la température maximale [20].

1.3 Aciers inoxydables ferrito-martensitiques

Nous désignons par nuances inoxydables ferrito-martensitiques des nuances présentant un domaine $\alpha + \gamma$ à chaud avec une teneur maximale en austénite supérieure à celle des nuances qualifiées de semi-ferritiques au paragraphe précédent (de 40 à 60 %, contre 30 % maximum).

Ce domaine $\alpha + \gamma$ est, de plus, effectivement utilisé pour livrer un produit contenant de 10 à 55 % de martensite. Cela permet d'augmenter la résistance ou la dureté, ce gain pouvant être complété par l'effet d'un écrouissage à froid. Ces nuances peuvent présenter un compromis propriétés/coût intéressant entre les nuances ferritiques et les nuances austénitiques à l'état écroui.

Ces nuances n'étant pas mentionnées dans l'article *Aciers inoxydables* dans la rubrique Propriétés des alliages [19], nous donnons, à titre d'exemple, dans le tableau 5, les compositions types correspondant à deux normes européennes.

Le dernier traitement thermique appliqué au métal doit le porter à une température suffisante (et durant un temps suffisant) pour que la teneur en austénite soit égale à la teneur en martensite visée. Un refroidissement supérieur à 20 °C/h sera suffisant pour transformer en martensite la totalité de l'austénite présente à chaud.

Du fait de la présence de titane, qui fixe carbone et azote, la martensite de la nuance 1.4589 est relativement douce car pauvre en carbone (allongement du métal en traction de 20 à 25 %). Cette remarque est à moduler en fonction de la température où l'on a formé l'austénite : si celle-ci est élevée (1 050 ou 1 100 °C), des carbures de titane auront été dissous, la teneur en carbone de l'austénite augmentée, et la dureté de la martensite sera plus élevée. Les propriétés finales de la nuance sont donc assez modulables. La martensite de la nuance 1.4017 sera plus systématiquement dure.

Grâce à la présence de ferrite, la résilience et la ductilité sont suffisantes et on ne pratiquera généralement pas de traitement de revenu, mais le cas échéant, un simple traitement de détente.

1.4 Aciers inoxydables austénitiques

1.4.1 Traitement d'hypertrempe

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

1.4.1.1 Considérations métallurgiques

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

Tableau 5 – Nuances inoxydables ferrito-martensitiques

Norme européenne et symbolique	Teneur en chrome (% en masse)	Teneur en carbone (% en masse)	Teneur en nickel (% en masse)	Teneur en titane (% en masse)	Dureté HRC
1.4589 X 5 CrNiTi 14-1	13,5 à 15,5	< 0,08	1 à 2,5	0,3 à 0,5	25 à 30
1.4017 X 6 CrNi 17-1	16 à 18	< 0,08	1 à 2		30 à 35

■ Mise en solution des carbonitrides de chrome

Le carbone présent dans les aciers austénitiques peut précipiter à basse température sous forme de carbures ou de carbonitrides de chrome intergranulaires de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ provoquant une sensibilité à la corrosion intergranulaire par appauvrissement en chrome aux joints de grain. Ces carbonitrides sont solubles dans l'austénite à haute température, et contrairement au cas des aciers ferritiques, cette mise en solution peut être conservée à l'ambiante par refroidissement rapide. On trouvera dans la référence [6] des valeurs de la vitesse critique de refroidissement à respecter pour éviter la sensibilisation pour une nuance du type 18-10 non stabilisée, en fonction de la teneur en carbone (de 0,020 à 0,100 %).

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

■ Obtention d'une phase austénitique homogène

À l'ambiante, la phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques peut être, suivant la composition de la nuance (équilibre des éléments alphagènes et gammagènes), métastable ou thermodynamiquement stable. La phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques est, quelle que soit la composition, stable à haute température (de 1 000 à 1 100 °C par exemple). Refroidir le métal suffisamment rapidement de cette température à l'ambiante permet de conserver l'austénite à l'ambiante, même si celle-ci n'est pas stable thermodynamiquement (l'austénite est alors dans un état métastable et peut, en particulier, se transformer en martensite sous l'effet d'une déformation plastique, voire d'un simple maintien à basse température).

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

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

■ Grossissement de grain et déformation des pièces

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

1.4.1.2 Choix de la température d'hypertrempe

Elle résulte des divers impératifs précédemment apparus et est donnée ci-dessous en distinguant deux cas :

— **nuances sans molybdène** : la température peut être choisie dans l'intervalle 1 000-1 100 °C : 1 000 °C suffisent pour redissoudre

d'éventuels carbonitrides de chrome (nuances non stabilisées) et il n'y a pas de phases intermétalliques très stables liées à la présence de molybdène ;

— **nuances au molybdène** : la température sera choisie entre 1 050 et 1 150 °C pour dissoudre les phases intermétalliques et le cas échéant les carbonitrides ; les nuances du type X5CrNiMo 17-12-2 (1.4401) ou X2CrNiMo 18-14-3 (1.4435) ne présentent d'autre part pas de ferrite δ au-dessous de 1 150 °C.

1.4.1.3 Durée du maintien à la température d'hypertrempe

Lors du chauffage des pièces massives, il faut limiter les vitesses de montée en température par rapport à des nuances ferritiques ou martensitiques (inoxydables ou non), l'austénite ayant une conductivité thermique faible (la moitié environ de celle d'une ferrite), ce qui augmente les gradients thermiques, et donc les contraintes d'origine thermique.

Cette faible conductivité thermique impose également des maintiens suffisamment longs à la température d'hypertrempe pour permettre la mise en température de toute la pièce.

En pratique, on peut préconiser des durées de chauffage de 0,7 à 2,5 minutes par millimètre d'épaisseur. On choisira le haut de fourchette pour une élimination complète des contraintes résiduelles et le bas si l'on souhaite limiter le grossissement de grain [20].

1.4.2 Traitement antiferrite des nuances inoxydables austénitiques

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

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

Nous avons aussi mentionné que la ferrite d'équilibre δ peut apparaître sur certaines nuances à partir de 1 100 °C. Une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni illustre la situation à 1 100 °C et à la solidification (figure 11a et b). La teneur en ferrite atteint d'autre part sa teneur d'équilibre très rapidement (quelques minutes) lors de maintiens à haute température.

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

Pour éliminer ou minimiser ces ségrégations, on utilise un traitement d'homogénéisation de 24 à 36 h à une température allant

de 1 150 à 1 200 °C durant lequel la diffusion accomplit son œuvre, suivi d'un refroidissement jusqu'à la température d'hypertrempe suffisamment lent pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la diminution de température.

Exemple

Un traitement type sur demi-produit sera :

- maintien de 36 h à 1 150 °C ;
- refroidissement au four jusqu'à 1 000 ou 1 050 °C ;
- refroidissement rapide jusqu'à l'ambiante.

1.4.3 Traitement thermomécanique des aciers inoxydables austénitiques

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

Le tableau 6 donne deux exemples de caractéristiques ainsi obtenues par laminage contrôlé.

Il faut signaler ici deux problèmes liés au soudage de telles tôles :

- le premier, lié à la résistance du métal d'apport, peut être résolu en employant comme métal d'apport des nuances au manganèse et à l'azote et possédant donc une limite d'élasticité comparable à celle du métal de base ;
- le second est lié à l'adoucissement du métal de base en zone affectée thermiquement ; il peut être minimisé par l'emploi de paramètres de soudages appropriés.

On lira à ce sujet la référence [4].

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

Pour obtenir des carbonitrides fins, il faut préalablement mettre en solution ceux existants par un traitement d'hypertrempe. Ensuite, un écroutissage à froid ou à tiède de l'ordre de 10 % par exemple permet de créer des germes pour la précipitation intragranulaire de carbonitrides lors du revenu ultérieur. L'addition de bore à des teneurs de quelques dizaines de p.p.m. masse favorise également la précipitation intragranulaire. Le bore réduisant la solubilité du carbone dans l'austénite à chaud, il importe dans ce cas de réaliser le traitement d'hypertrempe au-dessus de 1 200 °C et d'adopter un refroidissement rapide (pour éviter de reprécipiter des carbonitrides entre 1 200 et 800 °C).

Le tableau 7 donne deux exemples de durcissement structural ainsi obtenu sur une nuance au niobium et au bore (C = 0,052 %, Cr = 17,25 %, Ni = 12,90 %, Mo = 2,3 %, N = 0,051 %, Nb = 0,73 % B = 75 p.p.m. masse) avec ou sans écroutissage entre hypertrempe et revenu.

