



*Modification des propriétés mécaniques
d'un acier inoxydable par laminage et
traitement thermique.*

BACLAWSKI Bastien
BELLEVERGUE Roméo
BORDAS Agathe
GIRAUD Alice
GROSSARD Adèle
LIU Jiaming

Enseignant responsable du projet :
M. Clément Keller

Remerciements

Nous aimerions remercier Clément Keller, pour son encadrement tout au long du projet, pour son aide et sa patience. En effet, il n'a pas hésité à nous accorder une partie de son temps afin de finaliser notre projet, notamment en nous aidant dans nos analyses, avec le Microscope Électronique à Balayage du Groupe de Physique des Matériaux (GPM). Nous tenions aussi à remercier les intervenants (doctorants, stagiaires..) qui sont venus apporter leur aide.

Date de remise du rapport : 19.06.17

Référence du projet : STPI/P6/2017-13

Intitulé du projet : Modification des propriétés mécaniques d'un acier inoxydable par laminage et traitement thermique

Type de projet : Expérimental

Objectifs du projet : Modifier les propriétés d'un acier inoxydable initialement ductile, afin de lui donner de la résistance mécanique, en plus de sa ductilité.

Mots clefs : acier inoxydable - laminage - traitement thermique

Table des matières

Remerciements.....	p.3
Table des matières.....	p.4
Introduction.....	p.5
I. Phase théorique.....	p.6
A) Présentation des aciers inoxydables.....	p.6
B) Transformation des propriétés du métal.....	p.7
a) Motivations et objectifs.....	p.7
b) Présentation des différentes méthodes expérimentales.....	p.7
- Modifications (laminage et traitement thermique).....	p.7
- Vérification (% de phase magnétique, dureté, MEB).....	p.10
II. Phase expérimentale : observations et analyse des résultats.....	p.12
A) Laminage et découpage.....	p.12
B) Mesure du magnétisme.....	p.12
C) Polissage.....	p.14
D) Dureté.....	p.15
E) Traitement thermique.....	p.17
F) MEB.....	p.20
G) Essai de traction.....	p.22
Conclusion.....	p.24
Annexes.....	p.25
Bibliographie.....	p.26

Introduction

C'est généralement à travers leur microstructure que les métaux révèlent leur différentes propriétés mécaniques ; la métallographie est donc essentielle à toute étude de matériaux. Ainsi, dans le cadre du projet physique mis en place pour nous initier à la conduite de projets en groupe, nous avons choisi de travailler sur la modification des propriétés d'un acier inoxydable, par laminage et traitement thermique. Faisant l'objet d'un véritable sujet d'étude, ce projet va nous permettre par ailleurs, d'appréhender ce qu'est réellement le travail de recherche.

L'acier sur lequel nous allons travailler est le 304L. Connu pour sa microstructure présentant des grains de taille moyenne, il s'agit d'un acier plutôt ductile, mais peu résistant. Or, la résistance d'un matériau est apportée par la présence de petits grains au sein de sa microstructure. La finalité de notre travail consistera donc à remodeler notre acier, afin d'obtenir une microstructure hybride comprenant des petits et des gros grains, lui conférant ainsi résistance et ductilité. Fissures, texture, dimension des grains, phases présentes... l'analyse de tous ces éléments va ainsi nous permettre tout au long du projet, de caractériser l'acier que nous allons utiliser et modifier.

Pour vous donner un aperçu détaillé de ces séances de projet, nous allons dans un premier temps nous intéresser à la partie théorique de notre travail, à savoir la présentation des aciers inoxydables et du 304L, des différents procédés que nous avons été amenés à employer, et de ce que nous nous attendons à observer. Enfin, nous terminerons par la partie expérimentale, où nous présenterons nos résultats et leur analyse.

Phase théorique

◆ Présentation des aciers inoxydables.

De notre cuisine à l'industrie nucléaire, tout en passant par le milieu médical, les aciers inoxydables sont présents dans de nombreux aspects de notre vie quotidienne. En effet, en plus de leurs propriétés mécaniques (résistance, ductilité, ténacité), ils disposent d'une résistance remarquable à la corrosion (air, acides, eaux salées...), qui leur confère une durée de vie avantageuse dans de nombreux milieux.

Mais alors, qu'est-ce véritablement qu'un acier inoxydable ? Il s'agit d'un alliage métallique constitué majoritairement de fer, avec au moins 10,5% de chrome, essentiel à la formation d'une couche auto-régénératrice qui assure la résistance de l'acier à la corrosion. Différents éléments d'alliage y sont généralement associés, comme le nickel, le carbone (<1,2%, car il peut altérer la formation de la couche protectrice), ou encore le cuivre, pour ajuster les propriétés de l'acier en fonction des conditions dans lesquelles il sera utilisé.

Les aciers inoxydables sont classés en 4 différentes familles en fonction de leur composition ;

- **Austénite** : alliage fer-chrome-nickel, amagnétique, avec moins de 0,1% de carbone.
- **Ferrite** : alliage fer-chrome, magnétique, avec moins de 0.1% de carbone.
- **Martensite** : alliage fer-chrome, magnétique, avec un taux de carbone supérieur à 0.1%.
- **Duplex** : alliage fer-chrome-nickel, magnétique, dont la structure est un mixte entre l'austénite et le ferrite.

Ainsi, les métaux sont constitués d'agencements structurés d'atomes, qu'on appelle cristaux ou grains. Les éléments d'alliage associés dont nous avons parlé ci-dessus, et les impuretés, peuvent s'introduire dans ce réseau ; soit en se substituant aux atomes de base, soit

en s'insérant dans des positions interstitielles. Pour notre projet, nous nous sommes intéressés au 304L. Il s'agit d'un acier inoxydable austénitique, dont la structure est cubique faces centrées (CFC). Pour les détails structurels de l'acier, vous trouverez sa fiche produit en annexe.

