

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**École Nationale Polytechnique**  
**Département de Métallurgie**



***Mémoire de Magister***

Etudie par : **Lemrini LEMRINI**

Ingénieur d'Etat en Métallurgie

**Thème**

---

**Influence des phénomènes de précipitation sur le  
comportement mécanique d'un acier inoxydable  
Duplex 2205**

---

*Soutenue publiquement le : 04 Juillet 2012, devant le jury composé de :*

Président :	MESRATI Nadir	Professeur (ENP)
Directeur de thèse :	BOUABDALLAH Mabrouk	Professeur (ENP)
Examineurs :	DJEGHLAL Med Elamine	Professeur (ENP)
	CHITROUB Mohamed	Professeur (ENP)
	LARIBI Merzak	Professeur (ENP)
Invité :	ABADLI Kamel	M.C.B (ENP)

## **ملخص :**

هذا العمل يهدف إلى تسليط الضوء من ناحية ، تأثير درجة حرارة الإسقاء و الإحماء على تفاعل التحلل طور الفريت من خلال دراسة تطور معيار مساحة حدود الحبيبات و معدل ترسبات الطور سيغما و كربيدات الكروم المترسبة في الفولاذ المقاوم للصدأ أستنتيفيريتي 2205.

ومن ناحية أخرى دراسة تطور الصلابة والتشوه البلاستيكي استجابة لظواهر الترسيب . أظهرت الدراسة أن النتائج متنسقة مع بعضها البعض وتؤكد عددا من الدراسات المتخصصة لدراسة تأثير هذه الرواسب على سلوك الميكانيكية.

## **الكلمات المفتاحية :**

الطور سيغما، كربيدات الكروم، والفولاذ المقاوم للصدأ أستنتيفيريتي، والمعالجة الحرارية، والصلابة، التشوه البلاستيكي.

## **Résumé**

Ce travail a pour but de mettre en évidence, d'une part l'effet de la température d'hypertrempe et la température de revenue sur la réaction de décomposition de la ferrite en étudiant l'évolution de la surface spécifique des joints de grains, le taux de la phase sigma et les carbures de chrome qui se précipitent dans un acier inoxydable duplex 2205, et d'autre part, d'étudier l'évolution de la dureté et la déformation plastique suite aux phénomènes de précipitation.

Les résultats obtenus sont en cohérence entre eux et confirment plusieurs travaux consacrés à l'étude de l'influence des ces précipités sur le comportement mécanique.

**Mots clefs :** Phase sigma, carbures de chrome, aciers inoxydable duplex, traitement thermique, dureté, déformation plastique.

## **Abstract**

This work aims to at highlight the one hand the effect of annealing temperature and tempered temperature on the decomposition reaction of the ferrite by studying the evolution of the specific area of grain boundaries, the rate of the sigma phase and chromium carbides which are precipitated in a duplex stainless steel 2205. On the other hand, this work aims at highlight the evolution of hardness and plastic deformation in response to precipitation phenomena.

The results are consistent with each other and confirm a number of studies devoted to the study of the influence of these precipitates on the mechanical behavior.

**Keywords :** Sigma phase, chromium carbides, duplex stainless steels, heat treatment, hardness, plastic deformation.

*A mes parents...*

## *~Remerciements~*

*Au terme de ce parcours, ma très sincère gratitude va à M. Mabrouk BOUABDALLAH non seulement pour avoir dirigé la mémoire mais aussi pour la confiance qu'il m'a accordée en m'initiant à la recherche, les orientations qu'il m'a données tout au long de ces années.*

*Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à M. Badji RIADH, co-directeur de ma mémoire pour son aide immense au sein de laboratoire CSC, sa rigueur, ses idées et le temps qu'il m'a accordé tout au long de ce travail.*

*Je remercie M. Mohamed Elamine DJEGHLAL, professeur à l'école national supérieur polytechnique d'Alger, d'avoir examiné mon travail et présider le jury, également Messieurs les membres de jury qui ont accepté d'examiner et d'évaluer mon travail. Et tous les enseignants qui ont contribué à ma formation.*