On remarquera que le traitement thermomécanique est le plus efficace pour augmenter la limite d'élasticité.

Pour finir, notons que ces traitements complexes ne sont pas toujours accessibles à l'utilisateur, qui dispose par ailleurs de feuillards ou de fils écrouis jusqu'à des niveaux de résistance pouvant atteindre 2 000 MPa ($R_m = 2\ 000$ MPa).

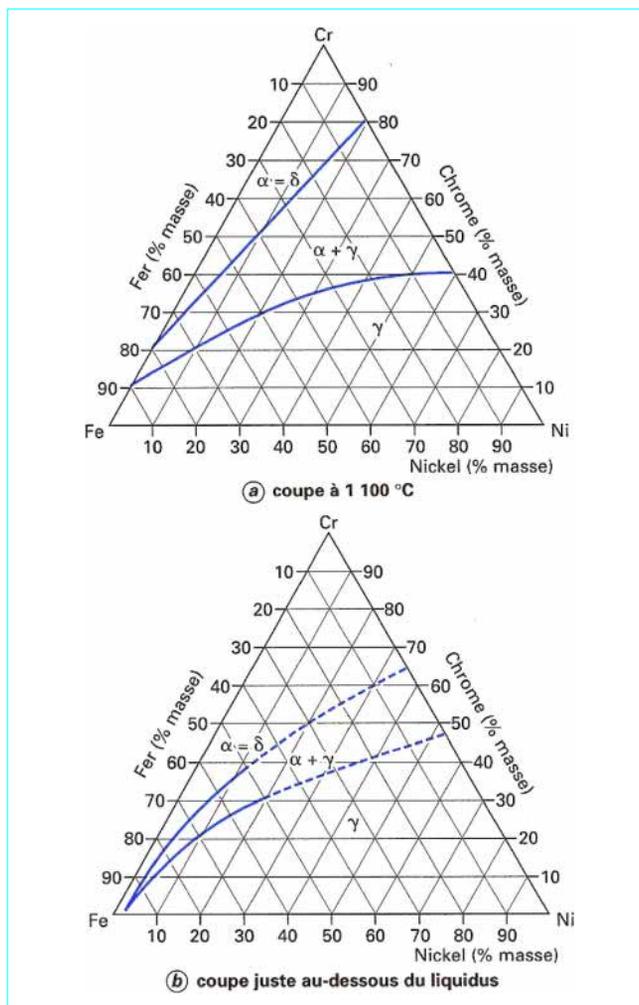


Figure 11 – Diagramme d'équilibre ternaire Fe – Cr – Ni (d'après [14] [15])

1.4.4 Traitement d'optimisation de la tenue au fluage des aciers inoxydables austénitiques

Une précipitation intragranulaire fine et bien répartie de carbure ou de carbonitrides a également un effet favorable sur la tenue au fluage entre 650 et 750 °C de nuances du type X5CrNiMo 17-12-2 (1.4401).

On peut donc appliquer à ces nuances, en vue d'une application à chaud, le traitement thermique ou thermomécanique de durcissement structural explicité au-dessus. Dans ce cas, la sensibilisation à la corrosion intergranulaire en milieu humide n'est pas un problème à prendre en compte et le durcissement structural peut être réalisé à l'aide de carbures de chrome. On peut donc employer des nuances avec ou sans niobium. Une autre facilité est que la précipitation des carbonitrides peut se dérouler durant l'utilisation de la pièce en température et que l'on peut donc supprimer le revenu volontaire de durcissement, en particulier pour les nuances contenant du bore.

Tableau 6 – Caractéristiques mécaniques après laminage contrôlé

Nuance (norme EN-10088)	Cycle de laminage contrôlé	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	KCU (J/cm ²)
X6 CrNiNb 18-10 (1.4550)	Neuf passes de l'épaisseur 48 mm à l'épaisseur 13 mm commençant à 1 250 °C et finissant à 850 °C	445	708	48	74
X5 CrNiMo 17-12-2 (1.4401)	Dix passes de l'épaisseur 70 mm à l'épaisseur 16 mm commençant à 1 280 °C et finissant à 800 °C	500	673	42	96

Tableau 7 – Durcissement structural après traitement thermomécanique

Traitement	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
Hypertrempe 1 150 °C	285	587	47
Hypertrempe 1 150 °C + revenu 100 h à 700 °C	353	655	51
Hypertrempe 1 150 °C + écrouissage 6 % à 600 °C + revenu 150 h à 720 °C	434	644	33

■ Exemples d'amélioration des propriétés de fluage sur des nuances, avec ou sans bore.

● Acier de composition : C = 0,06 %, Cr = 16,6 %, Ni = 12,1 %, Mo = 2,37 %, Mn = 1,71 % et Si = 0,52 % (ni bore, ni niobium) ; les propriétés concernent le fluage à 700 °C sous une contrainte de 100 MPa :

Traitement appliqué	Durée de vie à rupture (h)	Allongement à rupture (%)	Striction (%)
Hypertrempe 1 050 °C 1 h	350	48	66
Hypertrempe 1 050 °C 1 h + revenu 750 °C 100 h	635	62	73
Hypertrempe 1 050 °C 1 h + écrouissage 10 % à l'ambiante + revenu 750 °C 100 h	1 311	57,4	62,5

On remarquera l'intérêt du traitement thermomécanique.

● Acier de composition A ou B :
 — acier A : C = 0,09 %, Cr = 17 %, Ni = 13 %, Mo = 2,3 % (ni bore, ni niobium) ;
 — acier B : C = 0,09 %, Cr = 17,1 %, Ni = 12,5 %, Mo = 2,3 % (bore : 35 p.p.m, pas de niobium).

Les propriétés concernent le fluage à 650 °C sous 160 MPa.

Acier et traitement appliqué	Durée de vie à rupture (h)
Acier A ; hypertrempe 1 200 °C	955
Acier B ; hypertrempe 1 200 °C	1 499
Acier B ; hypertrempe 1 200 °C + écrouissage 3 %	1 983
Acier B ; hypertrempe 1 200 °C + écrouissage 5 %	4 056

On remarquera l'intérêt à la fois de la présence de bore et d'un traitement thermomécanique plutôt que purement thermique.

1.5 Aciers inoxydables austéno-ferritiques

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

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

1.5.1 Précautions liées à la présence de ferrite

1.5.1.1 Fragilisation

La ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques est sensible aux fragilisations à 475 °C ou de type phase intermétallique (σ , χ , Laves, etc.) mentionnées aux paragraphes 1.2.1.1, 1.2.1.2 et 1.4.1.1. Les plages de température d'utilisation interdites aux nuances ferritiques sont donc également déconseillées en ce qui concerne les nuances austéno-ferritiques, même si la présence d'austénite peut limiter la chute de résilience, surtout si l'austénite est majoritaire.

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

Un point qui mérite d'être signalé est que la teneur de la ferrite d'un acier austéno-ferritique en éléments alphas (chrome, molybdène, silicium), qui aggravent la cinétique de fragilisation de la ferrite, est supérieure à la teneur nominale de l'acier en ces éléments, car les éléments alphas tendent à ségréger dans la ferrite. Ainsi, le rapport entre la teneur de la ferrite et la teneur de l'austénite en l'élément considéré, appelé **coefficient de partition**, peut aller de 1,1 à 1,2 pour le chrome et le silicium, et de 1,3 à 1,8 pour le molybdène [5].

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

1.5.1.2 Déformation par fluage lors des maintiens en température

De façon générale, **une ferrite a une tenue au fluage moins bonne qu'une austénite**. Dans le domaine 1 000-1 150 °C, les nuances austéno-ferritiques ont donc une tenue au fluage inférieure aux nuances austénitiques. La figure 12 illustre l'influence de la teneur en ferrite sur la déformation sous faible contrainte (5 MPa) : on remarquera la tenue médiocre d'une nuance 50 % α - 50 % γ .