◆ Transformations des propriétés de l'acier

○ *Motivations et objectifs*

Comme nous l'avons évoqué dans l'introduction, notre but est de modifier les propriétés du 304L, afin de lui conférer des propriétés qu'il n'a pas initialement. Pour cela, nous allons devoir procéder à des changements de phase de l'acier. En effet, la phase austénitique initiale du 304L n'est stable qu'à de hautes températures ; elle pourra ainsi facilement se transformer en martensite grâce à un refroidissement rapide, ou encore par déformation plastique. Comme nous travaillons à température ambiante, nous allons privilégier dans un premier temps, la déformation plastique, par laminage. Cette première étape va permettre de passer d'une structure cubique faces centrées, à une phase cubique centrée partielle. Dans un second temps, nous procéderons à des traitements thermiques, pour revenir à une structure CFC, mais cette fois-ci modifiée ; en effet, le résultat qu'on s'attend à observer à terme, est une microstructure comprenant des petits et des gros grains ; les petits sont issus de la martensite et les gros sont issus de l'austénite recristallisée, qui n'a en fait, jamais été transformée.

○ *Présentation des différentes méthodes expérimentales*

Méthodes expérimentales de transformation de l'acier

➤ Transformation martensitique par déformation plastique (laminage)

Le laminage est une opération de mise en forme par déformation plastique. Le but du laminage est de réduire la section d'un produit de grande longueur, par passage entre deux ou plusieurs outils axisymétriques tournant autour de leur axe ; c'est la rotation des outils qui entraîne le produit dans l'emprise par l'intermédiaire du frottement. Après passage au laminoir, on peut noter un allongement de la matière laminée.

Il existe deux types de laminage : à froid et à chaud. Le laminage à froid est de manière générale utilisé pour les bandes minces. C'est celui que nous allons utiliser ici. Il est nécessaire pour obtenir des tolérances serrées (à quelques micromètres) et des propriétés mécaniques élevées par écrouissage (déformation plastique). Nous verrons que le laminage induit une modification de la structure cristalline et des propriétés physiques et mécaniques de l'acier.

➤ Traitement thermique

D'après la norme NFEN10052, un traitement thermique est une succession d'opérations au cours desquelles un produit solide est soumis en totalité ou partiellement à des cycles thermiques pour obtenir un changement de ses propriétés et/ou de sa structure.

Effectuer un traitement thermique consiste à jouer sur trois éléments : la température, le temps et le milieu (ou atmosphère) durant le maintien en température (ce milieu peut être neutre ou réactif). Il faut distinguer 3 phases successives : la montée en température, le maintien en température et le refroidissement. En général, la phase déterminante et critique est le refroidissement. Jouer sur la vitesse de refroidissement permet d'obtenir un matériau avec des caractéristiques finales différentes. Il est donc important de maîtriser cette vitesse pour obtenir le résultat souhaité. La vitesse de refroidissement dépend entre autres du milieu de refroidissement (air ambiant ou eau froide par exemple), ce dernier est donc à choisir consciencieusement. Dans le cadre de notre projet, nous allons nous concentrer sur les variations de temps de chauffe et de température.

Lors d'un traitement thermique, la température s'élève et induit une agitation importante des atomes du cristal autour de leur position d'équilibre. Ceux-ci s'écartent donc les uns des autres : c'est le phénomène de dilatation ; il permet au cristal d'accueillir de plus nombreux et de plus gros d'atomes en solution d'insertion. Par conséquent, les atomes "étrangers" au métal deviennent mobiles et peuvent se déplacer dans le cristal : c'est le phénomène de diffusion. Les atome "étrangers" qui étaient jusqu'à lors en substitution se retrouvent en position interstitielle. Pour certains métaux, au dessus d'une certaine

température, les atomes du cristal se réorganisent en une autre phase cristallographique : on parle d'allotropie. Nous verrons que ce sera le cas pour notre acier 304L.

Il existe 4 grands types de traitements thermiques : le recuit, la trempe, le revenu et le traitement de normalisation. Nous ne nous servirons dans ce projet que du Recuit. Il consiste à chauffer et à maintenir la pièce à une température déterminée (température de recuit) pendant un temps donné, avant de la refroidir à la vitesse adéquate, afin d'obtenir après retour à la température ambiante un état structural du métal proche de l'état d'équilibre. Le recuit nous permet notamment d'éliminer ou de réduire les contraintes résiduelles du métal liées à la déformation par laminage, (restauration) et de faire naître de nouveaux grains qui rendront l'acier moins cassant (recristallisation).

La restauration contribue à remettre la microstructure à l'équilibre, sans germination de nouveaux grains. L'activation thermique permet la migration des imperfections et d'uniformiser l'énergie interne du réseau cristallin. La restauration agit sur les propriétés du matériau sans changement de microstructure. On constate après la restauration que la dureté et la limite élastique diminuent, la ductilité augmente et les contraintes résiduelles de longue portée disparaissent.

La recristallisation est un processus qui consiste à remplacer les grains déformés par de nouveaux grains. En chauffant le métal, des grains germent et grandissent jusqu'à ce que les grains d'origine aient été complètement consommés. L'activation thermique permet la formation du nouveau réseau cristallin présentant moins d'imperfections. La température de recristallisation va de paire avec la température de fusion. La structure après recristallisation est différente de la structure de départ : les grains peuvent être plus gros ou plus petits et leurs orientations différentes. Quand il y a beaucoup de défauts, il se forme beaucoup de germes, donc les grains recristallisés sont plus petits. Quand la température est élevée, la diffusion est rapide et les grains grossissent vite, donc les grains recristallisés sont plus gros.