*Mes vifs remerciements vont aussi à Messieurs. Beladel, Amri et Souami pour leurs aides pendant les expériences par EDX au centre des recherches nucléaires d'Alger CRNA.*

*Merci infiniment aux membres de laboratoire CRNB Djelfa et à tous ceux qui ont participé de loin ou de près dans ce travail.*

*Je remercie, mon amis Benguite DJAMEL pour son soutien et son encouragement permanent tout au long de ces années malgré les distances qui nous séparent.*

*Je remercie également ceux qui m'ont fait le grand plaisir d'assister à ma soutenance.*

*Un grand Merci à ma petite famille (ma femme et mes filles Sarah et Melak) pour m'avoir supporté pendant toutes ces années. Rien n'aurait été réussi sans leurs présences.*

*Enfin, je dédie ce travail à mes parents, mes sœurs et mes frères en témoignage de ma profonde affection et mon éternelle reconnaissance pour leurs soutiens pendant toutes mes études depuis « Elkotteb » jusqu'au magister.*

*L.lemrini*

# Table des matières

## **INTRODUCTION GENERALE**

## **PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

<b>I.1</b>	<b>LES ACIERS INOXYDABLES.....</b>	<b>05</b>
I.1.1	Etude des aciers inoxydables.....	05
I.1.1.1	Alliage Fer-Carbone.....	05
I.1.1.2	Alliage Fer-Chrome.....	05
I.1.1.3	Alliage Fer-Nickel.....	06
I.1.1.4	Alliage Fer-Chrome -Carbone.....	07
I.1.1.4	Alliage Fer-Chrome –Nickel.....	08
I.1.2	Influence des éléments d'Addition.....	10
I.1.2.1	Eléments Gamma-gène.....	11
I.1.2.2	Eléments Alpha-gène.....	14
I.1.3	Principaux constituants des aciers inoxydables.....	15
I.1.3.1	Matrice.....	15
I.1.3.2	Phase interstitielles.....	15
I.1.3.3	Phase intermétalliques.....	15
I.1.4	Les familles d'aciers inoxydables.....	16
I.1.4.1	Les aciers inoxydable ferritiques.....	16
I.1.4.2	Les aciers inoxydable martensitiques.....	16
I.1.4.3	Les aciers inoxydable austénitiques.....	17
I.1.4.4	Les aciers inoxydable austéno-ferritiques.....	17
<b>I.2</b>	<b>LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX.....</b>	<b>19</b>
I.2.1	Présentation des aciers duplex.....	19
I.2.2	Transformations consécutives à un traitement thermique.....	21
I.2.2.1	Composition des phases- Partage des éléments.....	22
I.2.2.2	Transformation à température supérieure à 1050°C .....	23
I.2.2.3	Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C .....	25
I.2.2.3.1	Précipitation de carbures de chrome .....	25
I.2.2.3.2	Précipitation de nitrures.....	26
I.2.2.3.3	Austénite de secondaire ( $\gamma_2$ ).....	26
I.2.2.3.4	Précipitation de la phase sigma ( $\sigma$ ).....	27
I.2.2.3.5	La phase chi ( $\chi$ ).....	29
I.2.2.4	Transformations à température inférieure à 600 °C .....	29

I.2.3	Propriétés physiques et mécaniques.....	29
I.2.3.1	Propriétés physiques.....	29
I.2.3.2	Propriétés mécanique.....	30
I.2.3.2.1	Influence de la Structure.....	31
I.2.3.2.2	Influence de la Composition.....	32
I.2.3.2.3	Influence des Traitements thermiques.....	33
I.3	<b>COMPORTEMENT MECANIQUE</b> .....	34
I.3.1	Plasticité et phénomène d'écroutissage.....	34
I.3.2	Lois de comportement mécanique.....	36
I.4	<b>PHENOMENES DE PRECIPITATION</b> .....	37
I.4.1	Généralités sur les phénomènes de précipitation.....	37
I.4.2	Les différents types de précipitation.....	37
I.4.2.1	Précipitation contenue.....	39
I.4.2.2	Précipitation discontinue.....	39
I.4.2.2.1	Condition nécessaire d'apparition de précipitation discontinue.....	40
I.5	<b>EQUATIONS DE TYPE Johnson-Mehl-Avrami (J.M.A)</b> .....	43
I.5.1.	Phénomène d'empiètement et modification des équations de (J.M.A).....	46
I.5.1.1	Détermination des paramètres de transformation.....	47
I.5.1.2	Cinétique maximale de la transformation.....	49
 <b>PARTIE II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES</b>		
II.1	Introduction.....	50
II.2	Présentation du matériau étudié.....	50
II.3	Analyse de la composition chimique.....	50
II.4	Traitements thermiques.....	51
II.4.1	Traitement de mise en solution.....	51
II.4.2	Traitement de revenu.....	52
II.5	Caractérisation.....	53
II.5.1	Caractérisation microstructurale.....	53
II.5.2	Caractérisation mécanique.....	59
II.5.2.1	La dureté.....	59
II.5.2.2	Essai de traction.....	60