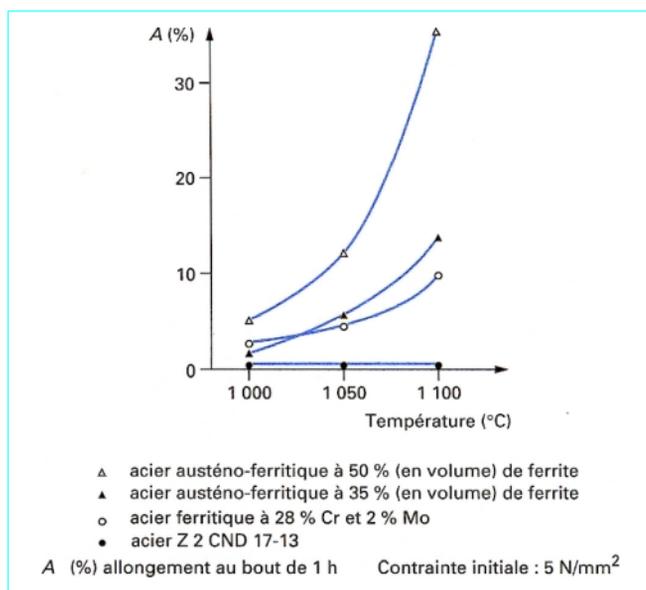


Figure 12 – Influence de la teneur en ferrite sur la déformation à haute température des aciers inoxydables (d'après [16])

Lors d'un traitement thermique, cette mauvaise tenue au fluage peut conduire à des déformations du métal sous sa propre masse, y compris lors d'un traitement au défilé de tôle. Il importe donc de prendre toutes les dispositions pratiques (supportages, etc.) pour limiter ces déformations.

1.5.2 Précipitations intergranulaires

La composition des nuances austéno-ferritiques commerciales a évolué vers un carbone bas (< 0,030 %) et un azote élevé, qui a l'avantage de durcir l'austénite d'une part, et d'autre part de limiter la teneur en ferrite δ à haute température (cf. § 1.5.3).

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

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

1.5.3 Variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe

La teneur en ferrite à l'équilibre d'un acier inoxydable austéno-ferritique est entre 1 000 et 1 250 °C une fonction croissante de la température. Les figures 13a et 13b présentent deux courbes donnant la teneur en ferrite en fonction de la température pour deux nuances austéno-ferritiques. La nuance de la figure 13a, à teneur en azote faible ($N = 0,11\%$), présente une variation de sa teneur en ferrite de l'ordre de 20 % entre 1 000 et 1 150 °C. On notera que les nuances à fort azote présentent une meilleure stabilité de la teneur en ferrite en fonction de la température. Lors d'une opération de soudage, cela peut éviter une ferritisation inopportune de la zone affectée thermiquement. Cette ferritisation sera également minimisée par une faible énergie de soudage limitant la vitesse de refroidissement en zone affectée thermiquement.

En ce qui concerne le choix de la température d'hypertrempe, les implications sont les suivantes :

- la température d'hypertrempe doit être contrôlée avec précision pour assurer le rapport ferrite/austénite visé ;
- on peut envisager pour une analyse donnée de régler ce rapport en jouant sur la température d'hypertrempe ; nous ne le recommandons cependant pas, car il est préférable de limiter la température d'hypertrempe, et donc de choisir celle imposée par la nécessité de dissolution complète des phases intermétalliques. Pour augmenter la teneur en ferrite, on jouera donc sur l'analyse de l'acier plutôt que sur le choix de la température d'hypertrempe.

1.6 Aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Le durcissement par précipitation ou durcissement structural impose deux étapes :

- **mise en solution** dans la matrice des éléments à précipiter, par un traitement du type hypertrempe ;
- **précipitation** lors d'un traitement du type revenu ; lors de ce traitement, la dureté obtenue présente un maximum en fonction du couple temps-température : initialement, le durcissement est obtenu par formation de fins précipités (taille largement inférieure au micromètre) en particulier dans les dislocations qui sont ainsi bloquées ; ensuite, les précipités peuvent coalescer, ce qui entraîne un adoucissement du matériau.

Nous avons déjà mentionné aux paragraphes 1.4.3 et 1.4.4 des durcissements par précipitation de carbonitrures.

Les autres éléments d'addition utilisés sont l'aluminium, le titane et le cuivre pour obtenir respectivement une précipitation de NiAl , de Ni_3Ti , ou de cuivre.

Passons maintenant en revue le cas des aciers austénitiques, martensitiques à transformation indirecte, puis martensitiques à transformation directe.

1.6.1 Aciers austénitiques

Une seule nuance, proposée à la normalisation en Europe sous la désignation 1.4980 (X6NiCrTiMoVB 25-15-2) dans le projet NF EN 10269PR, est utilisée industriellement (turbines, compresseurs, cryogénie), sa composition est la suivante :

$$C = 0,05\%, \text{ Mn} = 1,5\%, \text{ Si} = 0,5\%, \text{ Cr} = 15\%, \text{ Ni} = 25\%, \\ \text{ Mo} = 1,3\%, \text{ Ti} = 2,15\%, \text{ V} = 0,3\%, \text{ Al} = 0,15\%$$

On peut la décrire comme une version *économique* des superalliages à base de nickel.

Le traitement thermique d'hypertrempe est effectué entre 950 et 1 000 °C avec refroidissement quelconque (air-huile-eau). Le durcissement résulte d'un traitement de 12 à 16 h à une température allant de 700 à 760 °C, avec précipitation de Ni_3Ti ou de $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ dans γ . Le durcissement sera moins important et la ductilité un peu meilleure pour les températures de revenu les plus fortes.

Exemple de propriétés obtenues après hypertrempe à 980-1 000 °C, et revenu de 16 heures à 725-735 °C :

$$R_m = 1\,020 \text{ MPa} ; R_{p0,2} = 700 \text{ MPa} ; A(\%) = 25 ; \\ Z(\text{striction}) = 40\%$$

Notons que ces caractéristiques mécaniques sont maintenues jusqu'à une température élevée (environ 700 °C).

Cet acier peut aussi être écroui à froid avant durcissement pour atteindre des propriétés encore supérieures.

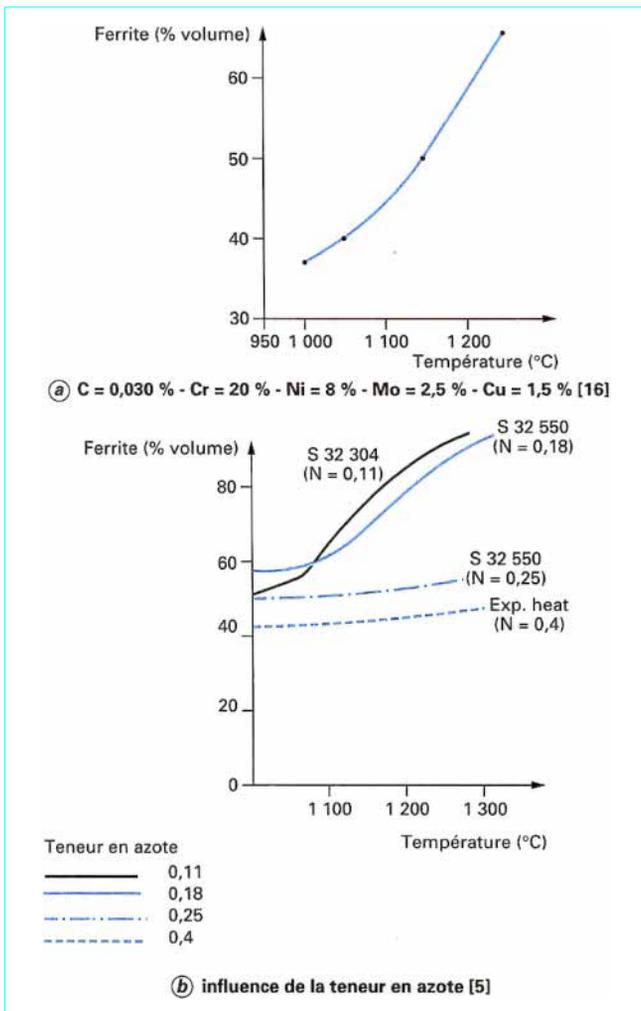


Figure 13 - Influence de la température sur le taux de ferrite d'aciers austénitiques

1.6.2 Aciers martensitiques à transformation indirecte

Il s'agit d'aciers, appelés parfois **semi-austénitiques** ou **austénitiques instables**, ayant l'une des compositions figurant sur le tableau 8 où figurent le nom générique usuel des nuances et, quand elle existe, la désignation normative.

Pour ce type d'aciers, la structure obtenue après traitement d'hypertrempe (température : 1 040 à 1 070 °C) est austénitique (instable) avec une certaine proportion de ferrite (inférieure à 20 %), présente sous forme de bandes.

