

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique**  
**Université Mouloud Mammeri de TIZI OUZOU**  
**Faculté de génie de la construction**  
**Département de géniemécanique**



**Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention de diplôme de master  
académique en génie mécanique option science des matériaux**

## **Thème**

***Etude et caractérisation d'un acier  
XC38 obtenu par un processus de  
calorisation***

**Dirigé par : M<sup>me</sup> MENDIL Sabrina**

**Réalisé par : M<sup>me</sup> GRAICHE Kahina ep GADI**

**Mr AMIROUCHE Saifi**

**Devant le jury composé de :**

**Mr ZAZI Nacer**

**professeur ummto**

**Président de jury**

**Mme MOHELBI Fadhila**

**MAA ummto**

**Examinatrice**

**Promotion : 2017/2018**

# REMERCIEMENT

Je remercie en premier lieu le Bon Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail.

« Aucun travail ne s'accomplit dans la solitude »

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux membres de ma famille, grâce à leur aide, mon travail est terminé.

Je remercie profondément ma promotrice madame **MENDIL sabrina Maître de Conférences classe B** à l'université mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Je remercie les membres du jury qui me font l'honneur d'examiner et de critiquer ce travail.

Je tiens à remercier également les membres du laboratoire de Génie Mécanique UMMTO (sciences des matériaux) pour leurs services et patience ainsi que pour leurs gentilleses.

Je suis également reconnaissant aux personnels de la bibliothèque de Génie Mécanique pour leur aide.

Je remercie énormément tous mes enseignants.

Mes remerciements vont également à tous ceux et celles de, près ou de loin, m'ont porté aide et encouragements.

# *Dédicace*

*Je dédie ce travail à :*

- Mes chers parents, mes deux frères et ma sœur*
- Ma famille Graichre*
- Mon mari ferhaGADI*
- Mes enfants MALAK ET AMIR*
- Tous mes amis*

## Tables des figures

**Figure. I.1.** Variation de la structure cristalline du fer en fonction de la température .

**Figure I.2.** Diagramme d'équilibre fer-carbone

**Figure. I.3.** Schématisation, selon Kofstad, de la réaction Métal-oxygène

**Figure. I.4.** Mécanisme de croissance externe par diffusion des lacunes cationiques

**Figure. I.5.** Mécanisme de croissance interne par diffusion des lacunes cationiques

**Figure(II.1)** : maille élémentaire

**Figure. I.3.** Morphologie de la couche intermétallique

**Figure. III.2.** Représentation schématique des divers effets d'une attaque chimique

Sur une surface métallique.

**Figure. III.3.** Microscope Optique.

**Figure III.3:** Principaux constituants d'un microscope électronique à balayage (MEB)

**Figure.III.2** : Schématisation des interactions possibles d'un électron incident avec un atome

**Figure. III.3.** Diffractomètre utilisé (Bruker D8)

**Figure. IV.1.** Micrographies optiques de l'acier XC38 avec grossissement 100X et 200X

**Figure. IV.3.** Micrographies des aciers XC38 calorisés à 700°C, (a) 30min (b) 60min et (c) 90min

**Figure. IV.4.** Micrographies des aciers XC38 calorisés à 700°C, (d) 30min (d) 60min et (f) 90min, montrant la méthode de mesure de l'épaisseur de la couche intermétallique avec la

**Figure. IV.5.** Graphe montrant l'épaisseur de la couche intermétallique en fonction du temps de calorisation

**Figure. IV.6.** Micrographies électronique en mode électrons rétrodiffusés de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min.

**Figure. IV.7.** Micrographie électronique en mode électrons rétrodiffusés de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min à l'interface couche intermétallique/acier

**Figure. IV.8.** Micrographie électronique en mode électrons rétrodiffusés de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min à l'interface couche intermétallique/couche d'aluminium.

**Figure. IV.9.** Diffractogramme de la surface de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min.

**Tableau. I.1.** Caractéristiques du fer

**Tableau II.1 :** Principales propriétés de l'aluminium

**Tableau III.1 :** compositions chimique de l'acier XC38

**Tableau. IV.1.** Epaisseur de la couche intermétallique en fonction du temps de calorisation

# Sommaire

---

<b>Introduction Général</b> .....	<b>1</b>
<b>I. Généralités sur les aciers</b>	
<b>I.1.Introduction</b> .....	<b>3</b>
<b>I.2.Variétés allotropiques du fer</b> .....	<b>4</b>
<b>I.3. Diagramme d'équilibre Fer- Carbone (Fe-C)</b> .....	<b>5</b>
<b>I.3.1. Constituants du diagramme Fer-Carbone</b> .....	<b>6</b>
<b>I.4. Les différentes caractéristiques mécaniques et propriétés d'emploi de l'acier</b> .....	<b>6</b>
<b>I.5. Résistance à l'oxydation des aciers à haute température</b> .....	<b>7</b>
<b>I.5.1. Principe</b> .....	<b>9</b>
<b>I.5.2. Mécanismes d'oxydation</b> .....	<b>12</b>
<b>I.6. Les aciers inoxydables</b> .....	<b>13</b>
<b>I.6.1.Types d'acier inoxydable</b> .....	<b>13</b>
<b>II. Procédé de calorisation</b>	
<b>II.1. Introduction</b> .....	<b>14</b>
<b>II.2.Généralité sur l'aluminium</b> .....	<b>14</b>
<b>II.2.1.les caractéristique de l'aluminium du bain a pureté de 99,5%</b> .....	<b>14</b>
<b>II.2.1.1. L'aluminium et ses alliages</b> .....	<b>14</b>
<b>II.2.1.2 .les propriétés de l'aluminium</b> .....	<b>16</b>
<b>II.2.2.propriété de l'aluminium physique et mécanique</b> .....	<b>17</b>
<b>II.2.2.1.la Résistance mécanique</b> .....	<b>17</b>

## Sommaire

---

<b>II.2.2.2. La Résistance à la corrosion</b> .....	<b>18</b>
<b>II.3. Les différents types des revêtements protecteurs contre l'oxydation</b> .....	<b>18</b>
<b>II.4. Revêtements d'aluminium ou calorisation</b> .....	<b>18</b>
<b>II.4.1. définition de calorisation</b> .....	<b>18</b>
<b>II.4.2. Méthodes de calorisation</b> .....	<b>18</b>
<b>II.4.2.1. Calorisation en caisse ou calorisation à l'état gazeux</b> .....	<b>18</b>
<b>II.4.2.2. Calorisation en phase liquide</b> .....	<b>18</b>
<b>II.5. Constituants du bain de calorisation</b> .....	<b>19</b>
<b>II.6. Mécanisme de calorisation</b> .....	<b>19</b>
<b>II.7. Morphologie de la couche intermétallique</b> .....	<b>19</b>
<b>III. Matières Premières et Techniques Expérimentales</b>	
<b>III.1. Introduction</b> .....	<b>20</b>
<b>III.2. Matériaux d'étude</b> .....	<b>20</b>
<b>III.2.1. Composition chimique de l'acier XC38</b> .....	<b>20</b>
<b>III.3. Procédure expérimentale</b> .....	<b>20</b>
<b>III.3.1. Préparation des échantillons a calories de l'acier XC38</b> .....	<b>20</b>
<b>III.3.2. Préparation de la surface des échantillons</b> .....	<b>21</b>
<b>III.3.1.3. Préparation des bains de calorisation à l'aluminium pur</b> .....	<b>21</b>
<b>III.3.1.4. Immersion des échantillons d'acierXC38 dans les bains de calorisation</b> .....	<b>22</b>
<b>III.3.1.5. Récupération des échantillons calorisés</b> .....	<b>22</b>

## Sommaire

---

. III.3.1.6. Polissage mécanique .....	22
III.3.1.7. Polissage de finition .....	22
III.3.1.8. Attaque chimique.....	22
III.5. Techniques de caractérisation .....	23
III.5.1. Microscopie optique .....	23
III.5.2. Principe du Microscope Optique .....	24
III.5.2. Microscope Electronique à Balayage (MEB) .....	24
III.5.2.1. Définition .....	25
III.5.2.2. Principe de fonctionnement de Microscope Electronique à Balayage (MEB) .....	25
III.5.2.3. Interaction électron – matière .....	26
III.5.2.4. Imagerie par électrons secondaire.....	26
III.5.2.4.1. Principe .....	27
III.5.2.5. Imagerie par électrons rétrodiffusés .....	27
III.5.2.5.1. Principe .....	28
III.5.3. Diffraction de rayons X (DRX).....	28
III.5.3.1. Principe de fonctionnement .....	28
<b>Chapitre IV. Résultats et discussions</b>	
IV.1. Introduction .....	29
IV.2. Micrographies optiques de l'acier de base XC38 .....	29
IV.4. Epaisseur de la couche intermétallique de l'acier XC38 calorisés à l'aluminium pur à 700°C .....	30

## Sommaire

---

<b>IV.5. Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) de l'acier XC38 <i>calorisés à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min</i></b> .....	<b>31</b>
<b>IV.5.1.1. Analyse de la couche intermétallique</b> .....	<b>35</b>
<b>IV.5.3. Analyse de la couche d'aluminium</b> .....	<b>37</b>
<b>IV.6. Analyse par diffraction de rayons X (DRX) de l'acier <i>calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min</i></b> .....	<b>38</b>
<b>Conclusion General</b> .....	<b>39</b>

# Introduction Générale

La corrosion est la destruction du métal, à partir de sa surface, par une réaction d'oxydation chimique ou électrochimique, qui produit, pour les métaux, un état de stabilité maximale. C'est cette notion de stabilité qui conduit le métal à passer à l'état d'oxyde [1].

De ce fait, Le problème de la corrosion a pris de nos jours une importance considérable, étant donnée l'utilisation permanente des métaux et alliages dans la vie moderne. L'acier a pris une place considérable dans le monde de l'industrie notamment l'industrie métallurgique et cela malgré le développement spectaculaire des matériaux nouveaux. Malheureusement, son domaine d'utilisation est très limité aux températures élevées et aux atmosphères corrosives qui sont de plus en plus importants.

Pour remédier à ce problème majeur, une des solutions réside dans un traitement de surface adéquat. On crée donc une barrière à l'oxydation. Ainsi les traitements de surface sont devenus une véritable industrie. Parmi les traitements et les revêtements de surface, servant à la fois à la protection contre la corrosion et comme finition industrielle, les revêtements par immersion dans un bain de métal fondu [1].

La calorisation est un traitement thermo-chimique qui consiste à saturer la surface d'un acier en aluminium. Ce dernier est choisi grâce à sa grande affinité pour l'oxygène qui se traduit par la formation d'une couche d'oxyde ( $Al_2O_3$ ) très dure, imperméable et réfractaire et qui préserve le métal de l'oxydation et de la corrosion notamment dans les milieux agressifs.

Le plus souvent, la calorisation s'effectue dans des mélanges de poudres. Les pièces sont enfermées dans une caisse remplie de ciment composé d'aluminium (25 à 50%) ou de ferroaluminium (50 à 75%) en poudre, d'alumine (25 à 75%) et de chlorure d'ammoniac (~1%). La calorisation s'opère à 900 ou 1050°C pendant 3 à 12 h.

Une autre méthode est aussi utilisée, elle consiste à immerger les aciers dans un bain d'aluminium en fusion. L'opération s'effectue à 700 ou 800°C pendant 45 à 90 mn. Cette

immersion s'accompagne généralement de la dissolution du fer dans l'aluminium et la formations de différentes combinaisons intermétalliques FeAl [2]. Elle permet dans ce cas d'atteindre des épaisseurs de revêtements importantes.

Notre mémoire est subdivisé en quatre chapitres essentiels :

Le premier chapitre qui concerne des généralités sur les aciers, on décrit dans ce cas la les différentes nuances d'aciers suivi des types de corrosion et d'oxydation qui engendre lé dégradation de ces aciers.

Le deuxième chapitre est consacré pour les différents types de protection des aciers qui sont les revêtements métalliques à savoir les procédés de calorisation.

Le troisième chapitre comporte les matériaux d'études et les différentes techniques expérimentales.

Dans le quatrième qui est le dernier chapitre, on étale les résultats expérimentaux et leur interprétation.

Notre mémoire se termine par une conclusion générale.

# Chapitre I. Généralités

## sur les aciers

### I.1. Introduction

Les alliages à base de fer, à de rares exceptions près, contiennent tous du carbone comme élément d'alliage et en proportions diverses. Ainsi, les aciers titrent moins de **2%** de carbone ; les fontes, au contraire, contiennent plus de 2% de carbone. Dans ces deux cas peuvent être ajoutés d'autres éléments d'alliage en quantités très diverses, sous réserve que l'élément fer reste le plus important. Cette limite de 2% correspond pratiquement à l'extrémité du palier eutectique  $\gamma$ -Fe<sub>3</sub>C du diagramme fer-carbone (**figure I.2**). Ainsi, tout au moins à l'équilibre, les aciers se solidifient sans apparition d'eutectique c'est-à-dire en l'absence de carbures Fe<sub>3</sub>C primaires. Inversement les fontes contiennent toujours de tels carbures formés à haute température.

De même dans les aciers, les carbures pourront toujours être dissouts dans le domaine  $\gamma$  monophasé, à l'inverse des fontes.