## **PARTIE III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS**

III.1	Effet des traitements thermique sur l'évolution de la microstructure.....	63
III.1.2	Effet des traitements d'hypertrempe.....	63
III.1.3	Effet du traitement de revenue.....	66
III.1.4	Caractérisation par microanalyse EDX.....	71
III.2	Effet des traitements thermiques sur la dureté.....	75
III.3	Cinétique de précipitation de la phase sigma.....	77
III.4	Lois de comportement mécanique et paramètres associés .....	88

## **CONCLUSION GENERALE**

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## **ANNEXES**

# Liste des Figures

<b>Figure I.01 :</b> Diagramme d'équilibre binaire Fe-C.	06
<b>Figure I.02 :</b> Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr.	06
<b>Figure I.03 :</b> Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni.	07
<b>Figure I.04 :</b> (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématiques) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone.	08
<b>Figure I.05 :</b> (a) Influence du Nickel sur l'extension de la boucle des alliages ternaires Fe-Cr-Ni ;(b) Coupes verticales du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en Chrome.	08
<b>Figure I.06 :</b> différents types de diagrammes binaires par additions d'éléments.	10
<b>Figure I.07 :</b> (a) Effet des éléments d'alliage sur la courbe de polarisation anodique ; (b) Effet des éléments d'alliage sur la formation des différents précipités.	13
<b>Figure I.08 :</b> Propriétés mécaniques et tenue à la corrosion de quelques nuances d'aciers laminés couramment commercialisés.	19
<b>Figure I.09 :</b> (a) Microstructures typiques des aciers inoxydables duplex ; (b) Variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex.	20
<b>Figure I.10 :</b> a) coefficient de partage des aciers hypertrempés à l'eau ; b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température.	22
<b>Figure I.11 :</b> a) Effet des éléments d'alliage sur la solubilité de l'Azote dans un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide à 1600°C sous une pression de 1 atmN <sub>2</sub> ; b) Teneur en Azote de la ferrite et de l'austénite pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex.	23
<b>Figure I.12 :</b> Evolution de la teneur en ferrite fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C.	24
<b>Figure I.13 :</b> Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex.	25
<b>Figure I.14 :</b> (a) Structure de la phase sigma quadratique de paramètres $a = 8.970 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$ ; (b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface /et sa croissance à l'intérieur de la ferrite.	27
<b>Figure I.15 :</b> Influence des additions d'azote sur les résistances $R_m$ et $R_{0,002}$ .	32
<b>Figure I.16 :</b> Influence de la température de revenu sur les propriétés mécaniques en traction et en résilience.	33
<b>Figure I.17 :</b> Différentes représentations macroscopiques du comportement plastique.	35
<b>Figure I.18 :</b> Représentation schématique de la plupart des microstructures et leur, observées par microscope optique durant les divers stades de précipitation à partir de la solution solide sursaturée.	38
<b>Figure I.19 :</b> Schéma de la précipitation discontinue.	40
<b>Figure I.20 :</b> Diagramme d'équilibre a solubilité plus grande à haute température.	41
<b>Figure I.21 :</b> Diagramme d'équilibre a solubilité plus grande à haute température.	42

