

Préparation métallographique de l'acier inoxydable

Les aciers résistants à la corrosion contiennent au moins 11% de chrome et sont collectivement connus comme «Aciers inoxydables». Au cœur de ce groupe d'aciers fortement alliés, quatre catégories peuvent être identifiées: les aciers inoxydables ferritique, martensitique, austénitique, et austénitique-ferritique (duplex). Ces catégories décrivent la microstructure de l'alliage à température ambiante, ce qui est grandement influencé par la composition de l'alliage.

La caractéristique principale des aciers inoxydables est leur résistance à la corrosion. Cette particularité peut être intensifiée par l'ajout d'éléments d'alliage spécifiques, qui ont également un effet bénéfique sur d'autres caractéristiques, tels que la robustesse et la résistance à l'oxydation. Par exemple, le niobium et le titane augmentent la résistance à la corrosion intergranulaire, car ils absorbent le carbone pour former des carbures; le nitrogène augmente la résistance et le soufre permet d'accroître l'usinabilité, car il forme des petits sulfures de manganèse, créant des copeaux courts.

En raison de leur résistance à la corrosion et de leurs finis de surface de tout premier rang, les aciers inoxydables jouent un rôle prépondérant dans



Pièces en acier inoxydable de haute performance pour l'industrie aéronautique

l'industrie aéronautique, chimique, pharmaceutique et agroalimentaire, dans les cuisines professionnelles, l'architecture et même la bijouterie.

La métallographie des aciers inoxydables est une partie importante du contrôle qualité général du processus de production. Les tests métallographiques principaux sont la mesure de la taille de grain, l'identification du ferrite delta et de la phase sigma, l'évaluation et la répartition des carbures. De plus, la métallographie est utilisée dans l'analyse des défauts pour l'examen des mécanismes de corrosion/oxydation.



Fig. 1: Acier duplex, attaqué avec une solution aqueuse 40% d'hydroxyde de sodium, montrant une austénite bleue et un ferrite jaune

Difficultés au cours de la préparation métallographique

Prépolissage et polissage: Rayures et déformation dans les aciers inoxydables ferritiques et austénitiques. Préservation des carbures



Surface d'un acier inoxydable après polissage 3 µm, montrant une déformation de prépolissage

DIC 25x



Acier inoxydable insuffisamment poli après attaque colorante (Beraha II), montrant des déformations

100x

Solution

Polissage diamanté et polissage final soigneux à la silice colloïdale ou à l'alumine



Production et application de l'acier inoxydable

Le processus de production des aciers fortement alliés est un processus sophistiqué de fusion et de refusion. Un mélange de fer et de ferraille tout spécialement sélectionnée est tout d'abord fondu dans un four à arc électrique, et moulé en lingots, ou moulé en continu en blooms ou billettes. Pour de nombreuses applications, ces produits primaires peuvent alors être usinés sous forme de barres, tiges ou plaques. Pour des aciers de qualité plus élevée, le produit primaire peut être utilisé comme matière première en usinage pour un processus de fabrication d'acier secondaire. Ce processus secondaire peut être une refusion double ou même triple par induction sous vide plus fusion à l'arc sous vide, ou refusion par électroslag, ce qui peut également être réalisé sous pression et gaz inertes. L'objectif principal de ce processus secondaire est de réduire les impuretés telles que les oxydes, les sulfides et les silicates pour que, par fusions successives, le degré de pureté augmente et que des barres homogènes avec des caractéristiques mécaniques et physiques excellentes soient produites.

Application

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables est basée sur un alliage du chrome au fer, et dépend de la formation d'une couche de surface aux oxydes passive, qui se reconstruit spontanément lorsque endommagée mécaniquement. Une variété de différents types de corrosion peut apparaître, tels que les piqûres, la contrainte, la corrosion intercrystalline ou vibrationnelle. Une résistance améliorée à toute forme d'attaque spécifique peut être prodiguée en ajoutant des éléments d'alliage autres que le chrome, par exemple le molybdène, qui améliore la résistance contre la corrosion par piqûres. Les principaux alliages, caractéristiques et exemples d'applications des quatre types d'aciers inoxydables sont brièvement décrits:

Aciers inoxydables ferritiques: de 11 à 17% de chrome et faible contenu de carbone, non traitable thermiquement. Caractéristiques: magnétique, résistant à la corrosion atmosphérique, résistance et robustesse modérées. Applications: soupapes magnétiques, lames de rasoir, intérieur de voitures.