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

La courbe de la figure 14 donnant la température de début de transformation martensitique (M_s) en fonction de la température de formation de l'austénite permet d'expliciter les deux voies possibles. On gardera également à l'esprit que la température de fin de transformation martensitique (M_f) est inférieure de 50 à 60 °C à M_s .

■ Le **traitement de conditionnement** comporte un maintien vers 750-800 °C : l'austénite formée possède donc un point M_s supérieur à 70 °C et un point M_f proche de l'ambiante. Au refroidissement (air

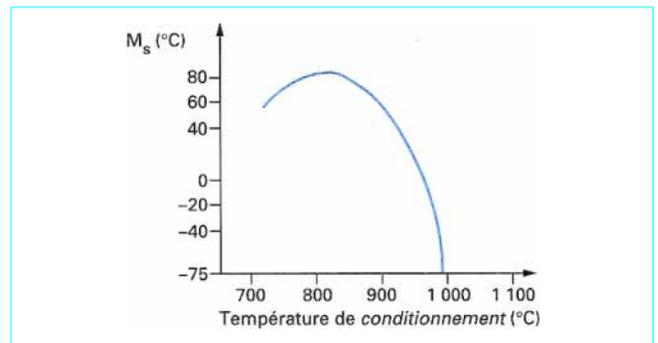


Figure 14 - Acier semi-austénitique : effet de la température de conditionnement sur la température de transformation martensitique M_s

ou huile), la quasi-totalité de l'austénite se transforme donc en martensite, ce qui évite un traitement par le froid. On pourra pour plus de sûreté rester au moins une heure à l'ambiante. Ce traitement a cependant l'inconvénient d'être accompagné de la précipitation de carbonitrides de chrome aux joints austénite-ferrite lors du maintien à 750-800 °C : c'est d'ailleurs cette précipitation qui déstabilise l'austénite en l'appauvrissant en carbone et azote. Cette précipitation intergranulaire est néfaste aux propriétés de ductilité et de résilience.

■ Un maintien à 940-960 °C permet par contre de conserver le carbone en solution solide. Cependant, le point M_f est alors inférieur à l'ambiante et il faudra prolonger la trempe par un traitement par le froid à -80 °C par exemple.

Notons que la déstabilisation de l'austénite peut aussi, et le plus souvent, être obtenue par écrouissage à froid (taux de réduction > 50 %).

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

● **Exemples de caractéristiques mécaniques obtenues sur nuance ARMCO (États-Unis) AM355 :**

— barres trempées à 930 °C, traitées à -80 °C :

durcissement à 450 °C : $R_m = 1\,490$ MPa ; $R_{e0,2} = 1\,260$ MPa ;
A% = 19 ; Z% = 38

durcissement à 540 °C : $R_m = 1\,280$ MPa ; $R_{e0,2} = 1\,180$ MPa ;
A% = 20 ; Z% = 58

— tôles hypertrempées à 1 040 °C, trempées à 930 °C, traitées à -80 °C :

durcissement à 450 °C : $R_m = 1\,520$ MPa ; $R_{e0,2} = 1\,250$ MPa ;
A% = 13 ; Z% non mesurée

durcissement à 540 °C : $R_m = 1\,230$ MPa ; $R_{e0,2} = 1\,110$ MPa ;
A% = 13,5 ; Z% non mesurée

— tôles fortes hypertrempées à 1 040 °C, trempées à 930 °C, traitées à -80 °C :

durcissement à 450 °C : $R_m = 1\,450$ MPa ; $R_{e0,2} = 1\,210$ MPa ;
A% = 12 ; Z% = 40

durcissement à 540 °C : $R_m = 1\,200$ MPa ; $R_{e0,2} = 1\,080$ MPa ;
A% = 17 ; Z% = 48

Tableau 8 – Composition (% en masse) des aciers martensitiques semi-austénitiques

Nuance désignée par : — le nom générique usuel — la désignation selon la norme EN-10088 [symbolique (numérique)]	C	Cr	Ni	Mo	Al	N
17-7 PH [X7 CrNiAl 17-7 (1.4568)] (1)	0,07	17	7	–	1,2	–
PH 15-7 Mo [X 8 CrNiMo 15-7-2 (1.4532)] (1)	0,07	15	7	2,2 à 2,5	1,2	–
PH 14-8 Mo [X 8 CrNiMoAl 15-17-2 (1.4532)] (1)	0,04	15	8	2,2 à 2,5	1,2	–
AM 355 (2)	0,13	15,5	4,2	2,8	–	0,12

(1) pour les aciers martensitiques à durcissement par précipitation des paragraphes 1.6.3 et 1.6.2 le nom générique est celui d'origine anglo-saxonne
PH = *precipitation hardening*
(2) nuance ARMCO non normalisée en Europe

Tableau 9 – Composition (% en masse) de nuances à transformation martensitique directe

Nuance (1)	C	Cr	Ni	Mo	Ti	Al	Cu	Nb
17-7 - Ti	0,06	17	6,5	–	0,8	0,2	–	–
17-4 - PH [X 5 CrNiCuNb 16-4 (1.4542)] (2)	0,05	16,5	4	–	–	–	3,5	–
15-5 - PH [X 5 CrNiCuNb 16-4 (1.4542)] (2)	0,05	15	4,5	–	–	–	3,5	–
16-4 - Mo [X 4 CrNiMo 16-5-1 (1.4418)] (2)	0,05	16	4,3	1,2	–	–	–	–
16-6 - PH	0,03	15	6	0,8	–	–	1,5	0,3
12-8 - PH	0,03	12	8,5	–	1,2	–	2,5	0,3
maraging inoxydable	< 0,02	12	9	2	0,3	0,7	–	–
PH 13-8 - Mo	0,04	12,7	8,2	2,2	–	1,1	–	–

(1) PH *precipitation hardening* : nuances non normalisées en Europe
(2) désignation selon la norme EN-10088 : [symbolique (numérique)]

1.6.3 Aciers à transformation martensitique directe

Les compositions usuelles sont données dans le tableau 9.

Globalement, la tendance historique a été de réduire les teneurs en chrome pour réduire la quantité de ferrite δ apparaissant lors du traitement d'hypertrempe. Cela permet d'améliorer la ténacité et la ductilité du métal à l'état final. Les deux premières nuances de la liste, les plus anciennes, conduisent à des teneurs en ferrite pouvant aller jusqu'à 10 %. Pour les nuances suivantes, la teneur maximale en ferrite sera plutôt inférieure à 3 %.

Les points M_s et M_f de ces nuances sont toujours supérieurs à l'ambiante ou en sont proches, ce qui permet d'obtenir, après refroidissement à partir du domaine austénitique, une structure presque entièrement martensitique (une précaution pourra cependant consister à attendre 4 h à l'ambiante pour assurer une transformation plus complète).

La température d'hypertrempe sera choisie dans le domaine 1 000-1 050 °C avec maintien d'une demi-heure minimum à cette température.

Le traitement de durcissement sera réalisé à des températures comprises dans l'intervalle 450-650 °C, le temps de maintien étant voisin de quatre heures.

Nota : la dénomination courante d'un tel traitement est, dans les pays anglo-saxons, du type H-**** avec H comme *hardening* et **** la température de maintien en degrés Fahrenheit.

Le durcissement maximal sera obtenu pour les températures les plus basses (450-500 °C). Les températures les plus hautes pourront conduire à une certaine proportion d'**austénite (dite de réversion)**. Comme pour les nuances à transformation martensitique indirecte, on pourra rechercher un compromis ténacité-résistance particulièrement favorable par un double revenu :

- le premier en domaine intercritique (680-760 °C) ;
- le second dans la fourchette 550-650 °C.

La structure finale sera évidemment biphasée (austénite-martensite).

La figure 15 donne, à titre d'exemple, l'évolution de certaines caractéristiques mécaniques en fonction de la température de revenu pour un acier PH 13 - 8 Mo.

2. Détensionnement des aciers inoxydables austénitiques

Les contraintes résiduelles sont le système de contraintes élastiques existant dans une pièce en l'absence de toute sollicitation extérieure. Elles sont par conséquent **auto-équilibrées** : l'existence d'une zone en tension implique par exemple l'existence d'une zone en compression en un autre point de la pièce (figure 16).