<b>Figure I.22</b> : Courbes de fraction transformée en fonction du temps (a) influence de l'exposant n, (b) influence de la constante de vitesse K.	45
<b>Figure II.01</b> : position relative de l'acier utilisé dans l'étude (25%Cr) dans le Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.	50
<b>Figure II.02</b> : Représentation schématique des séquences des traitements thermiques utilisés.	51
<b>Figure II.03</b> : Four électrique a canal horizontal pour traitements thermiques.	52
<b>Figure II.04</b> : Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.	54
<b>Figure II.05</b> : Microscope optique utilisées pour la micrographie.	55
<b>Figure II.06</b> : Les différentes étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image ; (a) l'image initiale non traitée; (b) image transformée en nuance de gris; (c, d) images finale binaire.	56
<b>Figure II.07</b> : Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.	57
<b>Figure II.08</b> : Schéma illustratif indenteur type Vickers.	59
<b>Figure II.09</b> : Schéma illustratif de la courbe de traction «contrainte-allongement».	61
<b>Figure II.10</b> : Prélèvement des éprouvettes des essais de traction selon le sens de laminage DL à partir d'un tube duplex 2205.	61
<b>Figure II.11</b> : Dimensions de l'éprouvette de traction.	61
<b>Figure III.01</b> : Effet des traitements d'hypertrempe sur la microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205.	64
<b>Figure III.02</b> : Evolution du taux de ferrite en fonction d'hypertrempe et de temps de maintien.	65
<b>Figure III.03</b> : Evolution de la surface spécifique L en fonction d'hypertrempe et les températures de maintien.	65
<b>Figure III.04</b> : Evolution de la précipitation de la phase sigma avec le temps de maintien à 800°C après hypertrempe a partir de 1250°C pendant : (a) 30 min: (b) 60 min: (c) 02 h: (d) 07 h: (e) 30h :(f) 72h. Grossissement × 200.	67
<b>Figure III.05</b> : Résultats de la microscopie électronique à balayage illustrant l'évolution de la microstructure a partir d'hypertrempe à 1150°C après 07 heures dans différentes températures de maintiens.	69
<b>Figure III.06</b> : Schéma relative montrant le caractère de la précipitation de la phase sigma.	69
<b>Figure III.07</b> : Illustration schématique des déférents stades de la décomposition de la ferrite.	71
<b>Figure III.08</b> : Evolution de concentration des phases après 07 heures de maintien à partir d'hypertrempe à 1150°C puis revenues à 700°C, 750°C, 800°C.	72
<b>Figure III.09</b> : Evolution de concentration des phases en fonction du temps de maintien à partir d'hypertrempe à 1150°C puis revenue à 750°C	72
<b>Figure III.10</b> : Exemple EDX à 1250-800°C après 03 heures de maintien.	73
<b>Figure III.11</b> : Evolution de la dureté HV10 en fonction des températures d'hypertrempe Et revenue.	76

<b>Figure III.12</b> : Evolution des fractions transformée en fonction du temps de maintien Pour tous les vieillissements.	78
<b>Figure III.13</b> : Courbe représentant l'évolution de l'équation $\ln \left[ \frac{(1-y)-c-1}{C} \right] = F [\ln (t)]$ pour des échantillons hypertrempés à partir de 1250°C 1150°C et 1050°C puis revenue à 800°C.	79
<b>Figure III.14</b> : Evolution des paramètres (n) et (c) en fonction des températures d'hypertrempes et revenue.	82
<b>Figure III.15</b> : Evolution de la constante de vitesse (k) en fonction des températures d'hypertrempe et revenue.	82
<b>Figure III.16</b> : Evolution de la vitesse de précipitation (dy/dt) en fonction de temps de maintien t dans des échantillons hypertrempés à partir de 1150°C.	84
<b>Figure III.17</b> : Evolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps (t) pour les trois hypertrempes à partir d'un maintien à 800°C.	86
<b>Figure III.18</b> : Evolution de la fraction transformé en fonction de la température d'hypertrempe Apres revenue à 750°C pour différent temps de maintien.	87
<b>Figure III.19</b> : Détermination des paramètres par la loi de Ludwick.	88
<b>Figure III.20</b> : Détermination des paramètres par la loi de Hollomon.	89
<b>Figure III.21</b> : Détermination des paramètres par la loi de Swift.	89
<b>Figure III.22</b> : Détermination des paramètres par la loi de Voce.	90