Dans un souci de clarté destiné à faciliter le choix des utilisateurs, les différentes familles d'aciers ont été classées en fonction de deux critères, l'un de composition et l'autre de niveau de qualité.

Selon la composition chimique des aciers, on peut distinguer:

- 1- Les aciers non alliés** : c'est des aciers qui ne contiennent aucun élément d'addition... $\leq 1$  % d'alliage.
- 2- Les aciers faiblement alliés** : c'est des aciers qui contiennent moins de 5% d'élément d'addition (<5 %)
- 3- Les aciers fortement alliés** : c'est des aciers qui contiennent plus de 5% en élément d'addition (>5 %). Selon le niveau de précision et de sévérité, on distingue les aciers **de qualité** ou **spéciaux**, on peut citer :

**3.1. Les aciers de construction** : utilisés en particulier en construction mécanique, pour la réalisation de machines ou de mécanismes très variés ; ils peuvent être alliés ou non alliés ; à cette famille ont été associés les aciers pour appareils à pression .

**3.2. Les aciers à outils :** choisis pour la fabrication de tous les outillages : usinage, mise en forme... ; ils sont non alliés ou alliés ;

**3.3. Les aciers inoxydables :** résistant à la corrosion et toujours très alliés ; à cette famille ont été associés les aciers réfractaires.

## I.2. Variétés allotropiques du fer :

Le fer (Fe) est un élément très répandu dans la nature. Il représente 17% du poids de notre planète. On ne le trouve quasiment jamais à l'état natif (Fer pur), il est combiné à l'oxygène sous forme d'oxydes anhydres ou hydratés. C'est un métal blanc d'argent représentant les caractéristiques suivantes :

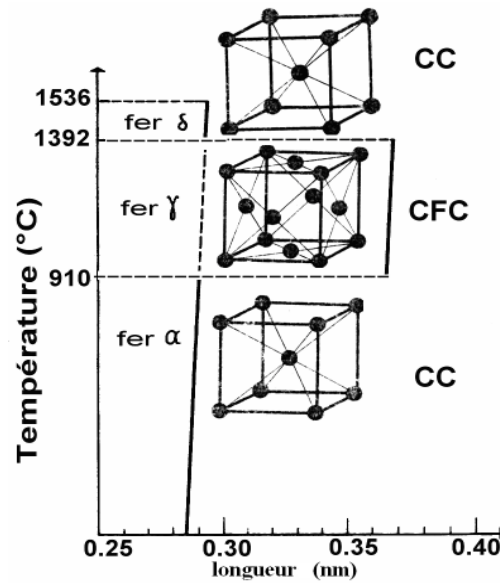
**Tableau. I.1.** Caractéristiques du fer

Nombre atomique	Masse atomique (g/mol)	Rayon atomique (Å)	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Température de fusion (°C)
26	55.85	1.27 (dans le réseau CFC)	7,8	1539

Le fer existe sous deux formes cristallines : le fer  $\alpha$  (ferrite) et le fer  $\gamma$  (austénite). Le fer  $\alpha$  a un réseau cubique centré. Il existe aux températures inférieures à 910°C et supérieures à 1392°C.

Dans l'intervalle de températures comprises entre 1392°C et 1539°C se trouve le fer  $\gamma$  avec un réseau cristallin cubique à faces centrées.

Ces changements de forme successifs en fonction de la température constituent les transformations allotropiques du fer [2].



**Figure. I.1.** Variation de la structure cristalline du fer en fonction de la température

### I.3. Diagramme d'équilibre Fer- Carbone (Fe-C):

Le diagramme présente le système binaire Fer-Carbone, il est nécessaire à l'étudier car il sert de référence pour tous les alliages ferreux. Le système peut subir deux types d'évolution selon que la phase est riche en carbone qui se forme est la cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) ou le graphite (Cgr) :

- ✚ Si la phase riche en carbone formée est le carbure de fer ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ), l'évolution du système est décrite dans les conditions d'équilibre par le diagramme métastable ou à cémentite (trait plein).
- ✚ Si la phase riche en carbone formée est le graphite (Cgr), l'évolution du système est décrite dans les conditions d'équilibre par le diagramme stable ou à graphite (trait pointillé).

Ces deux types d'évolution n'interviennent jamais simultanément [2].

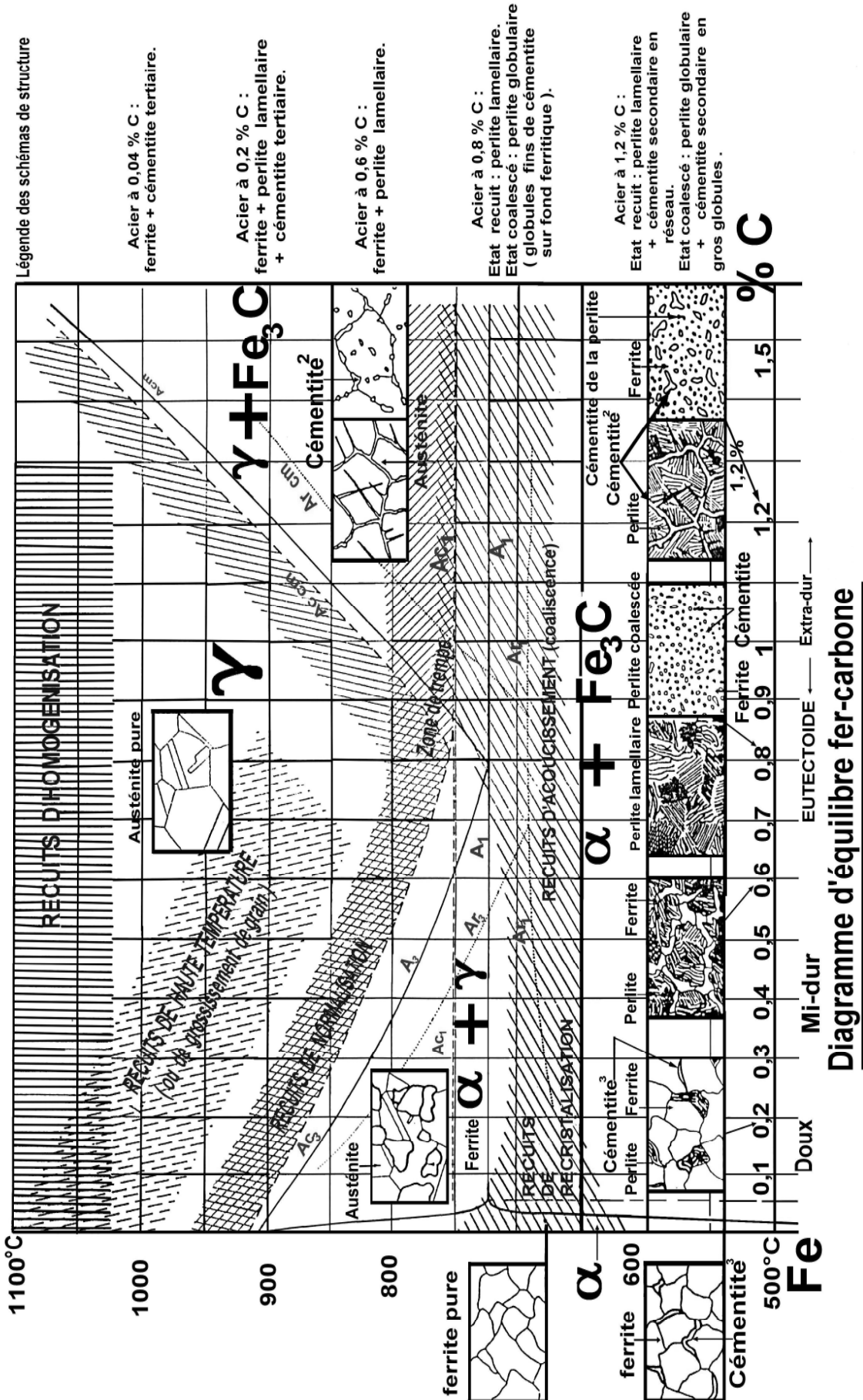


Figure ( I.2). Diagramme d'équilibre fer-carbone

### I.3.1. Constituants du diagramme Fer-Carbone :

- ✓ **Le carbone :** C'est un élément polymorphe. Dans les conditions ordinaires, il se trouve sous la forme d'une variété de graphite, mais il peut exister également sous la forme d'une variété métastable de diamant. Le carbone est soluble dans le fer à l'état liquide et solide, mais peut aussi former une combinaison chimique, la cémentite  $Fe_3C$ .
- ✓ **La ferrite :** C'est une solution solide d'insertion du carbone dans le fer  $\alpha$ , c'est à dire la ferrite est constituée par du fer  $\alpha$  renfermant des traces de carbone (faible teneur en carbone, inférieure à 0,02 %), ainsi que d'autres inclusions. On distingue la ferrite  $\alpha$  à basse température et à solubilité du carbone allant jusqu'à 0,02 % et la ferrite  $\delta$  à haute température et à solubilité limite en carbone allant jusqu'à 0,1 %.

La ferrite est peu tendre et très ductile ( $HV = 90$ ,  $R_m = 300 \text{ N/mm}^2$ ,  $K = 300 \text{ J/cm}^2$ ), Elle est magnétique à la température ordinaire, au microscope la ferrite a l'aspect de grains homogènes polyédriques. Elle possède un réseau cubique centré et elle est ferromagnétique jusqu'à  $760^\circ\text{C}$ .

- ✓ **L'austénite :** C'est une solution solide d'insertion du carbone et d'autres inclusions dans le fer  $\gamma$ , La solubilité limite du carbone dans le fer  $\gamma$  est de 2,14 %. L'austénite est stable à haute température, elle est peu dure est relativement malléable ( $HB = 300$ ). La microstructure de l'austénite est composée de grains polyédriques. Elle peut exister à la température ambiante que dans un état métastable. Elle est anti-ferromagnétique.
- ✓ **La cémentite :** La cémentite ou carbure de fer ( $Fe_3C$ ) est une combinaison chimique de fer et de carbone dont la teneur en carbone peut atteindre 6,67%. Elle est magnétique jusqu'à  $210^\circ\text{C}$  et très dure ( $HB = 700$ ) mais fragile.

#### I.4. Les différentes caractéristiques mécaniques et propriétés d'emploi de l'acier :

- **Résistance statique** : capacité à maintenir l'intégrité notamment en ce qui concerne les risques de rupture face aux sollicitations mécaniques. On examine dans certains cas les données en tenant compte de la température et/ou de la vitesse de déformation. Les valeurs de référence établies grâce à un essai de traction sont :
  - $R_e$  (limite d'élasticité) qui détermine la limite au-delà de laquelle apparaissent des déformations plastiques,
  - $R_m$  (résistance à la traction) qui caractérise bien la force maximale que peut supporter un élément de structure soumis à une traction pure.
- **Ductilité** : capacité à supporter une déformation. On suit, toujours au travers de l'essai de traction, les valeurs suivantes :
  - $A$  (allongement après rupture),
  - $Z$  (coefficient de striction reflétant par exemple les possibilités de formage à froid du métal),
  - $A_g$  allongement réparti (observé sur l'éprouvette avant le début de la striction et correspondant à la force équivalente à la résistance à la traction). Cette dernière valeur permet d'apprécier la sécurité en service.

Eventuellement, on utilise  $R_m/R_e$  comme indice de la capacité de déformation plastique de l'acier.

- **Dureté** : mesure de résistance à la déformation d'un matériau. Différents essais existent en fonction de la forme du pénétrateur et de la référence permettant d'estimer la facilité d'enfoncement comme le diamètre de l'empreinte d'une bille dans les essais Brinell.

Cette caractéristique fait l'objet de spécifications seulement pour un petit nombre de produits (certains fers blancs, les aciers à outils, quelques aciers résistant à l'abrasion par exemple) ainsi que pour certains états de livraison pour traitements thermiques (état adouci).

Elle est utilisée également pour caractériser l'aptitude à la trempe (essai Jominy) ou pour évaluer le comportement au soudage. On utilise aussi cette mesure pour certains suivis comme la stabilité structurale en service (vieillessement thermique ou fluage).

- **Ténacité ou résilience** : capacité à résister à l'amorçage ou à la propagation de fissures [4].

#### I.5. Résistance à l'oxydation des aciers à haute température :

### I.5.1. Principe :

L'oxydation est la réaction que nous attribuons à la mise en contact d'un métal M avec un gaz oxydant. Les analyses effectuées sur nos alliages sont faites à l'air ambiant, aussi l'élément oxydant qui intervient est l'oxygène. Cela implique donc la formation d'oxydes à la surface de l'alliage [5].