Le recuit de recristallisation est un processus de recuit appliqué à un métal travaillé à froid afin d'obtenir la nucléation et la croissance de nouveaux grains sans changement de phase. Ce traitement thermique permet d'éliminer les résultats de la déformation plastique

intense des pièces formées à froid. Le recuit est efficace lorsqu'il est appliqué aux aciers durcis ou travaillés à froid.

La recristallisation permet une restauration par réduction ou élimination des effets de l'écrouissage (contraintes), agrandit les grains de ferrite isométrique formés à partir des grains allongés, réduit le niveau de résistance et de dureté, et augmente la ductilité.

Méthodes expérimentales de vérification des modifications effectuées

➤ Pourcentage de phase magnétique

Comme nous l'avons vu précédemment, la phase martensitique est magnétique, contrairement à la phase austénitique. Pour quantifier la phase de martensite présente dans les échantillons, et ainsi avoir la proportion d'acier transformé, nous allons utiliser un feritscope qui permet de mesurer le magnétisme.

➤ Dureté

La dureté est un paramètre permettant de connaître la résistance d'un matériau. Elle est calculée en mesurant la résistance exercée par l'échantillon face à la pression exercée par un poinçon sur la surface du matériau, à l'aide d'un duromètre.



Afin de mesurer la dureté d'un matériau, il existe de nombreuses méthodes, les plus connues étant la méthode « Brinell », la méthode « Meyer », la méthode « Rockwell B et C », et enfin la méthode « Vickers ». Selon la méthode utilisée, le poinçon, ou indenteur, n'est pas le même ; il peut s'agir d'un poinçon sphérique ou pyramidale, en acier ou en diamant. La méthode de mesure de dureté que nous utiliserons est la méthode « Vickers », pour laquelle il s'agit d'un poinçon pyramidale, comme l'illustre la photo ci-dessus, dont les angles valent 136° . Cette méthode va nous permettre de nous rendre compte si l'acier est devenu dur, donc

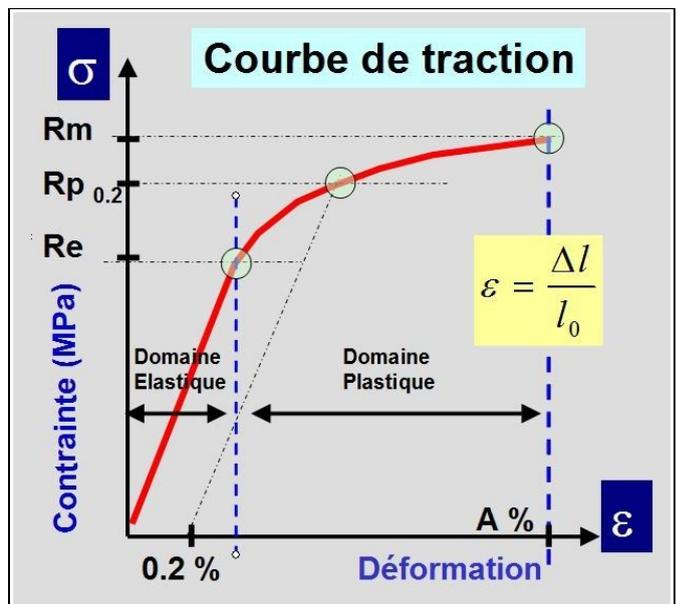
si on lui a bien conféré de la résistance.

➤ Le MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière. Lorsqu'on réalise l'expérience, il faut avoir conscience que l'on analyse uniquement une toute petite partie de l'échantillon. Ainsi, l'analyse effectuée peut ne pas être représentative de la totalité de l'échantillon. Il faut donc interpréter les résultats avec du recul.

➤ Essai de traction

C'est une expérience physique qui permet de caractériser le comportement mécanique statique d'un matériau, qui se traduit par plusieurs paramètres. Par exemple il permet de déterminer la rigidité du matériau, c'est le module d'élasticité, la limite d'élasticité et résistance à la traction. En pratique on soumet des éprouvettes, en prise dans les mors d'une machine d'essai que l'on soumet à une force croissante. La mesure de l'allongement de l'éprouvette permet de tracer la courbe de traction, comme l'illustre l'image ci-contre.



Phase expérimentale

◆ Laminage et découpage

Au début de notre projet nous disposions de deux morceaux de métal 304L d'environ 20cm de long et 4mm d'épaisseur. Nous avons laminé jusqu'au maximum de la capacité de la machine mise à notre disposition qui était de 0,5 mm, ce qui correspond donc à un taux de réduction de 80%. Nous avons laminé de façon progressive et découpé 4 échantillons tous les 0,2mm de façon à pouvoir effectuer plusieurs traitement thermique pour un même pourcentage de réduction par la suite. Vous constaterez que l'intervalle des 0,2mm n'est pas toujours respecté car le laminoir n'est pas très précis. Voilà les échantillons que nous avons obtenus.