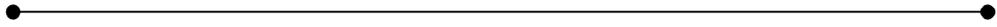
# Liste des Tableaux

<b>Tableau I.01</b> : Comparaison des propriétés physiques des principales nuances d'acier inoxydable.	30
<b>Tableau I.02</b> : Propriétés mécaniques des différents aciers inoxydables.	31
<b>Tableau I.03</b> : Influence du pourcentage de la ferrite sur les propriétés mécaniques des aciers duplex.	31
<b>Tableau II.01</b> : Composition chimique de l'alliage 2205.	50
<b>Tableau III.01</b> : Evolution de la composition chimique des trois phases : sigma, ferrite, austénite après 07 heures de maintien.	71
<b>Tableau III.02</b> : Evolution de la composition chimique des trois phases : sigma, ferrite, austénite près 07 heures de maintien.	74
<b>Tableau III.03</b> : Evolution des paramètres $k, n, c$ en fonction des températures d'hypertrempe et des températures de maintien	81
<b>Tableau III.04</b> : Valeurs de $t_m$ et $y_m$ pour toutes les températures de vieillissement.	87
<b>Tableau III.05</b> : Paramètres d'écrouissage pour 2205 déterminés avec transformation logarithmique.	90
<b>Tableau III.06</b> : Paramètres d'écrouissage pour des échantillons Hypertrempe à 1150°C puis maintenue à 700°C.	91
<b>Tableau III.07</b> : Paramètres d'écrouissage pour des échantillons Hypertrempe à 1150°C puis maintenue à 750°C	91

## Liste des symboles

$\alpha$	La phase alpha
$\alpha'$	La phase alpha prime
$\gamma$	La phase austénite
$\gamma_2$	La phase austénite secondaire
$\sigma$	La phase sigma
$\delta$	La phase delta
$Cr_{\text{éq}}$	Le Chrome équivalent
$Ni_{\text{éq}}$	Le Nickel équivalent
$JMA$	Johnson-Mehl-Avrami
$y$	La fraction transformée
$n$	Constante dans l'équation de JMA rendant compte du mécanisme de transformation (index d'Avrami)
$K$	La constante de vitesse dans l'équation de JMA
$f$	Le coefficient de partage des éléments entre la ferrite et l'austénite
$t_m$	Temps correspondant à la cinétique maximale de précipitation.
$y_m$	Fraction transformée correspondante à la cinétique maximale de précipitation.
$\bar{\epsilon}_{pl}$	Déformation plastique équivalente
$\sigma_m$	Contrainte maximale en traction uniaxiale
$\sigma_{e0}$	Seuil d'écoulement plastique équivalent du matériau vierge
$\bar{\sigma}_e$	Seuil d'écoulement plastique équivalent du matériau
$k$	Module d'écrouissage isotrope
$N$	Exposant des lois d'écrouissage isotrope de Ludwick et Hollomon
$C_s$	Coefficient de la loi d'écrouissage isotrope de Swift
$\beta$	Coefficient de la loi d'écrouissage isotrope de Voce
$Q_0$	Valeur de saturation de l'écrouissage isotrope de Voce

# **Introduction Générale**



## Introduction Générale

Les aciers inoxydables austeno-ferritique dite « duplex » sont des alliages biphasés constitués d'environ 50% d'austénite  $\gamma$  et 50% de ferrite  $\delta$ .

Cette combinaison communique à l'alliage une bonne résistance mécanique, fabricabilité, et une bonne résistance à la corrosion, et par conséquent ils sont actuellement les plus répandus dans beaucoup d'environnements fortement exigeants. Cependant, leur utilisation dans des domaines nécessitant des maintiens isotherme à des températures allant de 600° à 900°C engendre des précipitations de phases et composé intermétalliques.

Le plus critique au sujet du vieillissement aux hautes températures est la précipitation de la phase sigma. Cette dernière est la plus indésirable dans les aciers inoxydables. La précipitation de cette phase cause non seulement une perte de la résistance à la corrosion, mais une chute dramatique de la résilience et une perte de la ductilité du matériau.