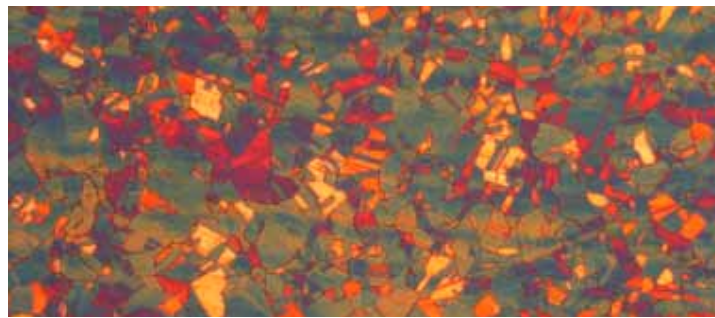
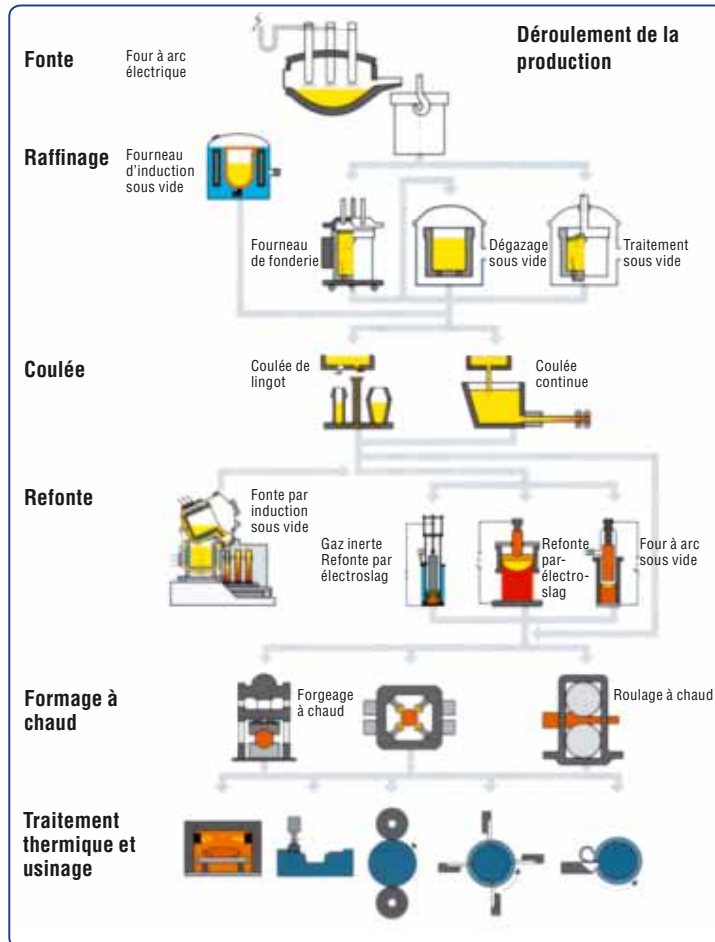


Fig. 2: Acier austénitique, après attaque colorante (Beraha II)

100x



Aciers inoxydables martensitiques: de 12 à 18% de chrome, les éléments d'alliage principaux sont le carbone (contenu moyen) et le nickel (2-4%), alliages traitables thermiquement. Caractéristiques: résistance élevée à la corrosion, et résistance à la température élevée et au fluage.

Applications: scalpels, couteaux, crochets et pinces pour les applications chirurgicales, systèmes de transmission et pièces de haute performance dans l'industrie aéronautique.