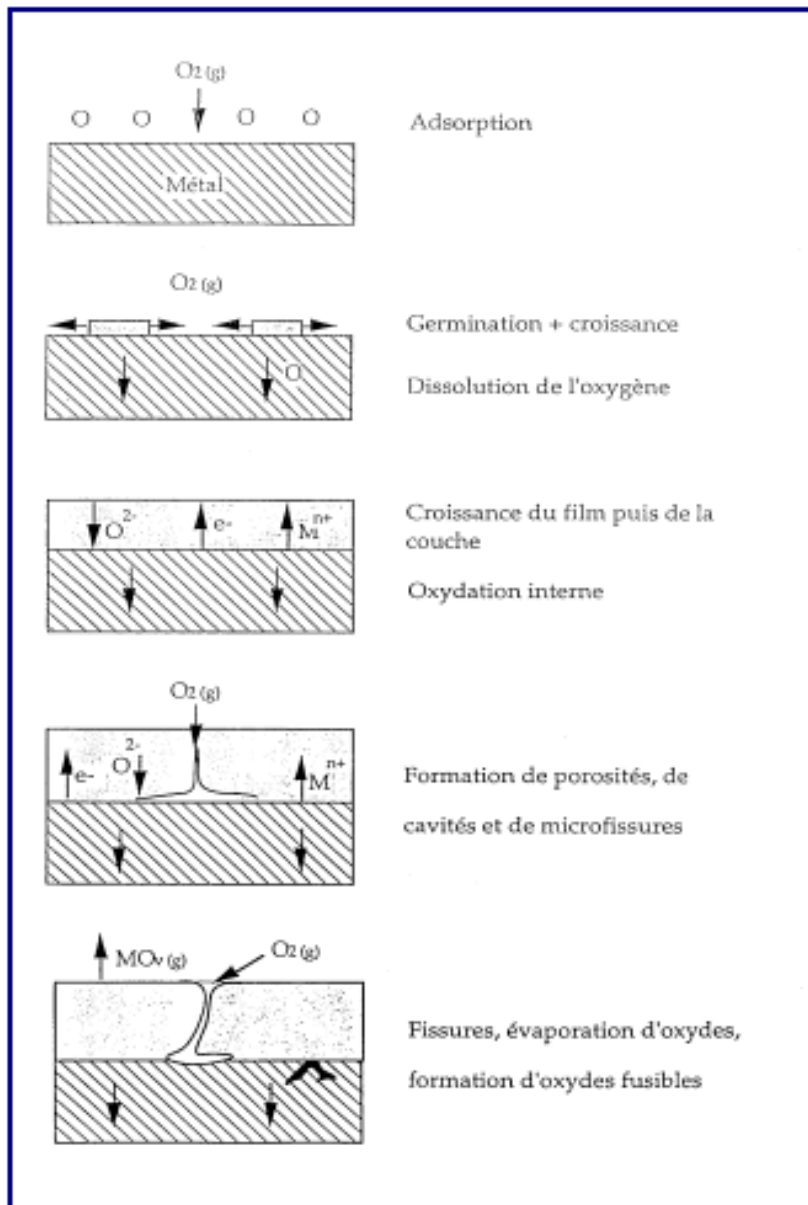


Si la vitesse d'oxydation est faible à température ordinaire (25°C), elle devient importante pour des températures supérieures à 500°C.

Les oxydes formés diffèrent suivant les constituants présents dans l'alliage. Comme pour la plupart des réactions chimiques, la prévision de la nature des produits de réaction se fait suivant deux points de vue complémentaires : la cinétique hétérogène et la thermodynamique. D'un point de vue cinétique, l'oxyde recouvrant l'alliage sera celui qui se forme le plus rapidement, suivant une loi cinétique logarithmique, linéaire, parabolique ou mixte.

Par contre les lois de la thermodynamique indiquent que ce devrait être le plus stable qui subsiste. Les diagrammes d'ELLINGHAM ( $\Delta G^\circ = f(T)$ ) ou encore les diagrammes de phases permettent d'apporter un pronostic thermodynamique concernant l'oxyde susceptible de se former.

La couche d'oxyde joue alors le rôle de barrière de diffusion entre la matrice métallique et l'oxygène de l'air. Cette barrière ne peut pas stopper totalement l'action oxydante, car les éléments de l'alliage ou l'oxygène peuvent diffuser, sous forme ionique, au travers de cette couche plus ou moins protectrice. La formation de la couche d'oxyde sur un alliage a été schématisée par Kofstad (figure 1.3) [5].



**Figure. I.3.** Schématisation, selon Kofstad, de la réaction Métal-oxygène [5]

### I.5.2. Mécanismes d'oxydation :

L'oxydation d'un acier est dépendante des trois paramètres : l'environnement extérieur, la composition de l'alliage et le mode de croissance de la couche protectrice.

Pour que la réaction d'oxydation ait lieu, il faut que les espèces susceptibles de réagir soient mises en présence. Cela laisse quatre possibilités :

- ✓ Soit les espèces sont toujours en contact l'une avec l'autre par non recouvrement par l'oxyde de la zone réactive.
- ✓ Soit l'oxygène diffuse à travers la couche d'oxyde vers l'intérieur jusqu'au réducteur
- ✓ Soit le réducteur diffuse à travers la couche d'oxyde vers l'extérieur jusqu'à l'oxygène
- ✓ Soit l'oxygène et le réducteur diffusent en sens opposés à travers la couche d'oxyde

Parmi les différents mécanismes d'oxydation, on peut citer l'oxydation externe et interne :

#### **Oxydations externes :**

L'oxydation externe (ou oxyde à développement externe) signifie que les cations diffusent à travers l'oxyde pour réagir à l'interface oxyde/gaz et faire croître ainsi la couche d'oxyde vers l'extérieur (Figure I.4). Ces cations peuvent se déplacer via des lacunes cationiques, des sites interstitiels ou des joints de grains. Dans ce cas de croissance de l'oxyde, la différence de volume molaire entre l'oxyde et le métal n'entraîne pas de contraintes mécaniques sur le métal.

#### **Oxydations internes :**

Contrairement au cas précédent, l'oxydation interne (ou oxyde à développement interne) ce ne sont pas les cations qui se déplacent mais les atomes d'oxygène qui diffusent vers le cœur du matériau (Figure I.5). Ici encore, nous retenons deux principaux modes de diffusion :

- Par lacunes anioniques
- Par des sites interstitiels ou des joints de grains.

Nous comprenons facilement, dans ce cas, que la croissance de l'oxyde vers le cœur du matériau peut imposer des contraintes mécaniques si le volume molaire de l'oxyde est supérieur à celui du métal, car la consommation du métal pour la réaction ne laisse pas assez de place à la formation de l'oxyde [6].

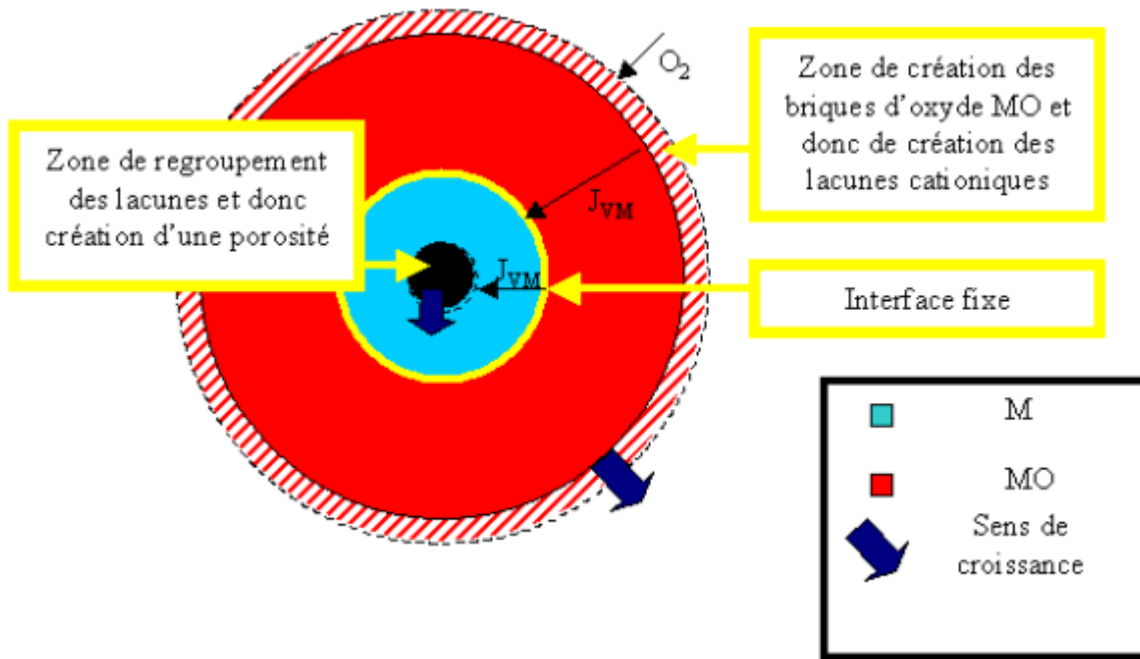


Figure. I.4. Mécanisme de croissance externe par diffusion des lacunes cationiques

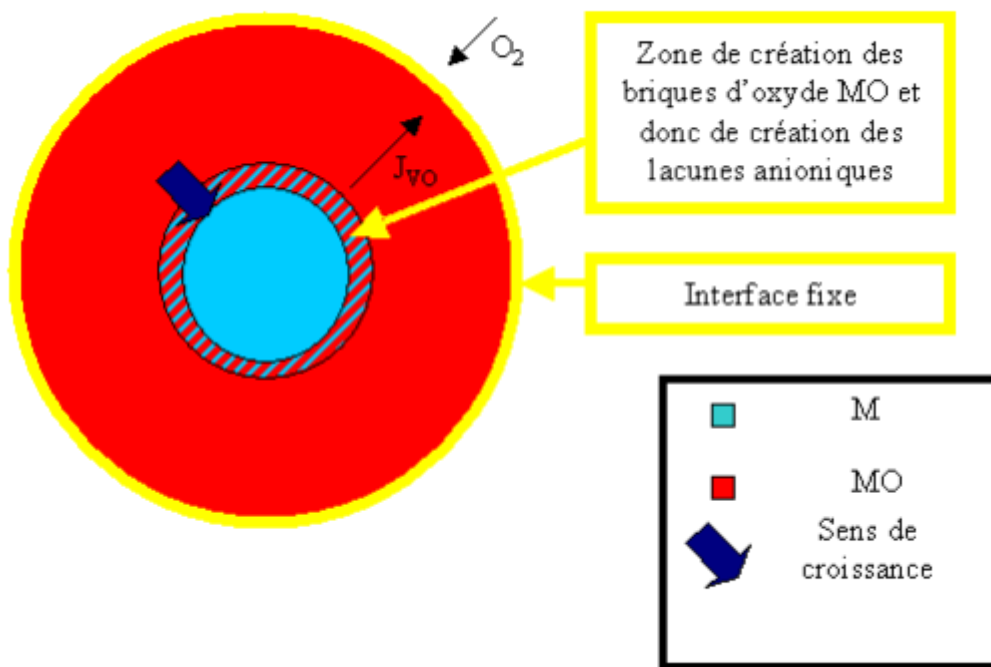
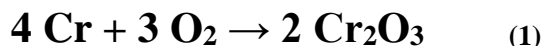


Figure. I.5. Mécanisme de croissance interne par diffusion des lacunes cationiques

### I.6. Les aciers inoxydables :

L'acier inoxydable est un nom général regroupant divers aciers. Il s'agit d'un alliage de fer et de carbone possédant une bonne tenue à la corrosion. Ces aciers contiennent au moins 12 % de chrome qui forme une couche d'oxyde ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) à la surface de sorte que l'acier ne rouille pas. Le chrome réagit avec le dioxygène de l'air et forme une couche d'oxyde de chrome  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  comme le montre la réaction suivante :



Cette couche compacte, adhérente et protectrice est appelée « couche passive ». Elle forme une barrière séparant l'acier de son milieu. En temps normal, elle est invisible car très fine. Ainsi, contrairement à son nom, l'acier n'est pas inoxydable. En effet, il s'oxyde rapidement, et un oxyde protecteur empêchant sa destruction.

L'addition d'éléments permet de s'adapter au milieu dans lequel doit être utilisé l'acier, et de modifier ses propriétés mécaniques :

- ✓ *L'ajout de nickel* améliore les propriétés de la couche passive ; celui-ci s'intègre à la couche d'oxyde suivant la réaction :



Le nickel est un élément qui permet de rendre l'acier plus malléable, il est alors possible de le travailler plus facilement.

- ✓ *Le carbone* permet de tremper l'acier et d'obtenir un acier très dur et très solide. Cependant, le carbone a un effet négatif sur la capacité à souder l'acier et il peut piéger le chrome ce qui va gêner la formation de la couche passive et rendre l'acier plus sensible à la corrosion.
- ✓ *Le molybdène, le titane et le cuivre* améliorent la résistance chimique, en particulier dans les milieux non oxydants.
- ✓ *Le niobium* a un point de fusion beaucoup plus élevé que le titane et présente des propriétés semblables. Il est utilisé dans les aciers que l'on veut souder à la place du titane qui serait volatilisé pendant l'opération de soudure.

- ✓ *Le silicium* est aussi utilisé car il a un rôle dans la résistance à l'oxydation, notamment vis-à-vis des acides fortement oxydants (acide nitrique concentré ou acide sulfurique concentré chaud).

Les aciers inoxydables ne peuvent être corrodés à froid qu'en présence d'humidité. Une bonne utilisation des aciers inoxydables nécessite donc un métal d'une très grande homogénéité pour éviter des corrosions locales et pour essayer d'obtenir une couche passive sur toute la surface du métal.