Dans les aciers duplex la précipitation de la phase sigma reste conditionnée par plusieurs paramètres parmi lesquels on peut citer le taux de ferrite, la surface spécifique des joints de grains et le temps de maintien.

**L'intérêt particulier de ce travail porte sur l'étude du comportement mécanique de l'acier duplex 2205 suite aux phénomènes de précipitation.**

Pour cela différents aspects ont été abordés :

- 1) L'étude de l'influence des traitements thermiques sur l'évolution de la surface spécifique des joints des grains et le taux de ferrite au cours du temps.
- 2) le suivi des évolutions structurales au cours des différentes étapes de précipitation.
- 3) le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques.
- 4) la mise en évidence de type de mécanisme et de la cinétique de la précipitation approprié à cet alliage.
- 5) la mise en évidence de l'effet de la précipitation de la phase sigma sur la déformation plastique de l'alliage.

A cet égard différentes techniques ont été utilisées notamment :

- ✓ La microscopie optique.
- ✓ La métallographie quantitative.
- ✓ La microscopie électronique à balayage (MEB).
- ✓ Essais de traction.
- ✓ Traitements thermiques (hypertrempe et revenu).

*L'utilisation de l'essai de dureté pour l'estimation du taux de précipité constitue une étape indispensable dans notre étude.*

Cette étude se compose de :

- I. Etude bibliographique comprend :
  - Une brève présentation des aciers inoxydables. Ainsi que leurs systèmes de base Fe-Cr-Ni et Fe-Cr-C, l'influence des éléments d'addition sur les propriétés mécaniques.
  - Descriptions des aciers duplex (leurs composition chimique, leurs structures,..) et les transformations consécutives à un traitement thermique, les propriétés physiques et mécaniques.
  - Un rappel sur les équations de **Jhonson-Mehl-Avramis** régissant la croissance des précipités et l'interaction au phénomène d'empatement et modifications apportés à ces équations.
- II. Partie consacrée aux méthodes expérimentales et alliage utilisé.
- III. Partie rassemble les résultats obtenus et leurs interprétations.

# Partie I

## Etude bibliographique

---

*1.1 Les aciers inoxydables.*

*1.2 Les aciers inoxydables duplex.*

*1.3 Comportement mécanique.*

*1.4 Phénomènes de précipitation.*

*1.5 Equations de type Johnson-Mehl-Avrami (J.M.A).*

---

## I.1 Les aciers inoxydables

### I.1.1 Etude des aciers inoxydables

La maîtrise des différentes combinaisons entre les diagrammes d'équilibre binaires Fe-Cr, Fe-C et Fe-Ni permet de comprendre et de justifier les différentes classes d'aciers inoxydables ainsi que les transformations structurales qu'ils subissent et d'étudier plus particulièrement les diagrammes Fe-Cr-Ni et Fe-C-Ni qui en résultent.

#### I.1.1.1 Alliage Fer-Carbone

Le Carbone a une plus grande solubilité dans l'austénite que dans la ferrite à cause du réseau cristallin existant. Sa solubilité maximale dans l'austénite à la température du palier eutectique ( $\sim 1150$  °C) est de 1.7%, elle est de (0.04%) de poids dans le fer  $\alpha$  et de (0.15%) dans le fer  $\delta$ .

En effet, la structure CC est moins tolérante que la structure CFC vis à vis des atomes en insertion. (Figure I.01).

#### I.1.1.2 Alliage Fer-Chrome

Le Chrome de structure CC comme le Fer  $\alpha$  ou  $\delta$ , c'est un élément  $\alpha$ -gène. Le domaine austénitique est restreint à une boucle limitée à une teneur en Chrome d'environ 13% d'où deux classes d'alliages Fer-Cr distinctes (à condition que % C soit nulle) (Figure I.02).

➤  **$0\% < Cr < 13\%$**

Dans cette zone de concentration un domaine d'existence de la phase  $\gamma$  et d'autres structures hors équilibre de caractère martensitiques du point de vue microstructural apparaît suite à un chauffage en domaine ( $\gamma + \alpha$ ) ou  $\gamma$ ,  $\delta$ , suivi d'une trempe à 20 °C.