Ces contraintes ont pour origine soit des opérations de mise en forme à froid, soit les gradients thermiques apparus lors de traitements thermiques. Les aciers inoxydables austénitiques sont particulièrement sensibles à cette seconde source de contraintes résiduelles pour deux raisons : leur faible conductivité thermique qui augmente les gradients thermiques au cours des traitements et leur fort coefficient de dilatation thermique qui augmente les déformations dues à ces gradients. Dans bien des cas, les contraintes résiduelles sont voisines de la limite d'élasticité du métal en certains points de la pièce (pics localisés de contrainte résiduelle).

Les contraintes résiduelles, et en particulier les pics de contrainte résiduelle, introduisent les risques suivants :

- en s'ajoutant aux sollicitations mécaniques en service que subit la pièce, ils accroissent les **risques de fissuration en fatigue**, de **corrosion sous contrainte**, et de **fatigue-corrosion** ;
- lors d'opérations d'usinage enlevant des zones où existent des contraintes résiduelles, le rééquilibrage du système de contraintes élastiques dans la pièce provoque des **déformations imprévues**, donc gênantes.

Les contraintes résiduelles doivent donc être éliminées dans la mesure du possible, à moins que le système des contraintes élastiques puisse être modifié dans un sens favorable à la tenue en service de la pièce par une déformation plastique volontaire (qui ne pourra être déterminée que par une analyse mécanique rigoureuse, à faire au cas par cas). Pour prendre un exemple, il peut être judicieux de mettre en compression une zone qui subira en service une mise en tension : cela atténuera le niveau de traction dans le métal, et donc les risques associés.

L'élimination des contraintes résiduelles est réalisée lors d'un maintien à chaud par deux phénomènes complémentaires :

- la **diminution de la limite d'élasticité** du métal avec la température écrête les contraintes résiduelles à la valeur de la limite élastique à la température de maintien ;
- le **phénomène de fluage** peut abaisser les contraintes résiduelles à zéro (on parle alors de relaxation des contraintes) ; pour que le fluage agisse en un temps industriellement raisonnable, la température de maintien devra être suffisamment élevée : par exemple 550 °C pour un acier austénitique.

Dans tous les cas, le pourcentage de contraintes résiduelles éliminées est fonction croissante de la température. Le tableau 10 quantifie approximativement cet effet.

Le temps de maintien à température maximale doit être suffisant et on peut préconiser 2,5 minutes par millimètre d'épaisseur pour les traitements au-dessus de 850 °C et 10 minutes par millimètre d'épaisseur pour les autres.

On évitera bien évidemment un refroidissement trop brutal ou hétérogène qui réintroduirait dans la pièce les contraintes résiduelles que l'on vient d'éliminer.

Les traitements de détensionnement, à l'exception de ceux pratiqués au-dessous de 400 °C, sont susceptibles d'entraîner des conséquences métallurgiques dommageables.

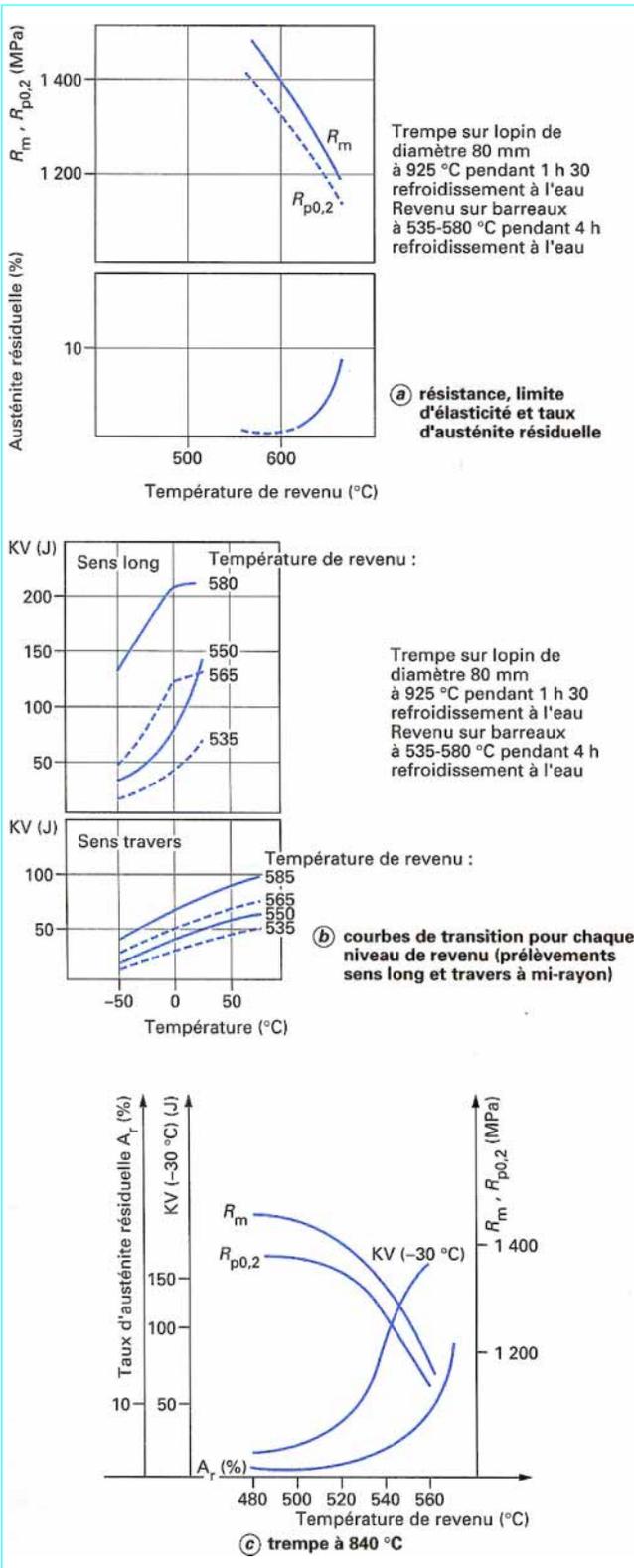
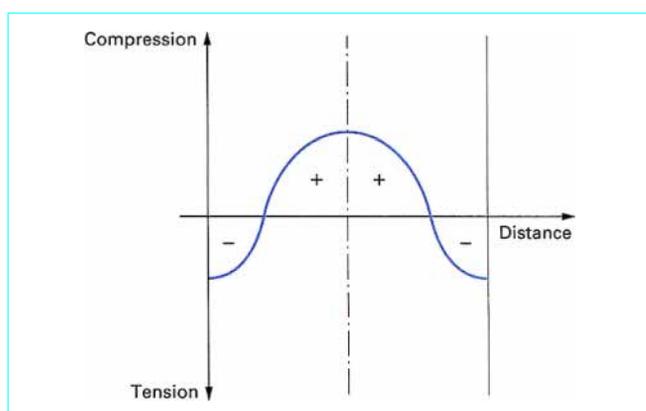


Figure 15 - Évolution des caractéristiques mécaniques et du taux d'austénite résiduelle en fonction de la température de revenu

Tableau 10 – Effets du traitement de détensionnement des aciers inoxydables austénitiques

Température de maintien (°C)	Contraintes résiduelles éliminées (%)	Remarques
950 à 1 050	95 à 100	Le traitement s'apparente à une hypertrempe, sauf en ce qui concerne le refroidissement
850 à 950	80 à 85	Permet la coalescence des carbures et une réhomogénéisation de la teneur en chrome
550 à 650	≈ 35	Améliore la stabilité dimensionnelle
200 à 400	5	Élimine essentiellement les pics de contrainte résiduelle


Figure 16 – Répartition des contraintes résiduelles à l'intérieur d'une barre étirée

■ **Fragilisation** par formation de phase σ ou autre phase intermétallique : aucune précipitation n'est à craindre dans la plupart des cas et l'on ne songera à prendre des précautions que dans les cas extrêmes où l'on a à la fois un temps de maintien très long, présence de ferrite et/ou de molybdène, et un écrouissage à froid du métal.

■ **Sensibilisation à la corrosion intergranulaire** par précipitation de carbures de chrome : si l'on est contraint, pour prévenir la corrosion sous tension, de pratiquer un traitement de détensionnement, on choisira une nuance stabilisée ou à bas carbone plus azote, car celle-ci ne sera pas sensibilisée ou très peu (dans ce cas par la faible proportion de carbone ou d'azote libres). Tous les traitements de détensionnement efficaces provoqueront, sur une nuance non stabilisée et à carbone plus azote supérieur à trente millièmes, une sensibilisation. En effet, les maintiens de 550 à 950 °C provoqueront la précipitation de carbures de chrome, et après les maintiens au-dessus de 950 °C, les carbures précipiteront au refroidissement qui ne peut être que lent. Si l'on tient à détensionner au-dessus de 550 °C une telle nuance, on optera plutôt pour la plage 850-950 °C qui permettra une certaine coalescence des carbures formés et une certaine réhomogénéisation du métal autour des carbures (apport de chrome en provenance de la matrice dans les zones déchromées entourant les carbures).