### **I.6.1.Types d'acier inoxydable :**

Les aciers inoxydables peuvent être divisés en 3 types : martensitique, ferritique et austénitique.

#### **1. Les aciers martensitiques**

Ils sont utilisés lorsqu'il faut appliquer une résistance mécanique importante. Les plus courants sont constitués de 13 % de chrome et d'au moins 0,08 % de carbone. Il est également possible d'avoir un faible pourcentage de nickel.

#### **2. Les aciers ferritiques**

On trouve dans cette catégorie des aciers à haute teneur en chrome (jusqu'à 27 %), ce qui les rend extrêmement résistants en présence de soufre. Les aciers ferritiques sont principalement utilisés comme première couche de résistance à la corrosion des parois d'équipements sous pression en acier utilisés dans les industries pétrochimique et chimique.

#### **3. Les aciers austénitiques**

Ce sont les plus nombreux et les plus utilisés. Ils présentent une résistance chimique très élevée, une ductilité comparable à celle du cuivre et de très bonnes caractéristiques mécaniques. Dans ces aciers, il y a environ 18 % de chrome et 10 % de nickel. La teneur en carbone est très basse et il est possible d'améliorer leur stabilité en ajoutant des éléments tels que le titane ou le niobium. De par leur excellente ductilité, ces aciers sont utilisés dans une gamme de températures très grande, allant jusqu'à - 200 °C ce qui le rend par exemple utilisable dans le secteur de la cryogénie [8].

# Chapitre. II. Procédés de Calorisation

## II.1. Introduction

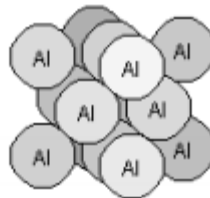
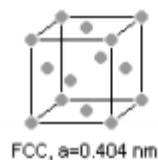
Pour éviter le phénomène de corrosion et de l'oxydation, une des solutions réside dans un revêtement de surface adéquat. On a tendance à créer donc une barrière à l'oxydation. Ainsi les revêtements de surface sont devenus une véritable industrie. Parmi les revêtements de surface servant à la protection contre la corrosion et l'oxydation, les revêtements par immersion dans un bain de métal fondu, sont parmi les techniques les plus utilisées. Cette technique par immersion à chaud qu'on appelle calorisation, permet d'atteindre des épaisseurs de revêtements importantes.

## II.2.Generalité sur l'aluminium :

### II.2.1.les caractéristique de l'aluminium du bain a pureté de 99,5% :

#### II.2.1.1. L'aluminium et ses alliages :

L'aluminium est un élément chimique de symbole Al et de numéro atomique 13. Il est extrait de la bauxite, où il est présent sous forme d'oxyde hydraté dont on extrait l'alumine ( $Al_2O_3$ ). Il peut également être extrait d'autres minéraux : néphéline, leucite, sillimanite, andalousite, muscovite. Il cristallise dans le réseau c.f.c, et son paramètre de maille a est de 0,404 nm comme indiqué Figure (II.1).[7]



Figure(II.1) : maille élémentaire [7]

### II.2.1.2. Propriétés de l'aluminium :

**Tableau (II.1) :** Principales propriétés de l'aluminium [7]

Propriétés atomiques	
Numéro atomique	13
Rayon atomique	142 pm
Masse molaire	27 g/mole
Structure cristalline	c.f.c.
Groupe d'espace	Fm3m
Paramètre de maille	0.404 nm

Propriétés physiques	
Masse volumique	2698 kg/m <sup>3</sup>
Point de fusion	660 °C
Coefficient de dilatation	2.5.10 <sup>-5</sup> / °C
Conductivité thermique	237 W/m.K

Les faibles propriétés mécaniques de l'aluminium non allié font qu'il ne présente pratiquement aucun intérêt industriel. En effet l'aluminium est un métal extrêmement ductile (A% jusqu'à 70% pour l'aluminium pur à 99,99% à l'état recristallisé) et possède une limite d'élasticité très basse (Rp 0.2 de 15 à 20 MPA pour la nuance précédemment citée). Cependant, l'intérêt suscité par la légèreté de ce métal a conduit les métallurgistes à développer des alliages d'aluminium plus résistants. Ces alliages sont classés en deux grandes familles ; les alliages de corroyage (ou de forgeage) et les alliages de fonderie (ou de moulage). [7]

## II.2.2. Propriétés physique et mécanique de l'aluminium:

### II.2.2.1. Résistance mécanique :

L'aluminium est utilisé très majoritairement sous forme d'alliages dont le constituant principal est l'aluminium, les éléments d'addition pouvant représenter jusqu'à 15% de son poids. La résistance de l'alliage d'aluminium est adaptée à l'application requise. A titre d'exemple, on considère qu'un kilogramme d'aluminium peut remplacer deux kilogrammes d'acier dans des applications automobiles.

### II.2.2.2. Résistance à la corrosion :

L'aluminium génère naturellement une couche d'oxyde qui le protège de la corrosion. Différents types de traitement de surface peuvent encore améliorer cette résistance (anodisation, laquage,...).

### II.3. Les différents types des revêtements protecteurs contre l'oxydation

Un revêtement a pour but d'améliorer les propriétés de surface d'un objet. Par exemple, les revêtements peuvent servir pour préserver ou accroître l'apparence, l'adhésion, la résistance à la corrosion, la mouillabilité ou ajuster les propriétés de surface de l'objet considéré face aux contraintes mécaniques et aux différents éléments de l'environnement extérieur.

On va citer quelque type de revêtements pour protéger l'acier.

#### 1. Revêtements de Nickel :

Les revêtements de Ni sont habituellement préparés par électrodéposition, le métal étant déposé soit directement sur l'acier, soit par dépôt intermédiaire de cuivre servant de couche d'accrochage. Le dépôt chimique, à base de « Ni+Ni<sub>3</sub>P », tient également une grande place pour cette nature de revêtement.

#### 2. Revêtements de Plomb :

Ils sont obtenus généralement par immersion à chaud ou par électrodéposition. Dans le cas de l'immersion à chaud, le bain contient un faible pourcentage d'étain pour favoriser l'adhérence sur l'acier.

#### 3. Revêtements d'Étain (Étamage) :

Est un procédé très ancien utilisé pour recouvrir des métaux. Ce procédé d'une application très simple à cause du point de fusion de l'étain (232 °C), est cependant de plus en plus délaissée au profit de l'étamage électrolytique, qui permet de mieux adapter l'épaisseur de revêtements à l'usage envisagé.

Les revêtements d'étain résistent bien aux acides organiques des milieux alimentaires et comme les sels d'étain ne sont pas toxiques, l'étamage est particulièrement indiqué pour la protection des métaux dans les industries alimentaires. Ces revêtements possèdent, en outre, une assez bonne résistance à la corrosion atmosphérique. [9]

#### 4. Revêtements de Zinc (Galvanisation) :

La galvanisation correspond à la pratique d'immerger le fer ou l'acier dans un bain de zinc en fusion à une température de 450 °C. L'immersion à chaud vient former une couche de zinc recelant un lien métallurgique à la surface de l'acier, protégeant ainsi l'acier contre l'oxydation de deux façons :

1. Le zinc agit à titre d'écran protecteur entre l'acier et l'atmosphère afin d'empêcher la corrosion de s'attaquer au métal de base.
2. Comme il est plus électro-négatif que l'acier, le zinc assure une protection cathodique par anodes sacrificielles. En d'autres mots, le zinc, qui s'oxyde 25 fois plus lentement que

l'acier, va agir à titre de bouclier en protégeant l'acier des effets atmosphériques indésirables. Le procédé de galvanisation comporte trois grandes étapes :

### 1. Préparation de la surface :

La première étape consiste à décaper l'acier afin d'enlever tout oxyde ou agent contaminant tel que la graisse, la saleté, la rouille ou le tartre et à immerger le matériel dans un bain de flux visant à arrêter le processus d'oxydation du fer ou de l'acier.

### 2. Galvanisation :

En deuxième étape, l'acier est prêt pour la galvanisation à chaud dans le bain de zinc. Durant son immersion, on laisse le matériel rejeter ses évaporats, puis le retire lentement et le place dans le bassin de refroidissement. La galvanisation peut être fait par centrifuge ou accrochage selon les dimensions des pièces.

### 3. Finition :

À l'étape finale, nous devons enlever le zinc excédentaire, inspecter le matériel puis le retoucher s'il y a lieu afin de correspondre aux plus hauts standards de qualité.



## II.4. Revêtements d'aluminium ou calorisation

Ces revêtements sont obtenus essentiellement par immersion à chaud dans des bains d'aluminium ou alliages d'aluminium, soit (Al-Zn), (Al-Si) et même (Al-Fe).

Ce dernier type que nous avons adopté dans notre travail .C'est la calorisation

### II.4.1. définition decalorisation :

**La calorisation :** est un traitement thermochimique qui consiste à saturer la surface d'un acier en aluminium. Autrement dit, c'est la diffusion superficielle par voie thermique de

l'aluminium dans l'acier qui semble acquérir plusieurs propriétés précieuses dont la tenue à chaud, à l'usure accrue et la résistance à la corrosion.

#### **II.4.2. Méthodes de calorisation :**

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour obtenir une fine couche d'aluminium sur la surface de l'acier. Cette dernière doit être enrichie en l'aluminium dans le but d'augmenter sa résistance à l'oxydation à haute température. Ces différentes méthodes peuvent être citées ci-dessous.

##### **II.4.2.1. Calorisation en caisse ou calorisation à l'état gazeux**

Son principe est simple, il consiste à introduire les pièces d'aciers à caloriser dans une caisse contenant un mélange ciment d'aluminium (Al), d'alumine ( $Al_2O_3$ ) comme un diluant inerte et du chlorure d'ammonium ( $NH_4Cl$ ) comme un diluant chloré pulvérulent. Le tout est porté à une température (900 à 1100) °C. L'aluminium diffuse dans l'acier et forme une couche superficielle résistante à l'oxydation à haute température. Les travaux antécédents ont été réalisés à des températures supérieures à 900°C. En effet, le traitement thermo-chimique des aciers alliés à ces températures peut sévèrement dégrader leurs propriétés mécaniques telles

##### **II.4.2.2. Calorisation en phase liquide**

Cette technique consiste à introduire les pièces à traiter dans un bain d'aluminium fondu saturé en fer (jusqu'à 6 à 8%), ajouté pour éviter la dissolution de pièces à traiter dans l'aluminium. L'opération s'effectue à partir de la température de 700°C, pour assurer la fusion totale de l'aluminium, pendant 45 à 90mn. L'épaisseur de la couche intermétallique formée atteint la valeur de 0,25 à 1,10 mm [10].

#### **II.5. Constituants du bain de calorisation**

Le plus souvent, les bains de calorisation sont constitués essentiellement de l'aluminium et du fer. Ce dernier est incorporé pour éviter la dissolution du substrat.

#### **II.6. Mécanisme de calorisation**

La calorisation ou Hot-DipCoating (HDA) en anglais, implique essentiellement une réaction entre le solide Fe à la surface de l'acier et l'aluminium liquide. Le substrat d'acier à caloriser est immergé dans un bain d'aluminium fondu ou ses alliages. Le processus de revêtement se produit par mouillage, dissolution, inter-diffusion, puis la formation de composés intermétalliques. Il doit être apprécié que dans l'immersion à chaud dans un bain d'aluminium, il est difficile de rejoindre l'aluminium avec l'acier sans la formation de la

couche intermétallique à la face du solide en raison de leur solubilité mutuelle limitée. Une surface propre du substrat assure un bon mouillage et authentifie mieux le contact avec l'aluminium.

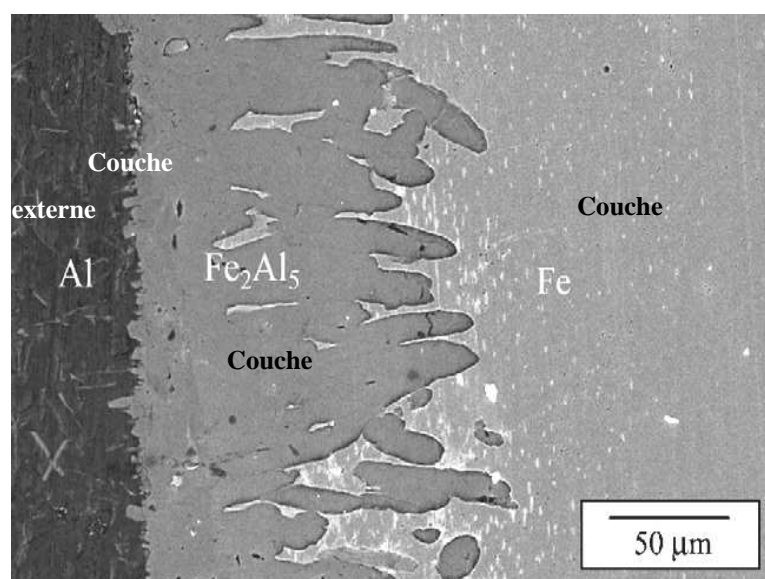
L'aluminium a une bonne affinité avec l'oxygène. La présence d'oxyde de fer dans la masse fondue devient encore le problème pour le processus par immersion à chaud.