➤  **$13\% < Cr < 100\%$**

Dans ce cas la structure est de nature ferritique. Par revenu prolongé à des températures supérieures ces alliages sont sensibles au grossissement des grains, autour d'une concentration Cr (45%-55%) apparaît une phase quadratique complexe appelée phase sigma qui sera reprise avec plus d'intérêt par la suite.

### I.1.1.3 Alliage Fer-Nickel

Le Nickel de structure CFC favorise la structure austénitique (Figure I.03). Les Alliages Fer-Ni sont de structure monophasée, austénitique hors équilibre après trempe à l'ambiante ou ferritique à faibles teneurs en nickel (< 5 à 6%). Au de la de cette teneur la structure est biphasée par la suite d'un refroidissement lent depuis le domaine austénitique.

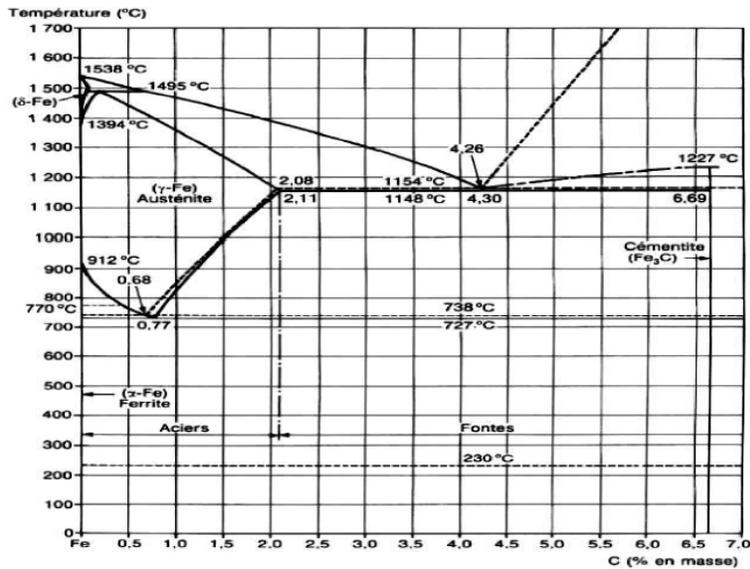


Figure I.01 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-C [10].

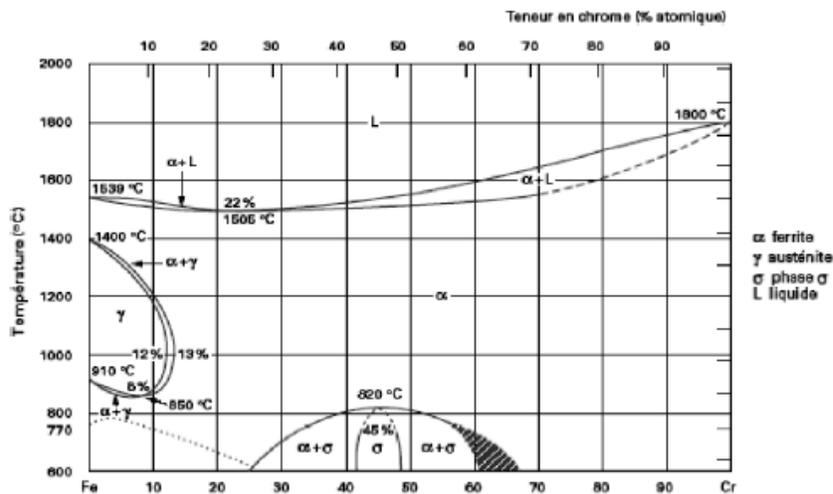


Figure I.02 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [08].