Aciers inoxydables austénitiques: avec entre 0,03 et 0,05% de carbone, les éléments d'alliage principaux sont le chrome (17-24%), le nickel (8-25%) et le molybdène (2-4%), le titane et le niobium pour la formation de carbures, non traitables thermiquement. Caractéristiques: ductilité élevée, résistance élevée à la corrosion, résistants aux acides oxydants, l'alcali, très bon-

nes propriétés de formage à froid, facilement fabriqués/usinés.

Applications: vis, boulons et implants, ustensiles de cuisine, applications à basse température, dans l'industrie chimique, pharmaceutique et agroalimentaire.

Aciers austénitiques-ferritiques, (Duplex): contenu faible en carbone, généralement contenu plus élevé en chrome (de 21 à 24%) et contenu plus faible en nickel (de 4 à 6%) que dans les aciers austénitiques, molybdène 2 à 3%. Caractéristiques: résistance à la fatigue dans les médias corrosifs, bonne résistance contre la corrosion sous contrainte. Applications: équipement pour l'industrie chimique, environnementale et offshore, l'architecture.



Difficultés de préparation des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ferritiques sont tendres, les aciers austénitiques sont ductiles, et ils ont tous deux tendance à la déformation mécanique. Le polissage final laisse habituellement ces aciers très réfléchissants. Cependant, s'ils ne sont pas soigneusement prépolis, les déformations peuvent resurgir après l'attaque (Fig. 3). En raison de leur dureté, les aciers martensitiques sont relativement faciles à polir. En général, il faudra prendre soin de préserver les carbures.



Fig. 3: Acier austénitique, insuffisamment poli, 500x montrant des déformations après l'attaque (Beraha II)

Recommandations pour la préparation des aciers inoxydables

Il est fortement recommandé, pour les aciers inoxydables tendres et ductiles, d'éviter l'usage des papiers de prépolissage à grains très grossiers et de pressions élevées, car cela pourrait avoir pour conséquence une profonde déformation. En règle générale, la granulométrie la plus fine possible, en concordance avec la région de l'échantillon et la rugosité de la surface, devra être utilisée pour le prépolissage plan. Le prépolissage fin est accompli aux diamants sur disque rigide (Largo), ou, en alternative sur certains types d'aciers inoxydables, sur un drap DP. Le prépolissage fin est suivi d'un polissage diamanté soigneux sur un drap moyennement doux, et le polissage final à la silice colloïdale (OP-S), ou à l'alumine colloïdale (OP-AA) élimine les rayures fines. Cette étape devra être exécutée très scrupuleusement et pourra prendre plusieurs minutes. Un bon polissage final accroît les chances d'obtenir un meilleur contraste (voir «Attaque»). Il faut noter que toute déformation survenue à la première étape de prépolis-

sage, et qui n'a pas été éliminée par le prépolissage fin, laissera des traces qui ne pourront pas être effacées par le polissage final. Tableau 1 montre une méthode de préparation pour des échantillons en acier inoxydable, de 30 mm et enrobés, sur le TegraSystem semi-automatique pour échantillons individuels. Tableau 2 montre une méthode de préparation pour 6 échantillons d'acier inoxydable, 65x30 mm, enrobés à froid ou non-enrobés en utilisant MAPS ou AbraPlan/AbraPol de Struers.

Polissage électrolytique

Pour la recherche, une alternative au polissage mécanique de l'acier inoxydable peut être le polissage et l'attaque électrolytiques, car ils ne laissent aucune déformation mécanique sur la surface. Le polissage électrolytique donne d'excellents résultats pour vérifier la microstructure (Fig.4); cependant, il ne peut pas servir à l'identification des carbures. Ceux-ci sont érodés ou apparaissent grossis. Avant le polissage électrolytique, les échantillons doivent être prépolis manuellement sur papier SiC de 1000#. Plus la surface initiale est fine, meilleurs sont les résultats du polissage électrolytique (voir la méthode de préparation plus bas).