3. Traitements thermiques après soudage

3.1 Aciers martensitiques

Lors du soudage des aciers inoxydables martensitiques, il y a formation d'austénite puis de martensite en zone affectée thermiquement. Cette martensite sera d'autant plus fragile que sa teneur en carbone sera élevée. Pour les nuances dont la teneur massique en carbone dépasse 0,15 à 0,2 %, la fragilité de la martensite est telle qu'une fissuration éventuellement différée apparaît en ZAT en dessous de 400 °C (fissuration martensitique). On recommande donc de ne pas souder de telles nuances (groupes 2 et 3 du paragraphe 1.1).

Lors du soudage d'aciers à teneur en carbone comprise entre 0,1 et 0,2 %, on pourra éviter la fissuration martensitique par préchauffage à 250-350 °C.

Pour les autres nuances ($C < 0,1$ %), aucun préchauffage n'est nécessaire. Il est également inutile de prévoir un traitement de revenu après soudage.

Pour les nuances d'aciers à teneur en carbone comprise entre 0,1 et 0,2 %, on appliquera après soudage soit un traitement complet de trempe plus revenu tel qu'il est décrit au paragraphe 1.1, soit uniquement un traitement de revenu : dans ce cas, le revenu devra être effectué après retour à l'ambiante permettant une transformation martensitique complète en ZAT. Dans tous les cas, le revenu sera effectué entre 550 et 750 °C.

Pour les aciers au nickel (groupe 4), un simple revenu suffira dans tous les cas et on l'effectuera entre 600 et 650 °C.

3.2 Aciers ferritiques

Les aciers qualifiés de semi-ferritiques au paragraphe 1.2 (environ 17 % de chrome, $C + N > 0,030$ %, pas d'élément stabilisant) présentent en zone affectée par la chaleur une apparition de martensite et une précipitation de carbures intergranulaires, d'où une sensibilisation à la corrosion intergranulaire. Ils devront subir après soudage un traitement à 750-850 °C, transformant la martensite en ferrite plus carbures, coalesçant les carbures, et réaugmentant la teneur en chrome autour des carbures par diffusion.

Les aciers totalement ferritiques à toute température ne nécessitent pas de précaution particulière si ce n'est une limitation éventuelle de l'énergie de soudage afin d'éviter un grossissement excessif du grain ferritique en ZAT, favorisé par l'absence d'austénite. Ceci est particulièrement valable pour les aciers à haute teneur massique en chrome (23 à 30 %) et très basse teneur en carbone plus azote ($< 0,005$ %).

3.3 Aciers austénitiques

Les aciers austénitiques à teneur en carbone importante (> 0,030 %) et non stabilisés peuvent être sensibilisés à la corrosion intergranulaire en ZAT, selon les conditions de soudage. Si cette sensibilisation ne peut être acceptée, seul un traitement d'hyper-trempe de l'ensemble de la pièce pourra la retirer avec le risque de provoquer des déformations intolérables. Ces nuances ne sont donc pas soudables sans étude préalable.

Pour limiter les contraintes résiduelles dues au soudage, et cela pour toutes les nuances, on pourra être amené à pratiquer des traitements de détensionnement de l'ensemble de la pièce (cf. § 2).

3.4 Aciers austéno-ferritiques

Aucun traitement post-soudage particulier n'est généralement à préconiser.

3.5 Aciers à durcissement par précipitation

Ces aciers seront soudés à l'état austénitique (donc en cours de fabrication) et la structure de l'ensemble de la pièce sera régénérée par traitement thermique complet (cf. § 1.6).

4. Contrôle des propriétés de la surface : fours et atmosphères

4.1 Fours à bains de sels

L'utilisation privilégiée des bains de sels, en général constitués de chlorures de baryum et de sodium, concerne le traitement des pièces de taille petite ou moyenne, par exemple des pièces de série en acier martensitique. Si les bains de sels sont utilisés uniquement pour le traitement d'aciers inoxydables, ils sont neutres vis-à-vis des pièces et ne conduisent donc pas à une altération de surface. Si d'autres aciers sont traités dans les bains, ceux-ci sont susceptibles d'évoluer et de provoquer une décarburation des aciers inoxydables traités. Il faudra alors rectifier les bains au graphite et au chlorure de méthyle, opération délicate qui peut conduire à un traitement carburant pour le métal si elle est mal conduite [7]. Il est donc recommandé de réserver les bains au traitement des seuls aciers inoxydables.

Un inconvénient limite l'utilisation des bains de sels : leur toxicité et la nécessité correspondante d'installations coûteuses d'aspiration pour éviter tout risque de pollution et protéger le personnel.

4.2 Fours à gaz

Dans les fours où l'énergie thermique est générée par combustion d'hydrocarbures (gaz naturel, fuel, butane, etc.), on peut régler l'arrivée d'air au brûleur pour obtenir une atmosphère oxydante (excès d'air) ou réductrice et donc carburante (excès d'hydrocarbures).

En atmosphère oxydante, les défauts susceptibles d'être générés en surface de pièce sont la décarburation ou la déchromisation ; en atmosphère réductrice, la recarburation (cf. § 4.5).

Signalons cependant d'ores et déjà que l'on préférera généralement les atmosphères réductrices pour le traitement des aciers inoxydables martensitiques et ferrito-martensitiques afin d'éviter une perte de dureté superficielle inacceptable par formation de ferrite dans les zones décarburees, et les atmosphères oxydantes pour les autres nuances inoxydables afin d'éviter toute recarburation pouvant être source de dégradation de la tenue à la corrosion.

Dans tous les cas, ces traitements en four à gaz entraîneront une formation de calamine en surface du métal, qui devra ensuite être éliminée par décapage mécanique, chimique ou électrochimique et la surface sera rugueuse à l'état final.

4.3 Atmosphères protectrices

Dans les cas où l'on veut éviter un décapage final, il faut utiliser une atmosphère protectrice non oxydante. Les opérations dites de **recuit brillant** utilisent en particulier ce principe. Plusieurs types d'atmosphères peuvent être utilisés et nous les présentons par ordre de coût décroissant.

4.3.1 Traitement sous vide

Le vide sera envisagé si l'on veut éviter toute oxydation. Il faut noter que le refroidissement devra généralement être effectué sous balayage de gaz neutre (hélium, argon) car les vitesses de refroidissement sous vide sont en général trop lentes pour les impératifs métallurgiques propres aux nuances inoxydables (trempe des martensitiques ou hypertrempe des austénitiques, par exemple).

Les nuances austéno-ferritiques à fort azote ne peuvent être traitées sous vide (la perte d'azote résultant du traitement augmentant la teneur en ferrite de manière inacceptable).

4.3.2 Atmosphère de gaz neutres (hélium ou argon)

Elles peuvent également être utilisées pour éviter toute altération de la surface lors du traitement. Le coût de traitement sera cependant élevé car il faut employer des gaz suffisamment purs pour obtenir l'aspect brillant.

Là encore, on ne traitera pas les nuances austéno-ferritiques pour leur éviter une perte de teneur en azote.

4.3.3 Traitement sous hydrogène pur

Il sera employé en remplacement des mélanges azote + hydrogène décrits ci-après dans les cas où une nitruration superficielle est inacceptable, en général par crainte d'une sensibilisation à la corrosion intergranulaire.

Les précautions en matière de point de rosée (pour éviter l'oxydation) et de dégraissage soigné (pour éviter toute recarburation) sont les mêmes que ceux décrits dans le paragraphe 4.3.4.

4.3.4 Traitement en présence d'un mélange d'azote et d'hydrogène

Le traitement est souvent effectué dans une atmosphère constituée d'une partie d'azote et de trois parties d'hydrogène (en volume). La plupart du temps, ce mélange résulte de la dissociation de l'ammoniac : $2 \text{NH}_3 \rightarrow 3 \text{H}_2 + \text{N}_2$, obtenue par passage sur un catalyseur de nickel à une température comprise entre 930 et 980 °C. L'ammoniac utilisé doit être pur à 99,99 ou mieux 99,999 % et si le craquage catalytique est bien réglé, la teneur résiduelle en ammoniac non dissocié sera inférieure, en volume, à cinq parties par million.