La couche intermétallique possède un caractère fragile. Cette couche se développe et se dissout en même temps que dans le bain d'aluminium fondu, qui est directement associée à la perte du substrat d'acier. Le taux de croissance de la couche intermétallique est étroitement lié à la température et au temps de maintien [11]. L'épaisseur de la couche varie également en fonction de la composition chimique du bain de calorisation et du substrat d'acier [11].

### II.7. Morphologie de la couche intermétallique

Dans la calorisation des aciers, la morphologie de la couche intermétallique est identifiée dans de nombreuses études. Elle apparaît sous un profil de dents de scie qui constituent essentiellement le composé intermétallique  $Fe_2Al_5$  de système cristallin orthorhombique formé à une température inférieure à  $950^{\circ}C$ .

L'épaisseur de la couche intermétallique varie avec la variation du bain de calorisation. Ceci est confirmé avec les travaux de **GulHameedAwan et al.** qui ont montré que l'épaisseur de la couche intermétallique semble épaisse dans l'aluminium pur et expose une croissance en profil de dents de scie. Son épaisseur atteint la valeur de 0,5mm à  $700^{\circ}C$  pendant 30mn [2].



**Figure. I.3.** Morphologie de la couche intermétallique [2]

# Chapitre.III. Matières Premières et Techniques Expérimentales

## III.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous allons présenter les matériaux d'études, la procédure expérimentale et les différentes techniques utilisées pour la caractérisation de nos aciers calorisés.

## III.2. Matériaux d'étude :

Dans notre étude, on a utilisée un acier doux ferrito-perlitique de nuance XC38. L'aluminium du bain de calorisation à une pureté de 99,5%.

### III.2.1.Composition chimique de l'acier XC38 :

Le tableau suivant nous détermine la composition chimique de l'acier XC38 :

**Tableau (III.1) : compositions chimique de l'acier XC38 [10]**

**Composition chimique en %**

C	S	Mn	P	Si
0,32 - 0,39	≤ 0,035	0,50 - 0,80	≤ 0,035	0,40 maxi

D'après le tableau (I.1), on constate que l'acier XC38 contient des taux très faible des éléments d'addition, il est classé dans la famille des aciers faiblement alliés avec un taux de carbone qui n'accède pas 0.39% en masse.

## III.3.Procédure expérimentale :

### III.3.1. Préparation des échantillons a calories de l'acier XC38 :

La préparation des échantillons à caloriser a été réalisée à l'aide d'une polisseuse mécanique, des papiers abrasifs et un four à moufle pour les traitements thermique.

### **III.3.2. Préparation de la surface des échantillons :**

Les échantillons d'acier sont découpés à l'aide d'une scie manuelle, en forme parallépipédique. Ils ont ensuite subi un dressage pour leur mise en forme et un polissage mécanique de finition à l'aide des papiers abrasifs de granulométrie décroissante de 80 à 4000. A l'issue de cette opération, ils sont nettoyés dans un bain à ultrason puis séchés à l'air chaud. Avant de procéder à l'opération de calorisation, les échantillons ont subi un traitement de surface à savoir le dégraissage, le décapage et le fluxage.

#### **A. Dégraissage :**

Le dégraissage permet d'éliminer les corps gras qui s'accumulent sur la surface des échantillons. L'opération se déroule à chaud, à une température de 50°C pendant 30min. Elle consiste à immerger les échantillons dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) de concentration de 1g /1L, pendant 5mn de maintien, après on les retire de l'étuve puis les rincer avec l'eau distillée.

#### **B. Décapage :**

Son principe consiste à éliminer les produits de surface indésirables, en particulier les oxydes. La procédure se fait par immersion des échantillons dans une solution de chlorure d'hydrogène (HCl) de concentration de 20% /L à température ambiante pendant 2mn suivie d'un rinçage à l'eau distillée.

#### **C. Fluxage**

Pour éviter la réoxydation des échantillons, une opération de fluxage est effectuée. Pour cela, les échantillons sont immergés dans une solution de chlorure de potassium (KCl) à 30g/l. L'opération se déroule à chaud, à une température de 90°C pendant 5mn, ensuite les échantillons sont séchés à l'air chaud. On observe formation d'une couche mince à la surface c'est la couche protectrice contre l'oxydation.

### **III.3.1.3. Préparation des bains de calorisation à l'aluminium pur**

Les bains de calorisation sont préparés par fusion de l'aluminium dans un creuset en graphite à 700°C avec une vitesse de chauffage de 10°C/mn. Les bains sont composés d'aluminium pur. L'opération est réalisée dans un four à moufle, qui permet de réaliser les traitements thermiques sous air et d'atteindre des températures élevées, jusqu'à 1200°C.

**III.3.1.4. Immersion des échantillons d'acierXC38 dans les bains de calorisation :**

A l'issue de l'opération de fusion de 700°C, les creusets seront sortis du four à l'aide de pinces spéciales et sont déposés avec précaution sur une brique réfractaire. Les échantillons y sont immergés dans le métal en fusion en prenant soin de les espacer suffisamment.

La vitesse d'immersion est un facteur très important ayant un impact certain sur la qualité du revêtement. En effet, une grande vitesse peut avoir un effet de piéger des résidus de sel de fluxage à la surface des échantillons d'acier, le flux n'ayant pas eu le temps de fondre, de se décomposer et d'attaquer les oxydes. Une vitesse trop lente conduit à un écoulement de flux à la surface des échantillons d'acier ce qui peut engendrer la mise à nu de ces derniers avec des risques de réoxydation. Après immersion complète, les échantillons y sont maintenus à de différentes durées qui sont de 30, 60 et 90 min.

**III.3.1.5. Récupération des échantillons calorisés :**

A la fin de l'opération de calorisation, les échantillons sont récupérés et refroidis à l'air ambiant après quoi ils sont soumis au polissage mécanique à l'effet de mettre en évidence les différentes couches de revêtement.

**III.3.1.6. Polissage mécanique :**

Cette opération est réalisée à l'aide d'une polisseuse mécanique de marque STRUERS ayant un disque tournant à 150 ou 300 tr/mn sur lequel est collé le papier abrasif. Cette étape consiste à rendre la surface des échantillons brillante et dénuée de toute rayure. Pour cela, la surface à polir est mise en contact avec du papier abrasif de granulométrie décroissante allant de 80 à 4000. L'opération est effectuée sous courant d'eau évitant ainsi l'échauffement des échantillons. La durée du polissage est d'environ 5 minutes pour chaque papier.

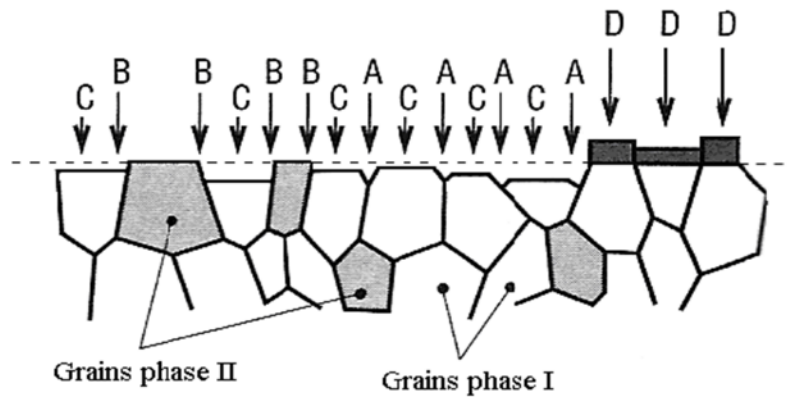
**III.3.1.7. Polissage de finition :**

Le polissage de finition est destiné à améliorer d'avantage l'état de la surface à analyser. Pour cela, on a utilisé une solution d'alumine en suspension, versée sur un feutre collé sur le disque tournant. L'échantillon est ainsi frotté sur ce disque pendant un temps adéquat jusqu'à l'obtention d'une surface brillante ayant l'aspect d'un miroir.

**III.3.1.8. Attaque chimique**

Après le polissage de finition, la surface à analyser est directement lavée, séchée et attaquée par un réactif chimique approprié. Nous avons utilisé le NITAL qui est une solution

alcoolique d'acide nitrique à 4%. Son rôle est de révéler les joints de grain et les différentes phases par attaque préférentielle. La durée de l'attaque est de 5 à 6 secondes puis l'échantillon est lavé à grande eau pour arrêter la réaction. La figure III.1 montre une représentation schématique des diverses actions du réactif sur la microstructure du matériau attaqué.



**Figure. III.2.** Représentation schématique des divers effets d'une attaque chimique Sur une surface métallique.

Avec : A : dissolution des joints de grains d'une même phase ;

B : dissolution des joints d'interphases ;

C : dissolution des surfaces des grains en fonction de leur orientation cristallographique ;

D : formation d'une couche superficielle adhérente de produit de réaction et dont l'épaisseur est fonction de l'orientation du grain sur lequel elle se développe.

Une fois les échantillons sont préparés, leur caractérisation est réalisé à l'aide de la microscopie optique, Microscopie Electronique a Balayage (MEB) et diffraction de rayons X (DRX).

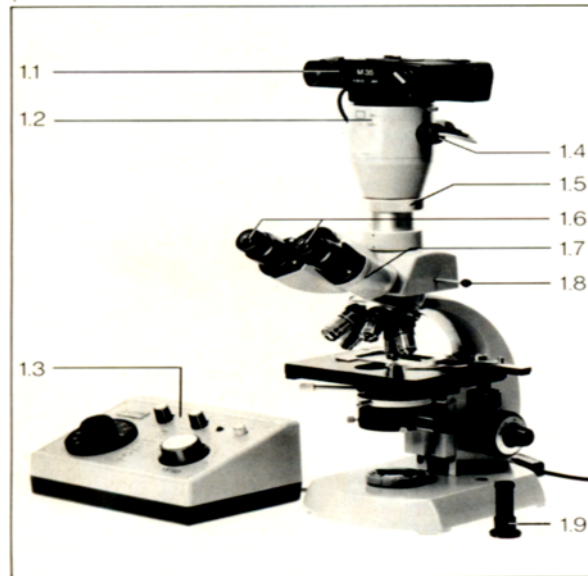
### III.5. Techniques de caractérisation :

Les échantillons élaborés ont fait l'objet de caractérisation par plusieurs techniques. La caractérisation des microstructures est assurée par la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB). Par contre l'identification des phases formées est effectuée en utilisant l'analyse de la diffraction de rayons X.

### III.5.1. Microscopie optique :

Pour mettre en évidence la microstructure et la morphologie des échantillons calorisés, on procède par l'observation au microscope métallographique. L'appareil utilisé est de type ZEISS Axio plan, assurant un grossissement allant jusqu'à 1000 fois et piloté à un micro ordinateur permettant d'observer et d'enregistrer les micrographies correspondantes. Les surfaces des échantillons à analyser ont été préalablement polies et attaquées par un réactif chimique (Nital 4%). Il est composé des accessoires suivants :

- 1.1 Chambre photographique
- 1.2 Commande d'exposition
- 1.3 Photosenseur
- 1.4 Bague de serrage du corps de base
- 1.5 Oculaires
- 1.6 Phototube binoculaire incliné
- 1.7 Tirette de commutation
- 1.8 Corps de base avec obturation
- 1.9 Loupe additionnelle



**Figure. III.3.** Microscope Optique.

### III.5.2. Principe du Microscope Optique :

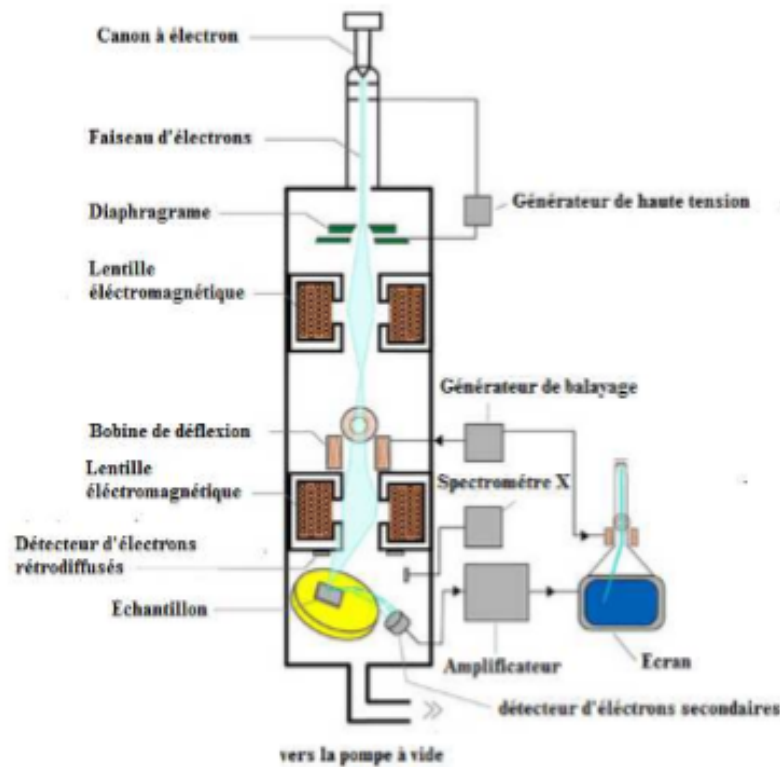
Le microscope optique est constitué d'un tube qui possède à ses deux extrémités des lentilles. Le premier groupe de lentilles, dirigé vers l'objet à examiner, constitue l'objectif. Il donne une image réelle, inversée et agrandie de l'objet. Cette image n'est pas formée sur un verre dépoli, mais se trouve quelque part dans le tube optique, c'est l'image intermédiaire.