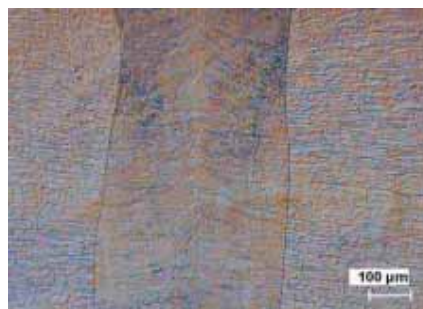


Fig. 4: Soudure d'acier inoxydable, après polissage et attaque électrolytiques, DIC

Electrolyte: A3
Zone: 1 cm²
Courant: 35 V
Débit du courant: 13
Temps: 25 sec

Attaque externe avec cuvette d'attaque en acier inoxydable:

Acide oxalique aqueux 10%
Courant: 15V
Temps: 60 sec

Méthode de préparation pour le polissage et l'attaque électrolytiques de l'acier inoxydable. Prépolissage manuel sur papier SiC 320#, 500# et 1000#, une minute sur chaque

Prépolissage

Etape	PG	FG
Support	Papier-SiC 220#	MD-Largo
Suspension		DiaPro Allegro/Largo
Lubrifiant	Eau	
t/m	300	150
Force [N]	25 par échantillon	40 par échantillon
Temps	A besoin	5 min.

Polissage

Etape	DP 1	OP
Support	MD-Dac	MD-Chem
Suspension	DiaPro Dac	OP-S/OP-AA
t/m	150	150
Force [N]	20 par échantillon	15 par échantillon
Temps	4 min.	2-3 min.

Noter: la suspension diamantée DiaPro peut être remplacée par la suspension DP diamantée P, 9µm et 3µm appliquée avec du lubrifiant bleue.

Tableau 1: Méthode de préparation pour échantillons en acier inoxydable, 30 mm et enrobés, sur TegraSystem semi-automatique pour échantillons individuels

Attaque

L'attaque des aciers inoxydables requiert une certaine expérience et de la patience. La liste des ouvrages consacrés aux réactifs d'attaque est longue, et il est recommandé d'en essayer toute une variété afin de pouvoir établir un stock individuel de solutions appropriées pour un matériau en particulier, régulièrement préparé au laboratoire. Les aciers inoxydables étant extrêmement résistants à la corrosion, des acides très puissants sont nécessaires pour révéler leur structure. Les précautions de sécurité standards doivent être appliquées lors de la manipulation de ces réactifs d'attaque. Dans un grand nombre de laboratoires, les réactifs d'attaque mentionnés dans les ouvrages seront modifiés selon le matériau à attaquer ou même en accord avec une préférence personnelle. Pour de bons résultats d'attaque, un polissage aux oxydes final suffisant est essentiel. Dans ce qui

Prépolissage

Etape	PG	FG
Support	Meule 150#	MD-Largo
Suspension		9 µm
Lubrifiant	Eau	Bleu
t/m	1450	150
Force [N]	300	300
Temps	A besoin	9 min.



Polissage

Etape	DP 1	DP 2	OP
Support	MD-Mol	MD-Nap	MD-Chem
Suspension	6 µm	1 µm	OP-S/OP-AA
Lubrifiant	Bleu	Bleu	
t/m	150	150	150
Force [N]	300	150	150
Temps	6 min.	4 min.	2-3 min.

Tableau 2: Méthode de préparation pour 6 échantillons en acier inoxydable, 65x30 mm, enrobés à froid ou non-enrobés, avec l'utilisation de MAPS ou AbraPlan/Pol de Struers

suit, se trouve une liste des réactifs d'attaque qui se sont révélés très performants pour les applications quotidiennes de routine:

Attaque chimique:

Attention: Toujours suivre les précautions de sécurité recommandées lors du travail avec un réactif d'attaque.