Echantillons	Epaisseur (mm)	% de réduction
0	4	0
1	3,59	10,25
2	3,36	16
3	2,86	28,5
4	2,59	35,25
5	2,34	41,5
6	2,03	49,25
7	1,76	56
8	1,5	62,5
9	1,35	66,25
10	1,05	73,75
11	0,85	78,75
12	0,77	80,75

Tableau récapitulatif de l'épaisseur et du pourcentage de réduction des échantillons obtenus

◆ Mesure du magnétisme

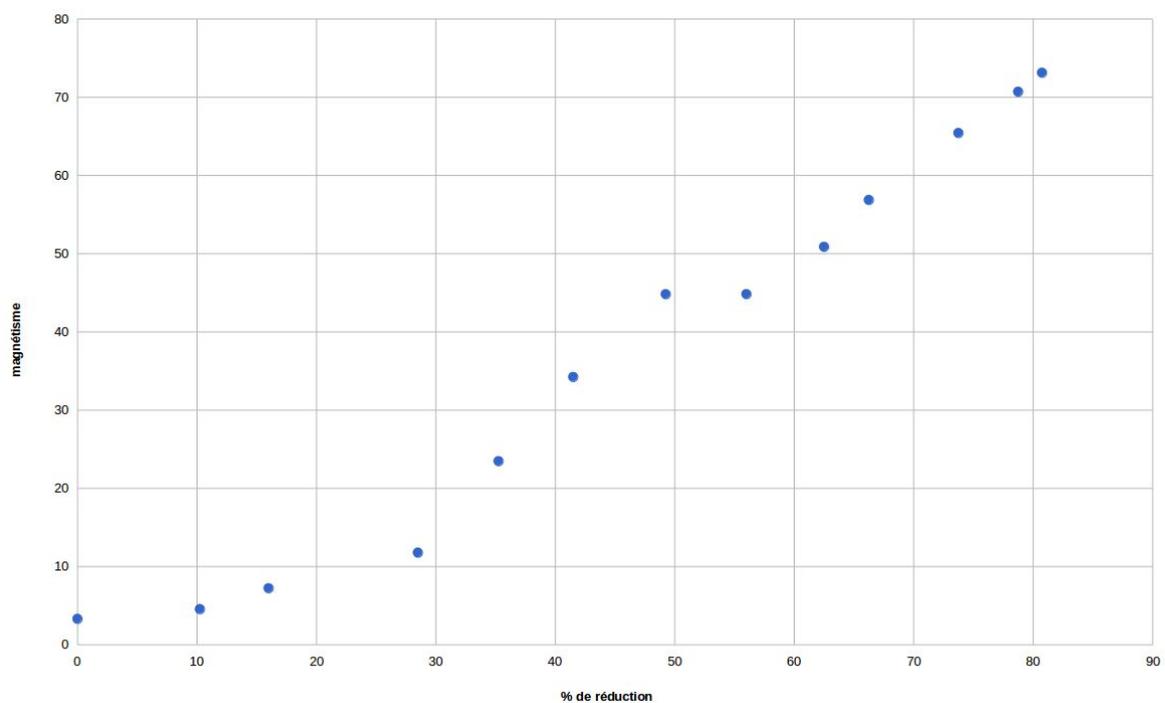
Cette étape est essentielle pour se rendre compte de la quantité d'austénite qui a été transformée en martensite.

Pour être plus précis nous avons réalisé entre 5 et 10 mesures sur un même échantillon et fait la moyenne. Puis, comme l'appareil n'était pas calibré pour le 304L, nous avons multiplié les valeurs par le coefficient de correction 1,5.

Echantillons	Epaisseur (mm)	% de réduction	% de martensite	*1,5
0	4	0	2,2	3,3
1	3,59	10,25	3,03	4,545
2	3,36	16	4,81	7,215
3	2,86	28,5	7,845	11,7675
4	2,59	35,25	15,645	23,4675
5	2,34	41,5	22,82	34,23
6	2,03	49,25	29,875	44,8125
7	1,76	56	29,88	44,82
8	1,5	62,5	33,915	50,8725
9	1,35	66,25	37,905	56,8575
10	1,05	73,75	43,615	65,4225
11	0,85	78,75	47,135	70,7025
12	0,77	80,75	48,75	73,125

Tableau du taux de magnétisme des différents échantillons

On observe que le taux de magnétisme augmente en fonction du taux de réduction. Si l'on trace le graphique on obtient la courbe suivante ;



Remarque pour après les TT : après avoir effectué les traitements thermiques sur nos échantillons (*les explications sont plus bas*), nous avons refait un test magnétique pour vérifier que l'acier s'était bien retransformé en austénite. Nous avons atteint des valeurs très proches de 0% (incertitudes expérimentales, liées à la sensibilité de l'appareil et à nos manipulations). Nous pouvons donc en conclure qu'après traitement thermique, la phase martensitique a complètement disparu ; il ne reste que de l'austénite.

◆ Polissage



Le polissage est souvent utilisé pour améliorer l'apparence d'un objet, prévenir la contamination des instruments, éliminer l'oxydation, créer une surface réfléchissante ou prévenir la corrosion dans les tuyaux. Dans la métallographie et la métallurgie, le polissage est utilisé pour créer une surface plane afin d'examiner la microstructure d'un métal sous un microscope. L'acier inoxydable de polissage peut également augmenter les avantages sanitaires de l'acier inoxydable.

Nous avons donc utilisé la polisseuse qui était à notre disposition. On pose le papier sur la roue, humidifié tout le temps de la manipulation ; l'eau permet de faire adhérer le papier pendant la rotation, mais aussi de retirer les impuretés qui se détachent de l'acier. Le polissage mécanique est généralement réalisé sur une surface relativement plane de l'objet, et permet d'obtenir une surface bien lisse.

Pour l'expérimentation, on a utilisé deux papiers différents avec différentes tailles de grain de polissage. Tout d'abord, on a utilisé un gros grain pour enlever le plus gros des impuretés, et on a fini par un petit grain, afin d'obtenir un morceau d'acier lisse. Le polissage est important pour ne pas fausser la mesure de la dureté du métal et pour l'analyse au microscope. On a poli un échantillon de chaque épaisseur.



Le polissage n'était pas une étape facile, surtout la première fois. Il faut faire attention de ne pas créer différentes phases de polissage (l'échantillon ne serait plus plan dans ce cas, ce qui pourrait affecter les mesures suivantes), ne pas déchirer le papier etc.. Plus l'échantillon est mince, plus c'est délicat. Dans ce cas, on peut utiliser un outil qui nous aide à bloquer le métal et à optimiser et accélérer la procédure du polissage.