### III.5.2. Microscope Electronique à Balayage (MEB) :

#### III.5.2.1. Définition :

Le microscope électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique qui permet d'obtenir des images en haute résolution de la surface d'un échantillon, à des échelles allant de celle de la loupe (X10) à celle du microscope électronique en transmission (X500.000 ou plus) en utilisant le principe

des interactions électrons-matière [12]. La figure III.3 montre le schéma des principaux constituants d'un microscope électronique à balayage. Il est constitué d'un canon d'électron source d'électrons, d'une colonne électronique composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons et les atomes de la cible.



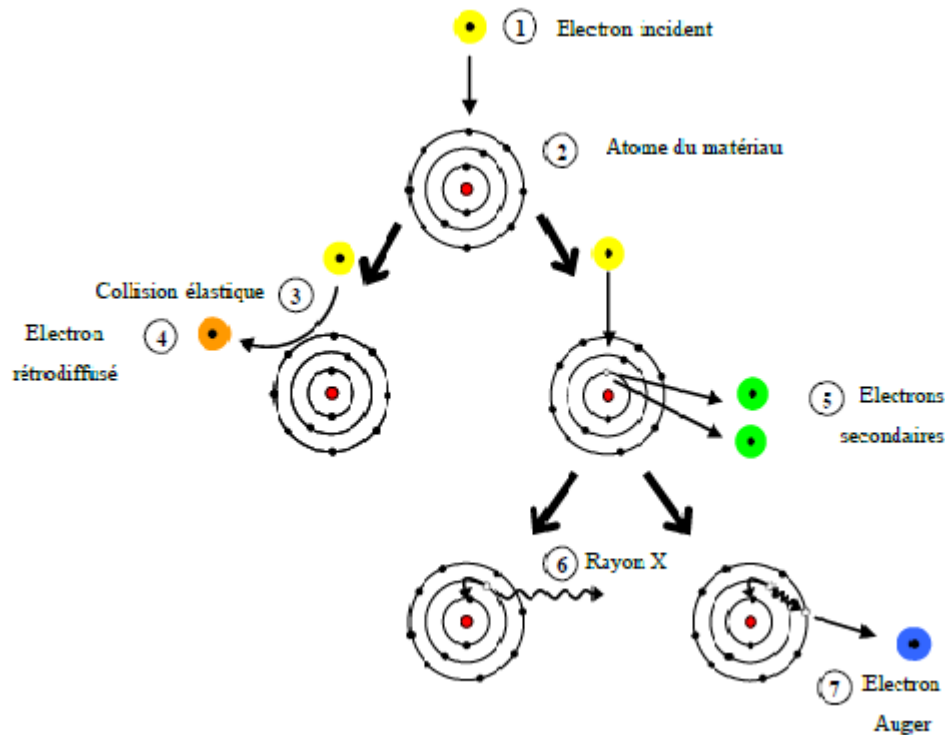
**Figure III.3:** Principaux constituants d'un microscope électronique à balayage (MEB)

### III.5.2.2. Principe de fonctionnement de Microscope Electronique à Balayage (MEB) :

Le principe d'un MEB est le suivant : une sonde électronique fine est projetée sur l'échantillon à analyser. Le faisceau d'électrons balaye la surface de l'échantillon, un détecteur récupère de manière synchrone un signal induit par cette sonde, celui-ci peut servir à former une image provienne d'un mélange en proportion variable d'électrons, proportion dépendante de l'énergie primaire, de la distance échantillon-objectif, de l'angle d'incidence du faisceau primaire, du matériau observé.

### III.5.2.3. Interaction électron – matière :

Les différents procédés d'analyse que nous allons détailler par la suite impliquent tous l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la matière. Nous commencerons donc par effectuer un rappel sur ces différents types d'interactions avant de détailler l'usage qui en est fait en tant que méthode d'analyse. La Figure.III.4 sert de support aux descriptions qui suivent.



**Figure.III.2 :** Schématisation des interactions possibles d'un électron incident avec un atome

Lorsqu'un électron (1) est envoyé sur un atome (2), il peut subir une collision élastique ou quasi-élastique (3). Il repart alors avec une énergie proche de son énergie incidente, et, le cas échéant, peut ressortir par la surface du matériau : il est alors appelé électron rétrodiffusé (4).

Les atomes les plus lourds émettent d'avantages d'électrons rétrodiffusés que ceux de numéros atomiques plus faibles [13].

Il se peut également que l'électron incident (1) arrache un électron d'une des couches de l'atome rencontré, perdant ainsi de l'énergie. Deux électrons secondaires (5) sont alors émis, l'électron incident et celui de l'atome.

Suite à cela, l'atome est dans un état excité et donc instable. Si l'électron arraché provenait d'une couche interne, un électron d'une couche externe va venir le remplacer. Pour ce faire, il doit perdre de l'énergie. Cette perte d'énergie peut être obtenue de deux façons différentes. Cela peut se faire sous forme d'un rayonnement X (6) ou photon X. Le photon émis a donc une énergie correspondant exactement à la transition électronique dont il est issu : la longueur d'onde des rayons X émis est donc caractéristique de la nature de l'atome émetteur.

La seconde possibilité pour obtenir cette perte d'énergie est le départ d'un électron d'une couche « externe » : c'est un électron Auger (7), comme indiqué sur la Figure. II.2, l'émission d'un électron Auger fait intervenir trois niveaux électroniques. Son énergie est égale à la différence entre les deux niveaux d'énergie impliqués dans le processus d'excitation et désexcitation, moins celle du niveau duquel est émis l'électron Auger. L'énergie d'un électron Auger est caractéristique de la nature de l'atome qui lui a donné naissance.

#### **III.5.2.4. Imagerie par électrons secondaires**

##### **III.5.2.4.1. Principe**

Les électrons secondaires ont une faible énergie. Ils ne proviennent que d'une couche superficielle, de quelques dizaines d'angströms d'épaisseur. La résolution est de l'ordre de 40Å pour un échantillon à éléments lourds, elle peut monter à 100Å et plus pour des éléments légers.

Dans ce mode d'émission, un point de l'image est d'autant plus clair que le point correspondant de l'objet émet plus d'électrons. La meilleure résolution en électrons secondaires est obtenue avec des éléments lourds [13]. Ce mode nous renseigne sur la topographie de la surface des échantillons à étudier.

#### **III.5.2.5. Imagerie par électrons rétrodiffusés**

##### **III.5.2.5.1. Principe**

Comme nous venons de le voir, un matériau soumis à un faisceau électronique réémet entre autres des électrons rétrodiffusés dont la quantité dépend de la nature chimique de l'élément émetteur. L'usage classique qui en est fait, dans un Microscope Electronique à Balayage, ou MEB, est une image en contraste chimique : le faisceau balaye la surface de l'échantillon et l'intensité de rétrodiffusion est mesurée et représentée en échelle de gris sur une cartographie.

Un point clair montrera un endroit de forte émissivité, donc de numéro atomique « élevé », un point sombre correspondra à une zone de numéro atomique moins élevé.

### III.5.3. Diffraction de rayons X (DRX)

La diffraction de rayons X est un phénomène de diffusion cohérente et élastique d'un mince faisceau monochromatique de photons X avec la matière.

Il permet l'identification des phases présentes dans les matériaux. Cette analyse est réalisée sur un diffractomètre de type Bruker D8, doté d'un tube à rayon X avec une anticathode en cuivre ( $K\alpha_1 = 1,54056 \text{ \AA}$ ). Il permet d'avoir l'intensité (I) des rayons X en fonction de l'angle de diffraction ( $2\theta$ ).



**Figure. III.3.** Diffractomètre utilisé (Bruker D8)

#### III.5.3.1. Principe de fonctionnement

L'échantillon à analyser est placé dans le porte échantillon et qui est disposé sur le goniomètre. Il est irradié par un rayonnement X qui est filtré par un monochromateur. L'échantillon et le détecteur subissent une rotation dans le but de faire diffracter tous les plans.

Le diffractomètre est piloté par un microordinateur qui comprend des logiciels de commande et de traitement de spectre. Le logiciel Diffract Plus sert à introduire les paramètres d'analyse

(le temps d'exposition, l'intervalle de balayage,...). Les mesures ont été effectuées dans l'intervalle de 30 à 90 degrés avec un pas de 0,02 degré/seconde.

Les diagrammes obtenus sont lissés, et les pics sont indexés à l'aide du logiciel EVA qui permet d'identifier les phases par comparaison à des fichiers de la base de données JCPDS réalisée par ASTM (American Society of Testing and Material).

Le principe est basé sur la relation de Bragg [2], qui est décrite ci-dessous,

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$$

Avec

$\lambda$  : longueur d'onde du faisceau incident.

$\theta$  : angle de diffraction (rad).

$d_{hkl}$  : distance interréticulaire entre deux plans d'une famille hkl.

n : ordre de diffraction (entier positif).

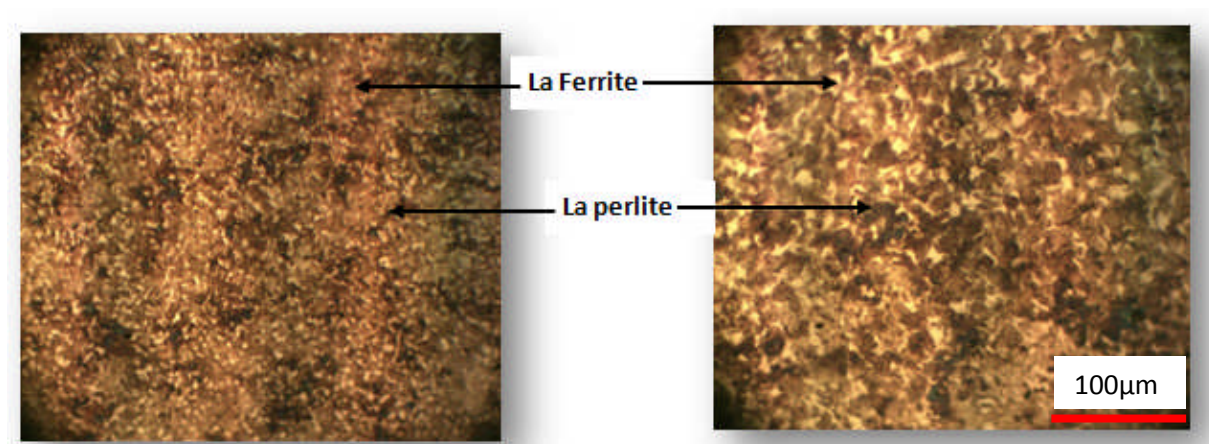
# Chapitre IV. Résultats et discussions

## IV.1. Introduction :

Ce chapitre comporte les résultats des expériences menées au cours de ce travail et leur interprétation.

## IV.2. Micrographies optiques de l'acier de base XC38 :

Dans cette étude, nous avons utilisé une nuance d'acier doux XC38. L'analyse de cet acier au microscope optique nous a permis d'obtenir les micrographies représentées en figure. IV.1.