Pour les aciers martensitiques

- 925 ml d'éthanol
- 25 g d'acide picrique (saturé)
- 50 ml d'acide hydrochlorique

Pour les aciers austénitiques

- 1) Attaque par tamponnage:
 - 500 ml d'eau distillée
 - 300 ml d'acide hydrochlorique
 - 200 ml d'acide nitrique
 - 50 ml d'une solution de fer-III-chlorure saturée
 - 2,5 g de cuivre- II-chlorure
- 2) 100 ml d'eau
- 300 ml d'acide hydrochlorique
- 15 ml de peroxyde hydrogène (30%)

- 3) Réactif d'attaque V2A:
 - 100 ml d'eau
 - 100 ml d'acide hydrochlorique
 - 10 ml d'acide nitrique
 - Attaque à température ambiante ou jusqu'à 50°C

Réactif d'attaque colorant Beraha II:

- Solution mère
- 800 ml d'eau distillée
- 400 ml d'acide hydrochlorique
- 48 g de bifluorure d'ammonium
- Aux 100 ml de cette solution mère, ajouter de 1 à 2 g de métabisulfite de potassium pour l'attaque

Attaque électrolytique

Pour les aciers austénitiques-ferritiques (Duplex)

- 40% de solution aqueuse d'hydroxyde de sodium

Tous les aciers inoxydables:

- 10% d'acide oxalique aqueux

Interprétation de la structure

Les aciers inoxydables ferritiques ne répondent pas au traitement thermique. Leurs propriétés peuvent, cependant, être influencées par le travail à froid. Ils sont magnétiques à température ambiante. La microstructure à l'état recuit est constituée de grains de ferrite dans lesquels de fins carbures sont incrustés. Les aciers ferritiques employés pour l'usinage contiennent une grande quantité de sulfides de manganèse pour faciliter le décolletage (Fig. 5)

Les aciers inoxydables martensitiques

répondent au traitement thermique. La martensite est formée par un refroidissement rapide et ses propriétés peuvent alors être optimisées par un traitement de revenu subséquent. Les alliages sont magnétiques. Selon le traitement thermique, la microstructure peut s'étendre d'une structure martensitique pure à une fine martensite revenue.

Les différents alliages et dimensions variées des produits semi-finis exigent des températures et temps de traitement thermique complexes. La delta ferrite (Fig. 6) est habituellement une phase non-désirée, car des temps de recuit



Fig. 5: Acier inoxydable ferritique avec sulfides de manganèse et fils de petits carbures, après attaque électrolytique à l'acide oxalique 10% 200x



Fig. 6: Acier inoxydable martensitique revenu avec ferrite delta, après attaque à l'acide picrique

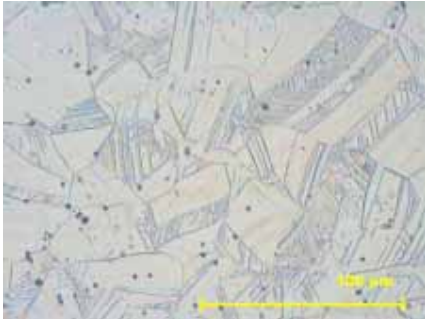


Fig. 7: Acier austénitique travaillé à froid, montrant des maclage, après attaque avec réactif d'attaque V2A



Fig. 8: Austénite avec carbures et quelques carbonitrides de titane 200x

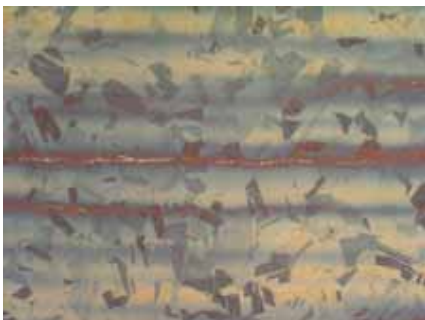


Fig. 9: Acier austénitique avec fils de ferrite delta, montrant des microségrégations. Zones bleues: réduction des éléments d'alliage.

prolongés des aciers à contenu élevé en chrome, à des températures entre 700 et 950°C, peut transformer la delta ferrite en phase dure et friable intermétallique sigma de fer-chrome. Un chauffage à 1050°C et une trempe subséquente éliminent la phase sigma et, avec elle, la couche friable.