◆ Dureté

Afin de déterminer la dureté de notre métal, nous utilisons un duromètre, et procédons de la manière suivante : l'échantillon à analyser est placé sous un microscope, et est éclairé. On ajuste la hauteur du plateau sur lequel est disposé l'échantillon, afin d'obtenir une image nette à l'écran. Le poinçon pyramidale en diamant est ensuite lâché sur la surface à analyser. On laisse le poinçon reposer sur l'échantillon quelques secondes, puis on le relève. On peut ensuite observer un carré noir à l'écran, qui correspond à la trace laissée par le poinçon . On relève ainsi les longueurs des diagonales de ce carré. Cette opération est répétée 5 fois en différents points de l'échantillon, étant donné que le test de dureté est une mesure très locale, et que la dureté n'est pas toujours uniforme sur l'ensemble de la surface du métal.

On peut ainsi déterminer la dureté de Vickers, notée H_v (Vickers Hardness Test en anglais), par la formule suivante, qui revient à diviser la force par la surface :

$$H_v = \frac{2F \times \sin(136/2)}{g \times d^2} = \frac{2m \times \sin(136/2)}{d^2}$$

avec H_v en kg/mm^2 ,

m en kg Ici, le poinçon exerce une force équivalente à 30kg, donc $m = 30 \text{ kg}$.

d en mm .

Ainsi, si on regarde les résultats pour l'échantillon 0 (non laminé), on observe que les résultats sont différents selon l'endroit où la mesure a été effectuée, d'où l'importance de réaliser au moins 5 tests de dureté, et d'en faire la moyenne.

Echantillon	Longueur diagonales d (mm)		Hv (kg/mm ²)
0	0,6	0,6	154,53
	0,55	0,55	183,9
	0,6	0,59	157,14
	0,47	0,50	235,5
	0,58	0,58	165,37
Dureté Vickers			183,02

Exemple de mesures de la dureté de l'échantillon 0

L'ensemble des mesures de dureté de l'ensemble de nos échantillons, à différents niveaux de laminage, sont synthétisés dans le tableau suivant :

Echantillon	Dureté (kg/mm ²)	Echantillon	Dureté (kg/mm ²)
0	183,02	7	408,96
1	236,74	8	448,93
2	278,49	9	451,59
3	337,52	10	454,13
4	360,3	11	464,74
5	393,62	12	450,28
6	399,99		

Tableau récapitulant la dureté des échantillons à différents niveaux de laminage

On remarque donc que plus l'échantillon analysé a subi un laminage important, plus la valeur de la mesure de la dureté est élevée, ce qui signifie que plus un métal est laminé, plus il est résistant, du moins, plus résistant aux forces de compression.

◆ Traitement thermique

Nous avons donc effectué des traitements thermiques. Comme expliqué précédemment, lors d'un traitement thermique, on peut jouer sur trois paramètres : la température, la durée et le milieu.

Dans un premier temps nous n'avons modifié que la température afin de voir comment le taux de réduction de martensite évoluait. Nous avons donc utilisé des fours afin de modifier la température. Il suffisait de régler la température consigne qu'on souhaitait, puis une fois les fours à température, on plaçait les échantillons sur des pierres que l'on enfournait ensuite à l'aide de gants et d'une pince. Une fois le temps imparti dépassé, on plongeait les échantillons dans l'eau froide pour les refroidir.



Nous avons alors placé nos échantillons préalablement laminés dans des fours allant de 700°C à 900°C pour une durée de 2 min.

Voici les résultats obtenus:

Echantillon	Epaisseur (mm)	% de réduction	% de Fer CC (moyenne)	%*1.5	Température (°C)	Température (K)	Temps	% de Fer CC après traitement	Variation
6	2,03	49,25	29,875	44,8125	700	973	2min	29,34	0,017907 94979
7	1,76	56	29,88	44,82	750	1023	2min	30,78	-0,03012 048193
8	1,5	62,5	33,915	50,8725	800	1073	2min	33,82	0,002801 120448
9	1,35	66,25	37,905	56,8575	840	1113	2min	26,06	0,312491 7557
10	1,05	73,75	43,615	65,4225	900	1173	2min	0,486	0,988857 0446

Nous avons alors remarqué qu'à 840°C une conversion de la martensite en austénite était déjà visible et qu'à 900°C quasiment toute la martensite avait été convertie. Cependant en dessous de 840°C, le pourcentage n'avait pas bougé, nous en avons conclu que soit la température était trop faible pour obtenir le changement souhaité, soit le temps passé dans le four n'était pas suffisant. C'est pourquoi nous avons effectué un second traitement thermique sur d'autres échantillons mais en augmentant cette fois-ci le temps à 5 minutes. Nous avons alors observé les valeurs suivantes :

Echantillon	Epaisseur (mm)	% de réduction	% de Fer CC (moyenne)	*1.5	Température (°C)	Température (K)	Temps	% de fer CC après traitement	Variation
8	2,59	35,25	33,915	50,8725	600	873	5min	33,96	-0,001326 846528
9	2,34	41,5	37,905	56,8575	650	923	5min	38,42	-0,013586 59807
6	2,03	49,25	29,875	44,8125	700	973	5min	24,22	0,1892887 029
7	1,76	56	29,88	44,82	750	1023	5min	9,18	0,6927710 843
8	1,5	62,5	33,915	50,8725	800	1073	5min	6,46	0,8095238 095