L'oxydation de surface sera d'autant plus réduite et donc l'aspect brillant d'autant mieux réalisé, que la teneur en eau du mélange de gaz sera plus faible. On recherchera en tout état de cause un point de rosée inférieur à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pour ce faire, le craquage catalytique est suivi d'une dessiccation à l'alumine activée. On peut ainsi obtenir un point de rosée inférieur à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La réalisation industrielle de ces points de rosée particulièrement bas implique évidemment une bonne étanchéité des fours (le plus souvent des fours à passage) et lors d'une remise en service de l'installation des balayages préliminaires de très longue durée.

Le refroidissement est effectué sous la même atmosphère que la maintien en température, dans une zone à température ambiante, et ceci peut amener une limitation à l'épaisseur des produits pouvant être traités si une vitesse limite de refroidissement est imposée.

Deux modifications indésirables de la composition chimique en surface peuvent résulter de l'emploi d'un mélange azote + hydrogène : la carburation et la nitruration.

En raison de l'absence d'oxydation, le carbone présent dans d'éventuelles traces de produits gras (huiles, graisses) ne sera pas détruit et pourra migrer par diffusion vers l'acier, provoquant une **carburation superficielle** particulièrement indésirable sur les nuances à bas ou très bas carbone, ferritiques ou austénitiques. **Il faut donc dégraisser de façon particulièrement soignée les produits à traiter.**

L'azote, ou éventuellement l'ammoniac résiduel, entraîne des phénomènes de **nitruration superficielle** d'autant plus prononcés que la température de maintien est élevée et le temps de maintien prolongé. La nitruration est donc plus à craindre pour les nuances austénitiques, qui sont traitées à plus haute température ($1\ 050$ à $1\ 100\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Une conséquence de ce risque de nitruration est que les traitements sous atmosphère azote + hydrogène sont réservés au traitement au défilé de produits longs ou de tôles.

Notons que les nuances martensitiques peuvent accepter une nitruration superficielle et que le recuit sous azote + hydrogène peut donc leur être appliqué.

4.3.5 Mélange réducteur

Si l'on peut tolérer une certaine oxydation de surface, on peut employer des mélanges gazeux plus économiques contenant de l'azote, de l'hydrogène, du monoxyde et du dioxyde de carbone, ainsi que des traces de méthane. Ces mélanges sont le résultat d'une combustion d'hydrocarbures avec excès d'hydrocarbures. La combustion peut être achevée par voie catalytique pour éliminer au mieux l'oxygène. Le mélange est ensuite asséché par les méthodes décrites au paragraphe précédent ou par simple refroidissement afin d'obtenir le point de rosée voulu.

4.4 Traitements thermiques à l'air

Dans le cas d'un traitement en four électrique, l'atmosphère peut être simplement l'air. Dans ce cas, il y aura formation d'une couche de calamine d'autant plus épaisse que la température de maintien sera élevée et le temps de maintien prolongé. Cette calamine devra être éliminée par voie mécanique, chimique ou simplement par usinage. Il y aura également lieu de craindre une déchromisation de surface comme dans le cas de tout traitement oxydant.

4.5 Défauts de surface dus aux traitements thermiques

Nous avons déjà fait allusion au cours des paragraphes précédents aux défauts pouvant résulter des diverses atmosphères de traitement. Ceux-ci sont particulièrement à éviter si, comme c'est souvent le cas, la surface du matériau est conservée en l'état après traitement. Nous reprenons ci-dessous les divers défauts en rappelant leur origine, leurs conséquences, et les moyens de les détecter.

4.5.1 Décarburation

La décarburation est due à la présence d'oxygène (traitement à l'air, en four à gaz réglé oxydant, oxygène résiduel des traitements sous vide).

Cette décarburation est généralement acceptable pour les nuances ferritiques, austénitiques, ou austéno-ferritiques pour lesquelles on souhaite justement limiter la teneur en carbone.

Elle est par contre souvent inacceptable pour les nuances martensitiques ou ferrito-martensitiques, utilisées par leur dureté, en particulier de surface. On l'évitera en réalisant le traitement en four à bain de sels ou en four à gaz réglé réducteur.

On pourra la détecter :

- indirectement, par mesure de dureté ou par micrographie optique (plages ferritiques en peau) ;
- directement, par spectrographie à décharge lumineuse.

4.5.2 Recarburation

Nous distinguerons trois types de recarburation superficielle :

- la **recarburation générale** dans les fours à gaz réglés réducteurs (le carbone est généré par craquage des hydrocarbures en surface de la pièce) ;
- la **recarburation localisée**, donc particulièrement insidieuse, due à la présence de produits carbonés (huiles ou graisses) lors de traitements en atmosphère neutre ou réductrice (par exemple, recuit brillant sous azote, hydrogène, ou mélange de ces deux gaz) ; elle sera évitée en dégraissant soigneusement les produits avant traitement, en particulier les corps creux (tubes, etc.) ;
- la **recarburation par transfert gazeux** (CO et CO_2) vers l'acier inoxydable traité de carbone provenant d'aciers au carbone, cela en présence d'une atmosphère oxydante en milieu confiné ; on évitera donc les montages, mandrins, etc., en acier au carbone dans l'enceinte des fours.

La recarburation est nuisible essentiellement pour les nuances ferritiques, austénitiques et austéno-ferritiques, en provoquant l'apparition des carbures de chrome, donc les déchromisations locales correspondantes et la sensibilisation à la corrosion intergranulaire ou plus généralement une dégradation de la tenue à la corrosion. En ce qui concerne les nuances austéno-ferritiques, l'augmentation locale de teneur en carbone, élément gammagène, peut également diminuer ou annuler la teneur en ferrite d'où une diminution, par exemple, de la tenue à la corrosion sous contrainte.

La recarburation pourra être détectée par spectrographie à décharge lumineuse ou plus simplement par micrographie optique (présence de carbures, augmentation de la teneur en austénite).

4.5.3 Nitruration

La nitruration des aciers traités se produit lors des recuits brillants en atmosphère d'azote ou d'azote + hydrogène. La nitruration est, comme déjà signalé précédemment, d'autant plus importante que la température de maintien est élevée et le temps de maintien

prolongé. Elle est donc faible dans le cas du traitement des produits ferritiques minces (température basse et vitesse de passage élevée) et plus critique dans le cas des nuances austénitiques et austéno-ferritiques en raison des températures de traitement plus élevées (1 050-1 100 °C), et éventuellement, des épaisseurs plus fortes entraînant une vitesse de passage plus lente. Elle devra être évaluée au cas par cas en appliquant à l'échantillon le cycle thermique exactement subi par le produit. Dans le cas où la nitruration apparaît trop forte, on réalisera le recuit brillant sous hydrogène pur en dégraissant convenablement le produit pour éviter toute recarburation.

La nitruration est nuisible pour les mêmes nuances et pour les mêmes raisons que la recarburation :

- apparition de nitrures de chrome et déchromisation locale correspondante, avec dégradation des propriétés de corrosion ;
- disparition éventuelle de la phase ferritique dans le cas des nuances austéno-ferritiques.

Elle sera mise en évidence par les mêmes moyens que pour la recarburation.

4.5.4 Déchromisation

La déchromisation peut être due aux atmosphères oxydantes (air, gaz de combustion réglé oxydant). En effet, le chrome est un élément plus oxydable que le fer ou le nickel, par exemple, et quelle que soit la nuance inoxydable, ferritique ou austénitique, un traitement à haute température en atmosphère oxydante provoquera une migration du chrome vers la surface du métal où il s'oxyde et un appauvrissement correspondant en sous-couche. Les profondeurs affectées peuvent atteindre quelques micromètres et la baisse de teneur en chrome quelques pour-cent (1 à 3).

En extrême surface, au-dessous de la couche d'oxyde, la baisse de teneur en chrome peut être plus sévère et après élimination de la seule couche d'oxyde, la teneur superficielle en chrome peut être inférieure au seuil de 10,5 %, critique vis-à-vis de la résistance à la corrosion. Notons au passage que les traitements thermiques ne sont pas la seule source possible de déchromisation : des échauffements localisés du métal durant le laminage, même à froid, ou le soudage peuvent provoquer des déchromisations.