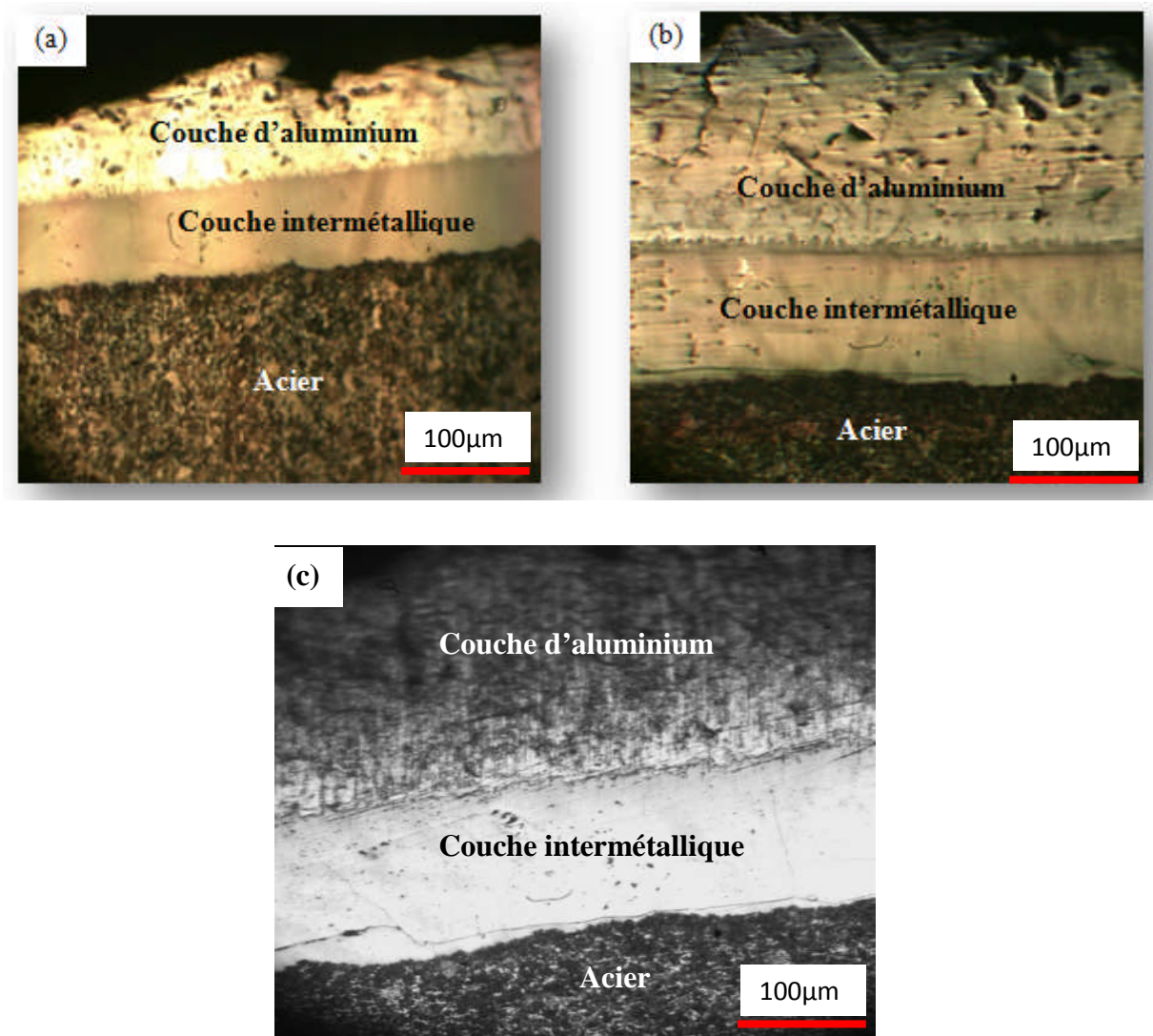


**Figure. IV.1.** Micrographies optiques de l'acier XC38 avec grossissement 100X et 200X

D'après les micrographies, on constate des grains clairs qui caractérisent la phase ferritique et des grains sombres qui sont attribués à la phase perlitique. Ceci revient à dire que l'acier XC38 est un acier ferrito-perlitique.

### IV.3. Micrographies des aciers XC38 calorisés à l'aluminium pur à 700°C

L'observation métallographique des aciers XC38 calorisés à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min, 60min et 90min sont représentées sur la figure .IV.3



**Figure. IV.3.** Micrographies des aciers XC38 calorisés à 700°C, (a) 30min (b) 60min et (c) 90min

D'après les micrographies, plusieurs observations peuvent être mises en considération :

- ✚ Lors de la calorisation, suite à l'interdiffusion des éléments fer et aluminium, trois couches différentes sont formées à savoir :

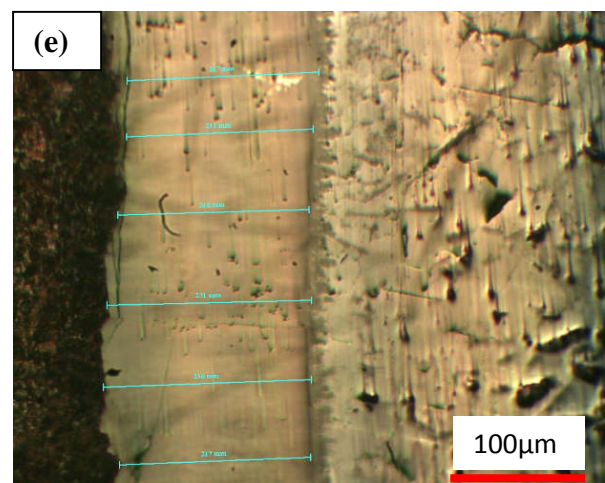
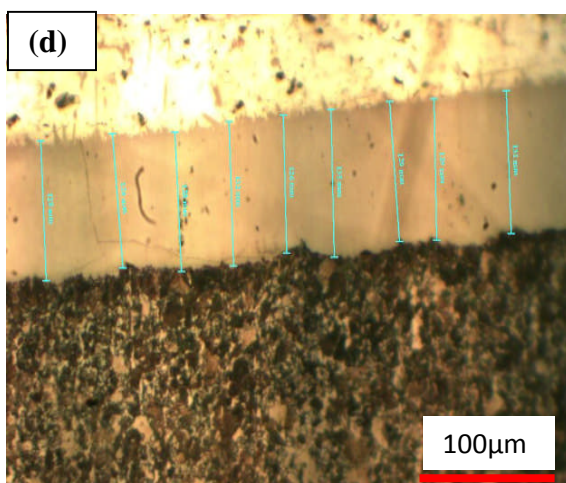
- La couche extérieure riche en aluminium,
- La couche intermétallique,

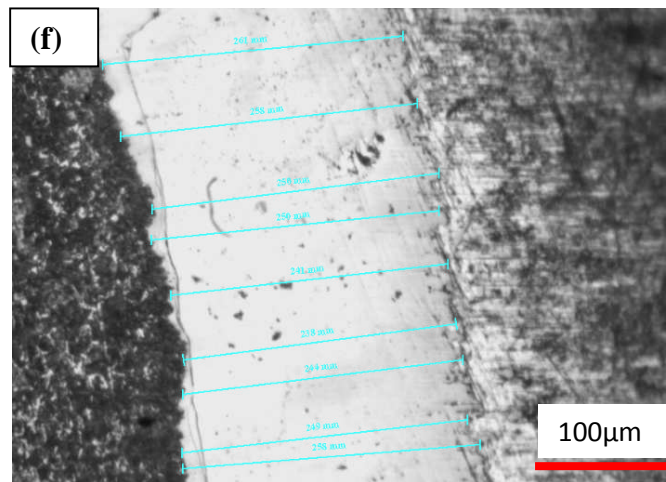
➤ L'acier de base.

- ✚ La croissance de la couche intermétallique se produit avec une forme irrégulière, sa morphologie apparaît avec un profil en dents de scie à l'interface couche intermétallique /acier et couche intermétallique/couche d'aluminium. Ce résultat a été déjà constaté dans plusieurs travaux antérieurs [11]. Cette morphologie est caractéristique de la diffusion de l'aluminium dans l'acier [14].
- ✚ L'épaisseur de la couche intermétallique semble évoluer en fonction du temps de maintien, plus le temps de calorisation augmente, plus l'épaisseur de la couche intermétallique évolue. Et cela suite à l'interdiffusion des deux éléments fer et d'aluminium.
- ✚ A l'interface couche intermétallique/acier et couche intermétallique/couche d'aluminium, on constate une bonne adhérence à l'interface.

#### IV.4. Epaisseur de la couche intermétallique de l'acier XC38 calorisés à l'aluminium pur à 700°C :

La mesure de l'épaisseur de la couche intermétallique de l'acier XC38 a été réalisée à l'aide de la règle du microscope optique, comme le montre la **figure. IV.4**. La valeur de l'épaisseur a été effectuée en prenant la moyenne de plusieurs mesures en vue du profil irrégulier de la couche intermétallique.





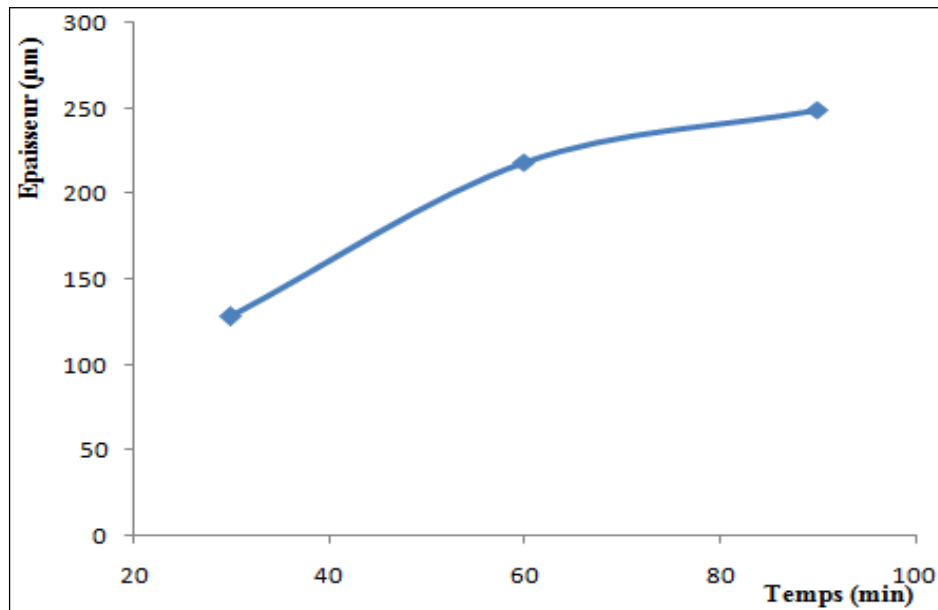
**Figure. IV.4.** Micrographies des aciers XC38 calorisés à 700°C, (d) 30min (d) 60min et (f) 90min, montrant la méthode de mesure de l'épaisseur de la couche intermétallique avec la réglette du Microscope Optique.

Les résultats de mesure sont consignés dans le **tableau. IV.1** suivant :

**Tableau. IV.1.** Epaisseur de la couche intermétallique en fonction du temps de calorisation

Temps de calorisation (min)	30	60	90
Epaisseur de la couche intermétallique ( $\mu\text{m}$ )	128	218	249

Ces valeurs nous ont permis d'accéder à un graphe (**figure. IV.5**) qui montre l'évolution de l'épaisseur de la couche intermétallique en fonction du temps de calorisation.

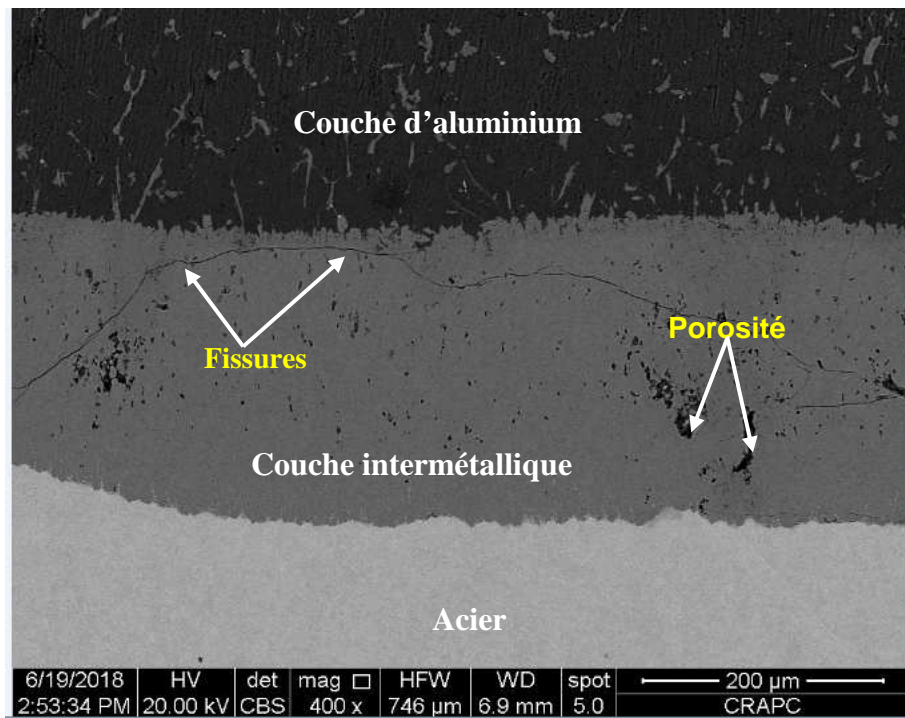


**Figure. IV.5.** Graphe montrant l'épaisseur de la couche intermétallique en fonction du temps de calorisation

Le graphe montre que l'épaisseur de la couche intermétallique évolue et augmente en fonction du temps de calorisation. Cette épaisseur correspond à un ensemble de combinaisons intermétalliques Fer-Aluminium (FeAl) formées suite au phénomène d'interdiffusion entre le fer et l'aluminium. Ces intermétalliques sont confirmées par des travaux antérieurs [ 14].