Cette fois-ci des changements étaient visibles dès 700°C, prouvant que la température jouait bien un rôle sur la re-transformation de martensite en austénite. Cependant pour 600 et 650°C la variation n'était pas visible, c'est pourquoi nous avons choisi pour le traitement suivant d'augmenter la durée à 10min pour ces deux températures, afin de savoir si une transformation était tout de même possible à une température inférieure à 700°C. Par ailleurs nous avons voulu voir si pour les températures plus élevées, 800 et 850°C, les taux de conversion (qui étaient déjà élevés au premier traitement) pouvait encore augmenter ; nous les avons donc cette fois-ci, laissés 5min 30. Les résultats sont les suivants :

Echantillon	Epaisseur (mm)	% de réduction	% de Fer CC (moyenne)	*1.5	Température (°C)	Température (K)	Temps (min)	% de fer CC après traitement	Variation
9	1,35	66,25	37,905	56,8575	600	873	10	22,52	0,6600754717
10	1,05	73,75	43,615	65,4225	650	923	10	17,56	0,7618983051
11	0,85	78,75	47,135	70,7025	850	1123	5'30	0,796	0,9898920635
12	0,77	80,75	48,75	73,125	900	1173	5'30	0,532	0,9934117647

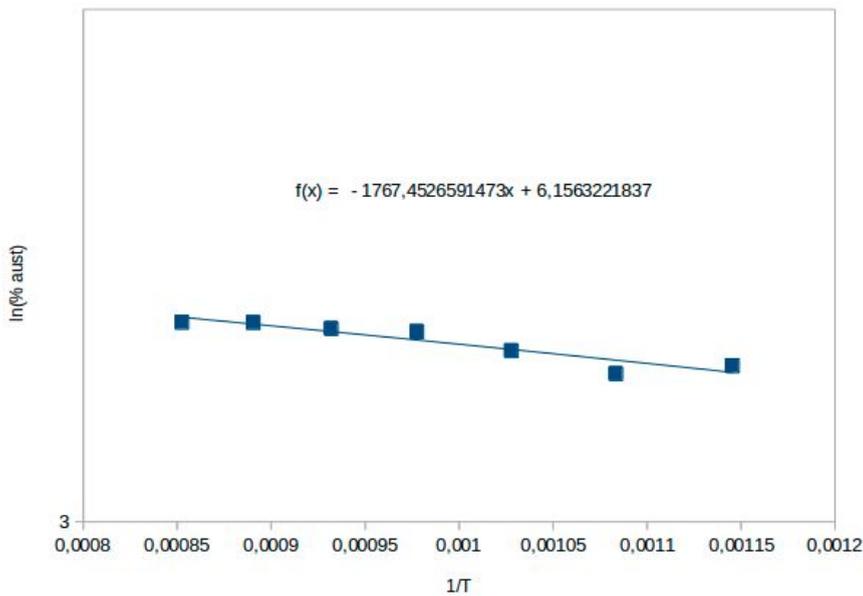
On a alors constaté que la martensite pouvait bien se transformer en austénite à 600°C, si on la laissait suffisamment longtemps. De plus nous avons aussi remarqué que pour le traitement à 900°C, le taux de conversion ne variait pratiquement pas en fonction du temps.

Nous avons ensuite cherché à calculer l'énergie d'activation. Pour ce faire nous avons calculé le pourcentage de réduction d'austénite pour tracer la courbe de ce pourcentage en fonction de 1/T.

Echantillon	Epaisseur (mm)	% de Fer CC	% de austénite	Température (K)	% Fer CC après 5min	% austénite après 5min	Réduction austénite	1/T	ln (%austénite)
4	2,59	15,645	84,355	873	33,96	66,04	0,2171181317	0,001145475372	4,190260619
5	2,34	22,82	77,18	923	38,42	61,58	0,2021249028	0,001083423619	4,120337142
6	2,03	29,875	70,125	973	24,22	75,78	-0,08064171123	0,001027749229	4,327834406

7	1,76	29,88	70,12	1023	9,18	90,82	-0,295208 2145	0,000977 5171065	4,508879526
8	1,5	33,915	66,085	1073	6,46	93,54	-0,415449 7995	0,000931 9664492	4,538389152
11	0,85	47,135	52,865	1123	0,796	99,204	-0,876553 4853	0,000890 4719501	4,597178336
12	0,77	48,75	51,25	1173	0,532	99,468	-0,940839 0244	0,000852 514919	4,599835984

Courbe d'énergie d'activation



Ainsi sachant que $\ln(\% \text{ aust}) = \ln(A) - Q/RT$, on a pu retrouver la valeur de l'énergie d'activation, qui dans notre cas valait 14,695kJ. Cela prouve bien qu'il s'agit d'une réaction thermoréactive.

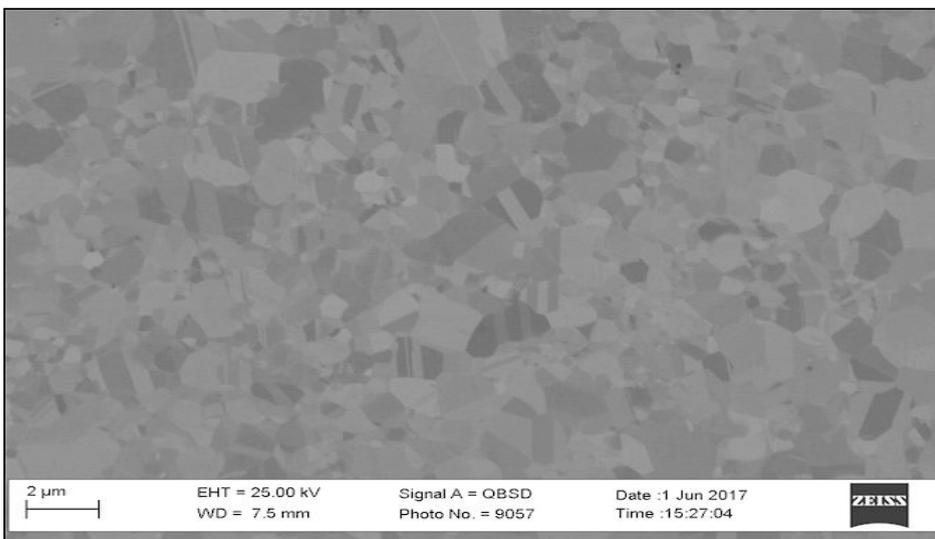
◆ Microscope Électronique à Balayage (MEB)