Cette baisse superficielle de teneur en chrome peut évidemment affecter la tenue à la corrosion des installations. Les inconvénients en découlant devront cependant être analysés au cas par cas. Pour des raisons esthétiques, on peut refuser toute corrosion même superficielle du métal. Par ailleurs, la déchromisation superficielle peut amorcer des phénomènes de corrosion localisée qui se poursuivront ensuite dans le métal sain. Mais, bien souvent, il y aura uniquement corrosion générale rapide de la zone affectée en surface, vite ramenée à une valeur normale dès que le métal sain est atteint. Dans ce cas, la déchromisation peut fort bien être acceptable.

Pour finir, signalons que le moyen le plus efficace de quantifier la déchromisation est la spectrographie par décharge lumineuse, la microsonde électronique pouvant aussi être employée, avec plus de difficultés.

5. Grossissement du grain des aciers inoxydables

5.1 Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont sujets au grossissement de grain lors des opérations à haute température : réchauffage de brames ou de blooms avant laminage à chaud, zone affectée thermiquement des joints soudés.

Lors des traitements de recuit ou d'homogénéisation effectués entre 750 et 1 000 °C, le grossissement de grain ne pose pas de problème particulier.

5.2 Aciers inoxydables martensitiques et austénitiques

Ces aciers possèdent à haute température une structure austénitique. Lors du traitement de ces aciers afin d'obtenir une phase homogène, on cherche à mettre en solution tout ou partie des carbures, or ce sont les carbures qui bloquent la croissance du grain austénitique. Cette dissolution exige un couple temps-température minimal qu'il convient donc de ne pas trop dépasser car cela conduirait à une croissance de grain non souhaitable dans bien des cas (rappelons que les caractéristiques mécaniques à l'ambiante sont d'autant plus élevées que le grain austénitique est plus fin).

Nous commençons par présenter des généralités sur la croissance du grain γ , puis envisageons le cas des aciers austénitiques, le plus crucial car on cherche lors du traitement d'hypertrempe à remettre en solution la totalité des carbures, ce qui augmente le risque de grossissement de grain ultérieur.

Considérons le cas général d'une structure écrouie à chaud ou à froid portée à haute température. Dans une première phase, il apparaît de nouveaux grains qui finissent par remplacer l'ensemble des anciens grains écrouis. C'est la phase dite de recristallisation primaire, elle conduit à une structure à grains fins de taille homogène. Cette phase est d'autant plus rapide que l'écroissage préalable a été important et après un écroissage à froid, elle peut être achevée en une fraction de seconde à 800 ou 850 °C.

Après cette phase de recristallisation primaire, les grains grossissent selon une loi que l'on exprime généralement sous la forme :

$$D - D_0 = [K_0 t \exp(-Q/RT)]^n$$

où n est un exposant inférieur à 0,5 (0,5 est une valeur théorique obtenue pour un métal pur en faisant l'hypothèse que la vitesse de déplacement des joints de grains est inversement proportionnelle à leur rayon de courbure),

D diamètre moyen du grain,

D_0 diamètre initial du grain,

K_0 constante,

t temps.

Si des précipités entravent le déplacement des joints de grains, ce qui sera le cas pour les aciers inoxydables, la valeur de n sera inférieure et la cinétique de grossissement de grain plus lente ; n augmente en outre avec la température dans le cas des aciers inoxydables austénitiques. Toujours dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, les précipités susceptibles de bloquer le mouvement des joints de grains sont essentiellement les carbures et le maintien en température lors d'un traitement d'hypertrempe doit donc être arrêté peu après la dissolution des carbures, qui est l'un des buts de l'hypertrempe, car n passe de la plage 0,1-0,2 à la plage 0,3-0,4 quand les derniers carbures sont mis en solution.

Il est difficile de donner des valeurs précises du couple temps-température à employer dans chaque cas, car il dépend de la composition chimique du métal, et en particulier de la teneur en impuretés. On peut cependant indiquer qualitativement que la plage 1 090-1 100 °C donne souvent de bons résultats et que les temps devront respecter les valeurs données en fonction de l'épaisseur au paragraphe 1.4.1.3. En aucun cas l'on ne devra dépasser des durées de quelques heures.

Traitements thermiques des aciers inoxydables

par **Hervé SASSOULAS**

Ingénieur civil des Mines

Ingénieur de recherche. Centre de recherches d'Ugine. Ugine - Savoie

Bibliographie

Références

- [1] IRVINE (K.J.), CROWE (D.J.) et PICKRING (F.B.). – *The physical metallurgy of 12 % chromium steels*. Journal of the iron and steel institute (GB), n° 195, p. 386-405, août 1960.
- [2] BRIGGS (J.Z.) et PARKER (T.D.). – *The super 12 % Cr steels* (Climax Molybdenum Company) (1965).
- [3] TRICOT (R.) et CASTRO (R.). – *Étude des transformations isothermes dans les aciers inoxydables semi-ferritiques à 17 % de chrome III. Rôle des éléments d'alliages autres que le chrome et l'azote*. Mémoires sc. rev. de métall., t. LXIII, n° 7/8, p. 657-684, juil.-août 1966.
- [4] *Caractérisation de tôles d'acier inoxydable à hautes caractéristiques mécaniques obtenues par laminage contrôlé (tôles et joints soudés)*. Programme d'étude réalisé par Creusot Loire Industrie avec le soutien de l'AFME. Travaux réalisés par CLI, division Creusot-Marrel : Service métallurgique, CEMC, UNIREC, 20 juin 1989.
- [5] CHARLES (J.). – *Duplex Stainless steels*. 91, vol. 1, p. 3-48, Beaune France, 28-30 octobre 1991.
- [6] BAROUX (B.), ORLANDI (M.C.) et MAITRE-PIERRE (PH.). – *Sensitization of continuously cooled austenitic stainless steels*. Metals technology, vol. 11, p. 378-382, sept. 1984.
- [7] PECKNER (D.) et BERNSTEIN (I.M.). – *Handbook of stainless steels*. Mac Graw-Hill (1977).
- [8] COLOMBIER (L.) et HOCHMANN (J.). – *Aciers inoxydables. Aciers réfractaires*. Dunod (1965).
- [9] TRICOT (R.). – *Critère de choix et propriétés d'emploi des aciers inoxydables normalisés*. Métallurgie et constructions mécaniques, n° 102, p. 376 (1970).
- [10] LACOMBE (P.), BAROUX (B.) et BERANGER (G.). – *Les aciers inoxydables*. Les Éditions de physique (1990).
- [11] WILLIAMS (R.O.). – *Further studies of the iron-chromium system*. Trans. Metallurgical Society AIME 212, p. 497-502 (1958).
- [12] SCHORTSLEEVE (E.J.) et NICKOLSON (M.E.). – *Transformation in ferritic, chromium steels between 595 °C and 815 °C*. Transactions of the American Society for Metals, 43, p. 142-156 (1951).
- [13] SEMCHYSEN (M.), BOND (A.P.) et DUNDAS (H.J.). – *Effects of composition on ductility and toughness of ferritic stainless steel*. Proceedings of Symposium on improved and toughness, Kyoto University, p. 239-253, Climax Molybdenum Company, Greenwich, Connecticut, 25-26 octobre 1971.
- [14] PUGH (J.W.) et NISBET (J.D.). – *Transactions of the American institute of Min. and Metallurgy*. Pet. England 188, p. 273 (1950).
- [15] BAIN (E.C.) et ABORN (R.H.). – *Metals Handbook*. A.S.M., p. 1 261 (1948).
- [16] COLOMBIÉ (M.). – *Communication personnelle*. Groupe Creusot-Loire.
- [17] KONOSU (S.). – *Effect of reversion heat treatment on the mechanical properties of a 13 % Cr steel subjected to 475 °C embrittlement*. Scripta Metallurgica et Materiala, vol. 26, p. 1 631-1 636 (1992).
- [18] ROMBEAUX (Ph.). – *Traitements thermiques et résistance à la corrosion des aciers inoxydables martensitiques pour la coutellerie*. Traitement thermique et corrosion, p. 01-09, journée ATTT/CETIM/SATS du 29 octobre 1992.

Dans les Techniques de l'Ingénieur

- [19] COLOMBIÉ (M.). – *Aciers inoxydables*. M 320, traité Matériaux métalliques (1991).
- [20] SASSOULAS (H.). – *Guide de choix des traitements thermiques des aciers inoxydables*. M 1 160, traité Matériaux métalliques (1997).

Normalisation

Norme européenne

NF EN 10088-1 11.95 Aciers inoxydables. Partie 1. Liste des aciers inoxydables.