#### **IV.5. Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) de l'acier XC38 calorisés à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min**

L'analyse par Microscopie Electronique à Balayage de l'acier calorisé XC38 en mode électrons rétrodiffusé , qui se base sur le contraste d'image, nous a permis d'avoir la micrographie suivante :



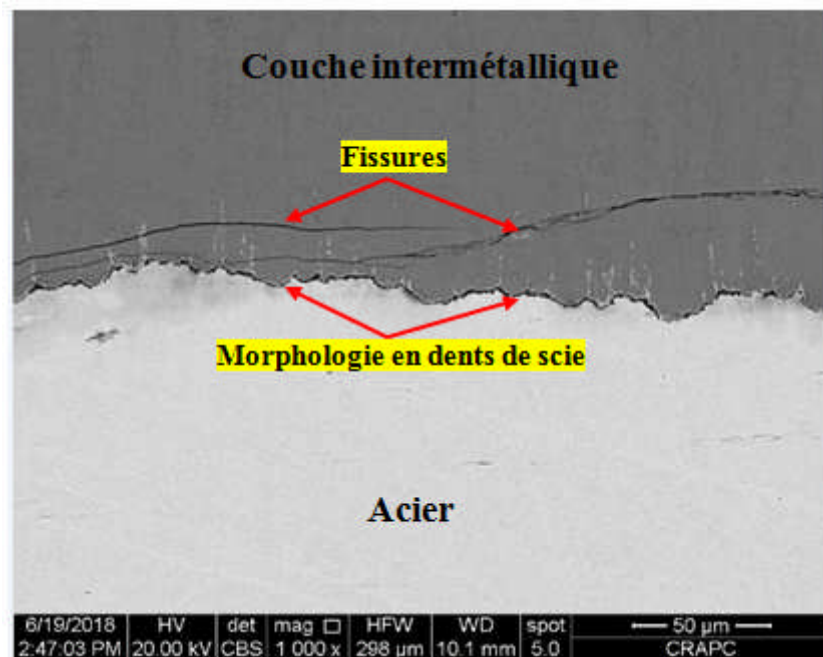
**Figure. IV.6.** Micrographies électronique en mode électrons rétrodiffusés de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min.

D'après cette micrographie, trois contrastes différents peuvent être mis en évidence :

- ✚ La phase en contraste clair et brillant correspond à la phase de l'acier suite à son enrichissement en fer.
- ✚ La phase en contraste sombre est caractéristique de la phase d'aluminium suite à son enrichissement en aluminium qui correspond à un numéro atomique plus faible par rapport à celui du fer.
- ✚ La phase en contraste gris et intermédiaire correspond à la couche intermétallique qui est formée de combinaisons intermétalliques Fer-Aluminium (FeAl). Ces derniers sont formés suite à l'interdiffusion des deux éléments fer et aluminium.
- ✚ De la porosité est aussi observée sur cette couche intermétallique. Cela est dû à la dissolution du fer dans l'aluminium.

#### IV.5.1.1. Analyse de la couche intermétallique

- ✚ Au niveau de l'interface couche intermétallique/acier, on constate que la morphologie de la couche intermétallique semble irrégulière à l'interface. Elle apparaît sous un profil en dent de scie qui se développe et s'oriente perpendiculairement vers l'acier comme le montre la **figure. IV.7**.



**Figure. IV.7.** Micrographie électronique en mode électrons rétrodiffusés de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min à l'interface couche intermétallique/acier.

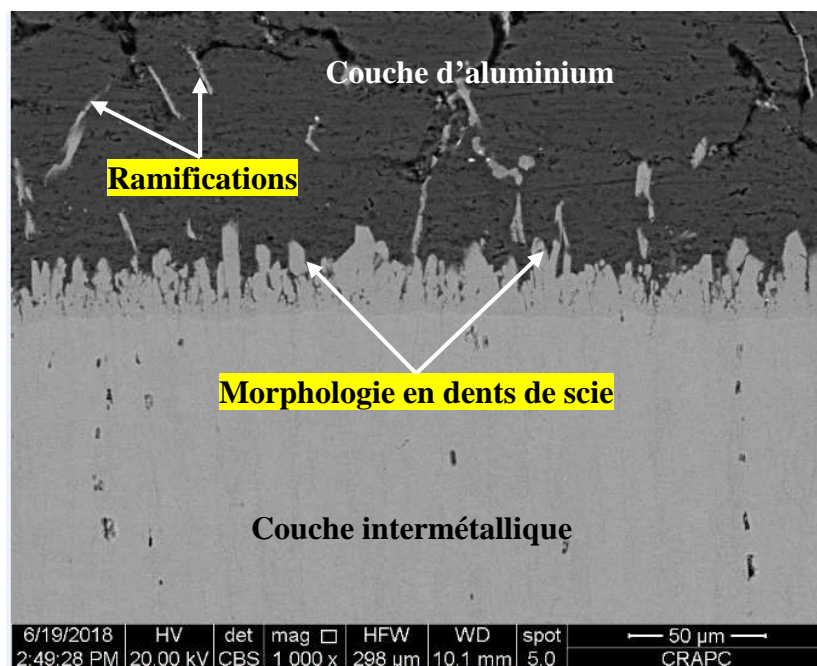
- ✚ On constate également des fissures au niveau de cette couche intermétallique. Elles sont dues automatiquement au polissage mécanique suite à la fragilité de cette couche qui est composée des intermétalliques Fer-Aluminium de nature fragile [ 15].

#### IV.5.3. Analyse de la couche d'aluminium

L'analyse de la couche externe d'aluminium, comme le montre la **figure. IV.8**, nous a permis de mettre en évidence différentes observations :

- ✚ La morphologie à l'interface couche intermétallique/couche d'aluminium est irrégulière, elle apparaît sous un profil en dents de scie.

- ✚ Au niveau de la couche intermétallique, on constate deux contrastes différents, le plus clair se situe à l'interface couche intermétallique/couche d'aluminium. Ces contrastes correspondent probablement à des phases intermétalliques (FeAl) de natures différentes détectés par diffraction de rayons X. Ces composés intermétalliques sont détectés par diffraction de rayons X.
- ✚ A l'interface couche intermétallique/couche d'aluminium on constate la formation des ramifications qui sont des composés intermétalliques détectés par diffraction de rayons X. Ces ramifications semblent se détacher de la couche intermétallique sous l'agitation thermique et se trouvent noyer dans la matrice d'aluminium.

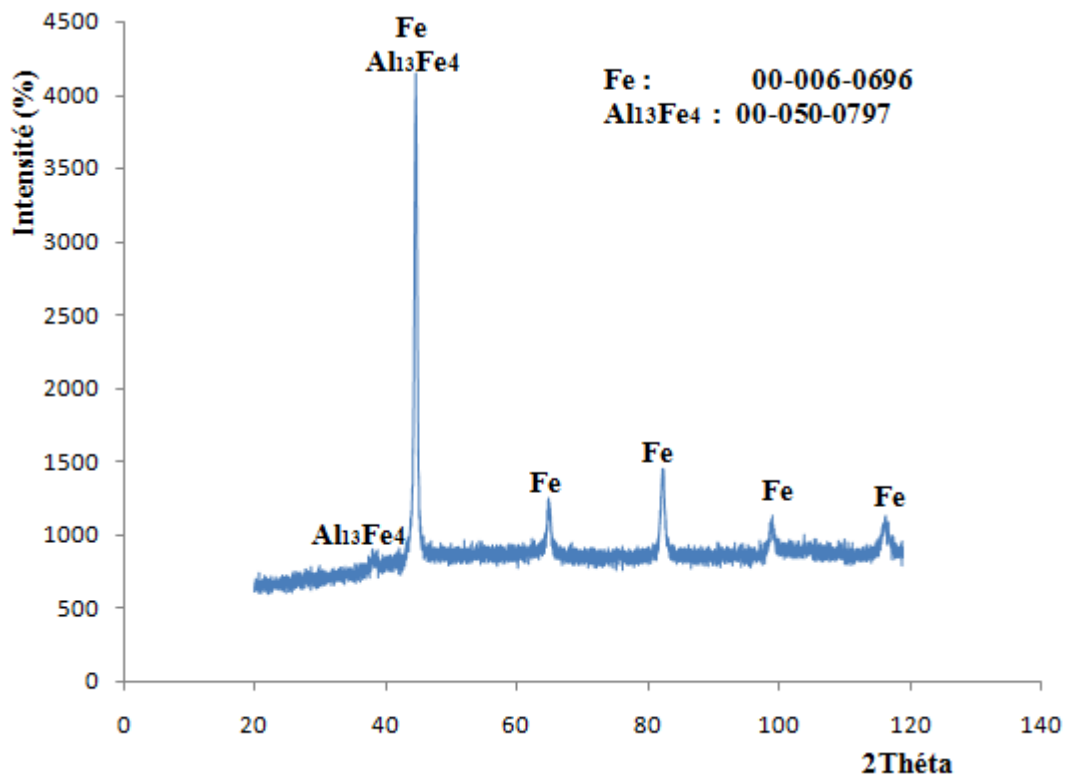


**Figure. IV.8.** Micrographie électronique en mode électrons rétrodiffusés de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min à l'interface couche intermétallique/couche d'aluminium.

#### **IV.6. Analyse par diffraction de rayons X (DRX) de l'acier calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min**

L'analyse par diffraction de rayons X de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min nous a permis d'avoir le spectre de diffraction représenté sur la **figure .IV.9.**

L'identification des pics de diffraction a été faite en utilisant le logiciel High Scoor, ayant une base de données, qui permet de chercher les éléments ou les phases correspondantes.



**Figure. IV.9.** Diffractogramme de la surface de l'acier XC38 calorisé à l'aluminium pur à 700°C pendant 30min.

Le spectre montre la présence des pics correspondant à l'élément fer (Fe) qui est le principal constituant de l'acier. D'autres pics font l'objet d'un composé intermétallique  $\text{Al}_3\text{Fe}_4$  qui est formé suite à l'interdiffusion des éléments fer et aluminium.

## Conclusion générale

L'étude et la caractérisation microstructurale de revêtements de diffusion de l'aluminium dans les aciers ont été obtenus par la méthode de calorisation dans les bains d'aluminium pur en fusion, principalement à la température de 700°C pendant des temps d'immersion différents à savoir 30, 60 et 90 minutes. Cette étude nous a permis de voir l'intérêt de l'apport de l'aluminium à la surface de l'acier, qui confère une bonne tenue à l'oxydation aux hautes températures.

L'analyse par microscopie optiques de nos aciers calorisés nous a montré la formation de trois couches différentes à savoir la couche d'acier, la couche intermétallique et la couche externe d'aluminium.

La morphologie à l'interface semble irrégulière, elle apparaît sous un profil en dents de scie. Cette morphologie reste une caractéristique de la diffusion de l'aluminium dans les aciers.

Une porosité est observée au niveau de la couche intermétallique, elle est dû automatiquement à la dissolution du fer dans l'aluminium. De plus des fissures au voisinage de cette couche intermétalliques sont ainsi présentes, elles caractérisent la fragilité de cette couche qui correspond aux combinaisons intermétalliques FeAl qui composent cette couche intermétallique.

L'épaisseur de la couche intermétallique est aussi évaluée, elle augmente d'une manière linéaire en fonction du temps de calorisation.

L'analyse par Microscopie Electronique à Balayage en mode électrons rétrodiffusés qui permet de distinguer les phases par contraste chimique a montré les différentes couches formées en fonction du contraste d'image. La phase clair correspond à la couche du fer, la phase sombre à la couche d'aluminium et enfin un contraste intermédiaire, plus foncée que la couche du fer et plus clair que celle de l'aluminium, elle est caractéristique de la couche intermétallique qui est formée par des composés intermétalliques FeAl.

L'analyse par Diffraction de Rayons X nous a permis d'avoir un diffractogramme de l'intensité en fonction de l'angle de diffraction. L'identification réalisée sur les pics est montré que la phase formée est principalement  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ . Cette phase est formée suite à l'interdiffusion des éléments fer et aluminium.

- [1] Marc VANGHELUWE, Revêtement métallique a base de poudres sur acier a base carbone : Application des dépôts de zinc, D'aluminium et d'alliage .
- [2] Sabrina mandil, contribution à l'étude de la calorisation dans les alliages base de Fer, thèse, doctorat 2016.
- [3] Research Gate, Fer Carbone 36 page.PDF, 11 October 2016.
- [4] Fédération Française de l'acier 6, rue André campra 93212 La plaine Saint Denis Cedex, Fiche 16-version 1Mai 2013.
- [5] Samira El MESSKI, Etudes des mécanismes D'oxydation des alliages Feceral el de l'aisi 316L Haute température (700-1300C°), thèse le 20 Septembre 2007.
- [6] Fabien Rionl, cinétiques et mécanismes de corrosion. Sèche d'un cermet a base Cu-avi, thèse N° d'ordre = 375GP, a Saint-Etienne le 13 Septembre 2005.
- [8] Alejandro Orsikowky, Basile Payen, Javier Piema, Les acines inoxydable mode in chine.
- [9] Joseph ENDLE, Philippe Arum, traitement de surface des métaux-Etamage par immersion, 10Janve 1989 M1528V.
- [10] R.Rajendran, S.Venkatas Wamy, U.Jaikrishna, N.Gowrishankar, A.Rajadurai (effet of process parametres in hot-dip aluminising of medium carbon steel).2000.
- [11] Claudia Constantza PLACIO ESPINOSA étude de comportement élastique de revêtement élaborés par projection thermique= Mis au point d'une méthode de caractérisation avec les propriétés obtenues par indentation thèse doctorat le 15 Décembre 2016.
- [13] T.S.Nguyen, Influence de la nature du liant et de la température sur le transport du chlorure dans des matériaux cimentaire, thèse de doctorat de l'institut National des sciences appliquées (INSA) Toulouse, 2006.
- [14] Wang Daqing, Shi Ziyuan, zou long jianeg. Aliquide aluminum corrosion resistance surface on steel substrate applied surface sciences 214 (2003).
- [15] Gut Hameed A ween, Faiz ul Hassan. The morphology of coating substrate interface in hot-dip-aluminised steels, Metallurgical and Materials En geneering A 472 (2008).