Comme dit précédemment, le MEB est un microscope très élaboré, qui permet d'observer des échantillons jusqu'à l'échelle du nanomètre. Nous avons donc été observé l'un de nos échantillons de métal, le numéro 11, d'épaisseur 0.85 mm, et ayant subi un traitement thermique de 5 min 30 sec à 850°C, au Groupe de Physique des Matériaux (GPM) situé à l'université.

Avant de commencer l'observation au microscope, il est nécessaire que le matériau soit poli, afin que la qualité de l'analyse soit optimale. Dans cette même idée, le morceau de 304L doit être manipulé avec des gants, car les impuretés laissées par le toucher pourrait fausser l'analyse. L'échantillon est ensuite placé dans le microscope via un sas d'entrée, afin

d'éviter l'entrée d'impuretés, puis le vide est créé. On déplace ensuite le plateau du microscope par informatique, afin de placer l'échantillon sous le faisceau. On applique progressivement une différence de potentiel de plus en plus importante, atteignant au final 20kV, et permettant le bombardement d'électrons sur la pièce. Ensuite, comme avec tout microscope, on réalise la mise au point. Pour cela, on peut modifier la vitesse de balayage du MEB. Une vitesse de balayage élevée permet de voir les modifications apportées par la mise au point quasi instantanément, mais la résolution sera faible, alors qu'avec une faible vitesse de balayage, la résolution sera plus élevée. Il faut donc trouver un compromis lorsque l'on effectue la mise au point. On peut également sélectionner une petite zone de l'écran, présentant un léger défaut, afin de réaliser une meilleure mise au point. Une fois la mise au point faite, on diminue la vitesse de balayage afin d'avoir une vue optimale (le balayage dure alors environ 1 minute).

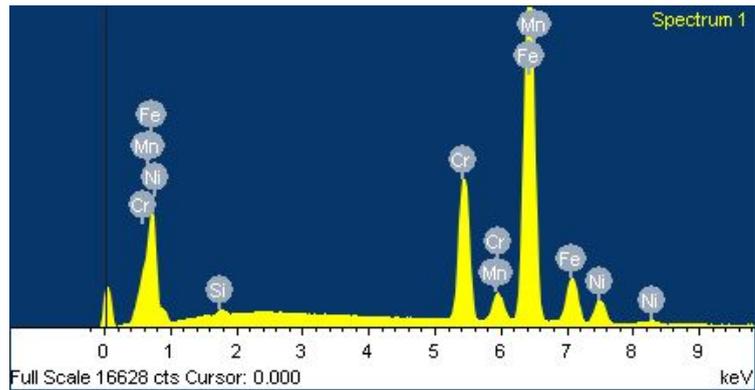
Ainsi, voici une photo de l'observation au MEB. Les différents tons de gris proviennent de l'inclinaison propre à chaque grain d'austénite ; il y a donc que de l'austénite, ce qui coïncide avec le résultat des mesures de magnétisme faites avant l'observation, qui nous donnait 0% de martensite. D'autre part, on peut voir qu'il y a plusieurs types de grains ; des gros et des petits. Par conséquent, nous obtenons bien l'acier aux propriétés espérées ; la martensite, créée pendant le laminage, a bien donné naissance à des petits grains pendant le traitement thermique, apportant résistance, et l'austénite déformée pendant le laminage a recristallisé sous la forme de gros grains, apportant ici ductilité.



Observation au MEB d'un échantillon de 304L après traitement thermique de 5min à 850°C

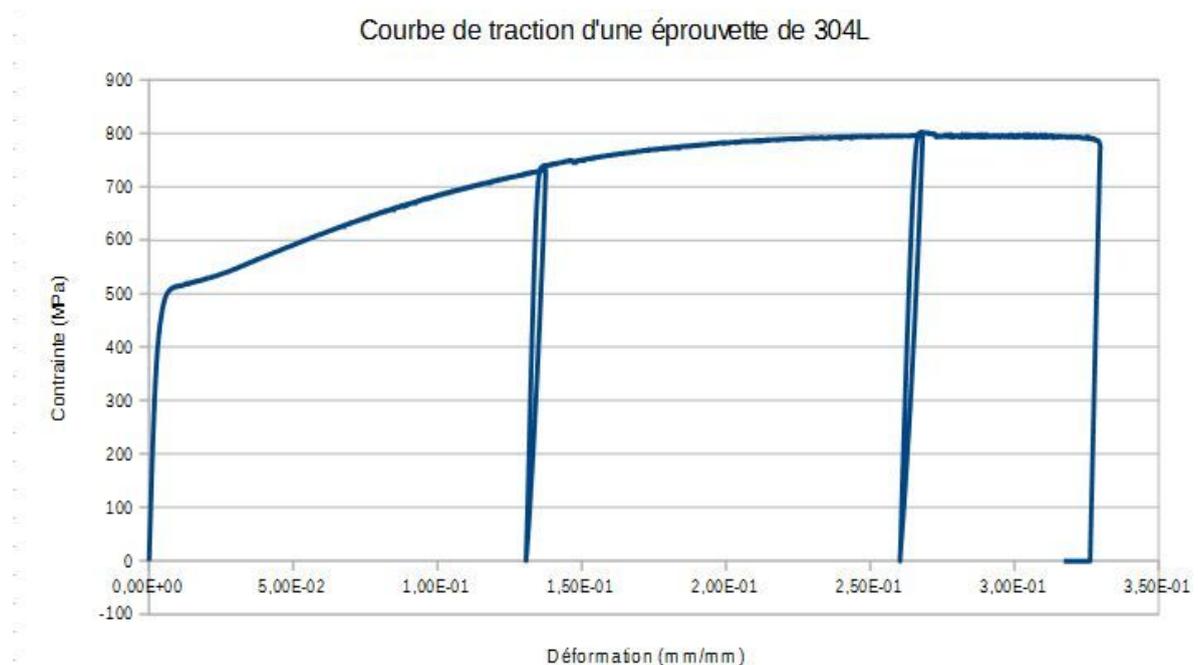
Par la suite, nous avons pu réaliser un spectre de notre échantillon, afin de déterminer les éléments qui le composent :