Les aciers inoxydables austénitiques

ne répondent pas au traitement thermique. A la place, un refroidissement rapide résulte dans la production de leur condition la plus tendre. Dans cet état, ils perdent leur magnétisme. Leurs propriétés sont, toutefois, influencées par le

travail à froid. La microstructure de ces aciers consiste en des grains austénites qui peuvent montrer des maclage (Fig. 7). L'exposition de ces aciers à des températures élevées dans la région de 600 à 700°C peut avoir pour conséquence la formation de carbures complexes à l'intérieur des grains austénites. Ceci amène à un appauvrissement du chrome dans la solution solide austénitique, qui accroît la tendance à la corrosion ou à l'oxydation intergranulaires.

En réduisant le carbone en dessous de 0,015% et en ajoutant de petites quantités de titane ou de niobium, le risque de corrosion intergranulaire est réduit, car ces éléments forment des carbures plutôt que du chrome (Fig. 8).

La delta ferrite peut apparaître en raison de conditions de traitement thermique critiques dans les aciers martensitiques ou lors du travail à froid des aciers austénitiques.

Les aciers inoxydables austénitiques-ferritiques (Duplex)

sont constitués de ferrite et d'austénite. Une attaque dans une solution de 40% de soude caustique révèle la structure et le pourcentage correct pour chaque phase peut être estimé (voir Fig.1 et Fig.10 ci dessous). Ces aciers sont ductiles et sont plus particulièrement utilisés dans l'industrie agroalimentaire, du papier et oléicole.



Résumé

Les aciers inoxydables sont des aciers résistants à la corrosion avec des contenus élevés de chrome et de nickel. Les aciers inoxydables et ferritiques sont tendres, respectivement ductiles, et ont tendance à se déformer mécaniquement et à former des rayures lors de la préparation métallographique. De plus, les carbures ne peuvent pas toujours être préservés.

Pour un polissage mécanique réussi, il est recommandé

- D'éviter les abrasifs grossiers pour le prépolissage plan
- Les abrasifs diamantés pour le prépolissage fin et le polissage doivent être efficaces et garantir l'enlèvement de toute la déformation provenant du prépolissage plan
- Un polissage final aux oxydes avec de la silice colloïdale ou de l'alumine devra donner une surface exempte de déformation.

Une procédure en quatre étapes, appliquée sur un équipement de préparation automatique, donne de bons résultats reproductibles. Les aciers inoxydables sont difficiles à attaquer chimiquement et les réactifs d'attaque recommandés sont très corrosifs et nécessitent une manipulation très précautionneuse.

Alternativement, le polissage et l'attaque électrolytiques sont recommandés, donnant une surface sans déformation, mais ne préservant pas les carbures.

Fig.10: Acier duplex forgé montrant de la ferrite bleue, de l'austénite blanche et de fines aiguilles de phase sigma, réactif d'attaque hydroxyde de sodium aqueux 40%.

150x



Struers A/S
Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
Phone +45 44 600 800
Fax +45 44 600 801
struers@struers.dk

Application Notes

Préparation métallographique de l'acier inoxydable

Elisabeth Weidmann, Struers A/S, Copenhague
Anne Guesnier, Struers A/S, Copenhague
Bill Taylor, Struers, Ltd., Glasgow, Grande-Bretagne

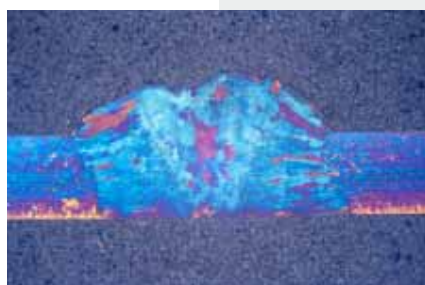
Remerciements

Nous désirons remercier Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg, Autriche, pour les informations, matériau échantillon qu'ils nous ont fourni avec générosité, ainsi que la permission de reproduire la photo des pièces de la page 1 ainsi que le diagramme "Déroulement de la production", page 2. Un remerciement tout particulier à J. Hofstätter pour sa coopération et à A. Dreindl pour les micrographies qu'il nous a offertes Figs. 1, 2, 6, 9, et 10.

Nous tenons à remercier Dr. H. Schnarr, Struers GmbH, Allemagne, pour les micrographies Fig. 4 et 7.