Element	Weight%
Mg K	0.10 0.23
Si K	0.46 0.91
S K	-0.01 -0.02
Ca K	0.04 0.06
Cr K	18.77 19.86
Mn K	1.87 1.87
Fe K	70.29 69.26
Ni K	7.86 7.37
Cu K	0.35 0.31
Zn K	-0.02 -0.02
Mo L	0.35 0.20
Sn L	0.00 0.00
Ba L	-0.07 -0.03
Totals	100.00



On remarque donc, sans grande surprise, que notre métal est composé en grande majorité de fer. A cela s'ajoute d'autres éléments tels que le chrome, le nickel. A noter que certains éléments ont un pourcentage négatif ; cela est dû au fait qu'ils sont en très faible quantité.

◆ Essai de traction après laminage et traitement thermique



Nous avons effectué un essai de traction sur une éprouvette de 304L qui a été laminé avant de subir un traitement thermique à 850°C pendant 4min, de façon à améliorer sa ductilité. Ci-dessus, la courbe de traction qui va nous permettre de récupérer ses propriétés mécaniques.

Pour des raisons techniques, nous avons réalisé l'essai de traction en trois fois car le matériel ne permettait pas de mesurer un allongement supérieur à 1,1mm. C'est pour cela que l'on observe deux chutes de la contrainte avant que l'éprouvette casse réellement mais cela n'influence pas plus l'allure de la courbe. On peut donc en déduire que la limite d'élasticité se trouve aux alentours de 520 MPa et la limite de plasticité est proche de 800 MPa.

Pour conclure sur l'effet du laminage et du traitement thermique il aurait fallu effectuer le même essai de traction sur une éprouvette non traitée pour pouvoir comparer mais nous n'en avons pas eu le temps.

Conclusion

Au terme de nos manipulations, nous obtenons un acier dont la microstructure est composée de gros et de petits grains (*Cf capture de l'observation au MEB*). Ainsi, l'objectif du projet est atteint ; nous sommes parvenus à remodeler notre acier, de façon à le rendre à la fois ductile et résistant. Bien que le projet se soit très bien passé, il nous est arrivé de rencontrer quelques difficultés techniques. Effectivement, nous avons eu besoin d'un petit temps d'adaptation à l'utilisation du laminoir et de la polisseuse. En effet, notre lame de 304L sortait souvent tordue de la machine, ce qui ne facilitait pas les manipulations ultérieures, et plusieurs papiers à polir ont fini déchiré...

Concernant le travail d'équipe, nous nous sommes organisés de façon à ce que tout le monde puisse essayer chacune des méthodes au moins une fois, tout en se séparant les tâches de manière à être efficace. Ainsi, tout le monde avait toujours quelque chose à faire et a pu participer pleinement au projet. La bonne cohésion qu'il y avait au sein du groupe, nous a permis d'avancer dans des conditions favorables au travail. Par ailleurs, ce projet nous a permis d'appréhender ce qu'était le travail de recherche, ce qui est important à savoir lorsqu'on s'engage dans des études d'ingénieur. Nous nous sommes rendus compte que le travail ne rimait pas toujours avec résultat, bien que de manière générale, toutes nos expériences se soient bien passées. Nous sommes donc ravis d'avoir pu participer à ce projet très intéressant, et nous en ressortons avec le goût de la recherche.

Il existe de nombreuses autres techniques que nous n'avons pas essayé. Peut-être que si l'on continuait à travailler sur ce projet, nous pourrions approfondir notre travail, confirmer les résultats que nous avons obtenu ou bien même en obtenir de meilleurs, en utilisant des techniques différentes de celles que nous avons employées jusqu'ici. De même, s'il est possible de combiner deux propriétés mécaniques différentes à un même acier inoxydable, pourquoi pas à terme, tenter d'en combiner davantage ?

Annexes

(Fiche produit jointe au dossier...)

Bibliographie

- ◇ **“Caractérisation de la dépendance à la taille de grains du comportement mécanique de l’acier 316L”** - Rapport de projet de fin d’étude, par NGUYEN Thi Thuy Nga -
Tuteurs du projet : Clément Keller et Baptiste Flipon.

- ◇ **“Acier inox 304 – 304L – 316 – 316L utilisés dans les luminaires”** - Indigo SA / NV
<http://docs.indigo-group.be/catalogs/cat01/INOX%20304-316-FT-FINAL.pdf>

- ◇ **“Au coeur des milieux cristallins”**
<http://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM6uc1-1.html>

- ◇ **“La dureté”**
http://www.utc.fr/~tthomass/Themes/Unites/unites/infos/durete/La_durete.pdf