Bibliographie

Schumann, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1968
Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, W. Domke, Verlag W. Giradet, Essen, 1977
Metals Handbook, Desk Edition, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1985
Color Metallography, E. Beraha, B. Shpigler, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1977
Handbuch der metallographischen Ätzverfahren, M. Beckert, H. Klemm, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1976
Metallography, Principles and Practice, George F. Vander Voort, McGraw-Hill Book Company, 1984
Merkblatt 821, Edelstahl Rostfrei-Eigenschaften Informationsstelle Edelstahl Rostfrei, Düsseldorf, BRD
Metallographic instructions for color etching by immersion, E. Weck, E. Leistner, Deutscher Verlag für Schweisstechnik (DVS), Düsseldorf, 1983



Soudure d'acier inoxydable après attaque selon Beraha II.

20x

DEUTSCHLAND

Struers GmbH
Karl-Arnold-Strasse 13 B
D-47877 Willich
Telefon +49(02154) 486-0
Telefax +49(02154) 486-222
verkauf.struers@struers.de

ÖSTERREICH

Struers GmbH
Zweigniederlassung Österreich
Ginzkeyplatz 10
A-5020 Salzburg
Telefon +43 662 625 711
Telefax +43 662 625 711 78
stefan.lintschinger@struers.de

SCHWEIZ

Struers GmbH
Zweigniederlassung Schweiz
Weissenbrunnenstrasse 41
CH-8903 Birmsendorf
Telefon +41 17 77 63 07
Telefax +41 17 77 63 09
rudolf.weber@struers.de

CZECH REPUBLIC

Struers GmbH
Ocelářská 799
CZ-190 00 Praha 9
Tel. +420 2 84 818 227
Fax +420 2 660 32 278
david.cernicky@struers.de

POLAND

Struers Sp. z o.o.
Oddział w Polsce
ul. Lirowa 27
PL-02-387 Warszawa
Tel. +48 22 824 52 80
Fax +48 22 8806 43
grzegorz.uszynski@struers.de

HUNGARY

Struers GmbH
Magyarországi fióktelep
Puskás Tivadar u. 4
H-2040 Budaörs
Phone +36 (23) 428-742
Fax +36 (23) 428-741
zoltan.kiss@struers.de

SINGAPORE

Struers A/S
10 Eunos Road 8,
#12-06 North Lobby
Singapore Post Centre
Singapore 408600
Phone +65 6299 2268
Fax +65 6299 2661
struers.sg@struers.dke

THE NETHERLANDS

Struers GmbH Nederland
Electraweg 5
NL-3144 CB Maassluis
Tel. +31 (0) 10 599 72 09
Fax +31 (0) 10 599 72 01
glen.van.vugt@struers.de

FRANCE

Struers S.A.S.
370, rue du Marché Rollay
F- 94507 Champigny
sur Marne Cedex
Téléphone +33 1 5509 1430
Télécopie +33 1 5509 1449
struers@struers.fr

BELGIQUE

Struers S.A.S.
370, rue du Marché Rollay
F- 94507 Champigny
sur Marne Cedex
Téléphone +33 1 5509 1430
Télécopie +33 1 5509 1449
struers@struers.fr

USA and CANADA

Struers Inc.
24766 Detroit Road
Westlake, OH 44145-1598
Phone +1 440 871 0071
Fax +1 440 871 8188
info@struers.com

UNITED KINGDOM

Struers Ltd.
Erskine Ferry Road,
Old Kilpatrick
Glasgow, G60 5EU
Phone +44 1389 877 222
Fax +44 1389 877 600
info@struers.co.uk

JAPAN

Marumoto Struers K.K.
Takara 3rd Building
18-6, Higashi Ueno 1-chome
Taito-ku, Tokyo 110-0015,
Phone +81 3 5688 2914
Fax +81 3 5688 2927
struers@struers.co.jp

CHINA

Struers (Shanghai) Ltd.
Room 1705, Nanzheng Bldg.
580 Nanjing Road (W)
P.R.C - Shanghai 200041