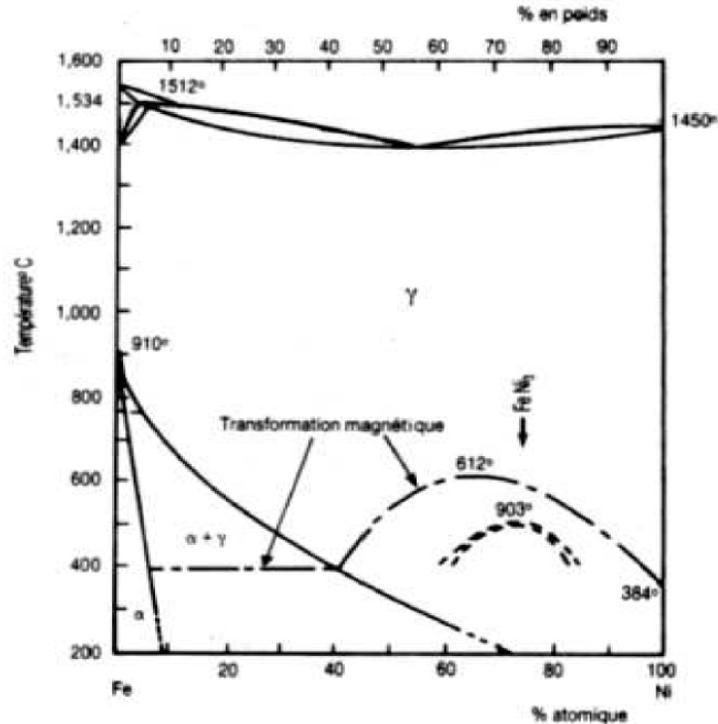


Figure I.03 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni [3].

#### I.1.1.4 Alliage Fer-Chrome -Carbone

Les projections verticales parallèles sur le plan (T-Cr %) du domaine de la phase  $\gamma$  pour des teneurs croissantes en carbone (Figure I.04) montre bien la forte action gammagène de carbone, ce dernier élargit considérablement le domaine austénitique. Permet de ce fait d'obtenir des structures hors équilibres (martensite) par austénitisation suivie d'une trempe. Ce phénomène est notable dans les aciers inoxydables martensitiques Fe-Cr-C à 17% Cr et 0,1 à 0,2% C qui ont des propriétés mécaniques supérieures aux alliages binaires Fe-Cr à 13% Cr, ferritiques.

L'existence du carbone peut donner lieu à la précipitation de carbures, bien qu'il ait un pouvoir durcissant peut conduire à des problèmes de tenue à la corrosion. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse [03,05].

### I.1.1.5 Alliage Fer-Chrome -Nickel

Le système Fe-Cr-Ni constitue la base de l'étude des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritique.

L'addition du Nickel au système Fe-Cr élargit le domaine d'existence de la phase austénitique  $\gamma$  et augmente sa stabilité à la température ambiante (Figure I.05a) il augmente la capacité de trempe des aciers en abaissant la vitesse critique de refroidissement [03].

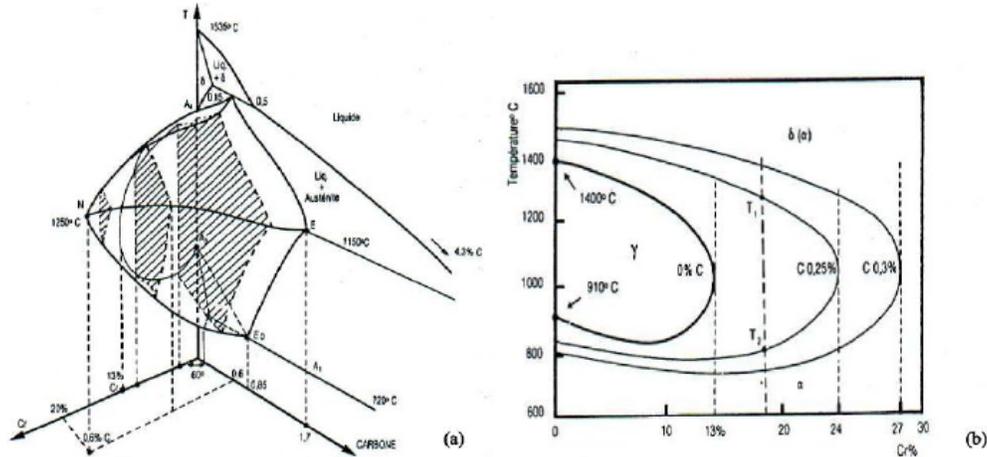


Figure I.04 : (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématisiques) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone [03].

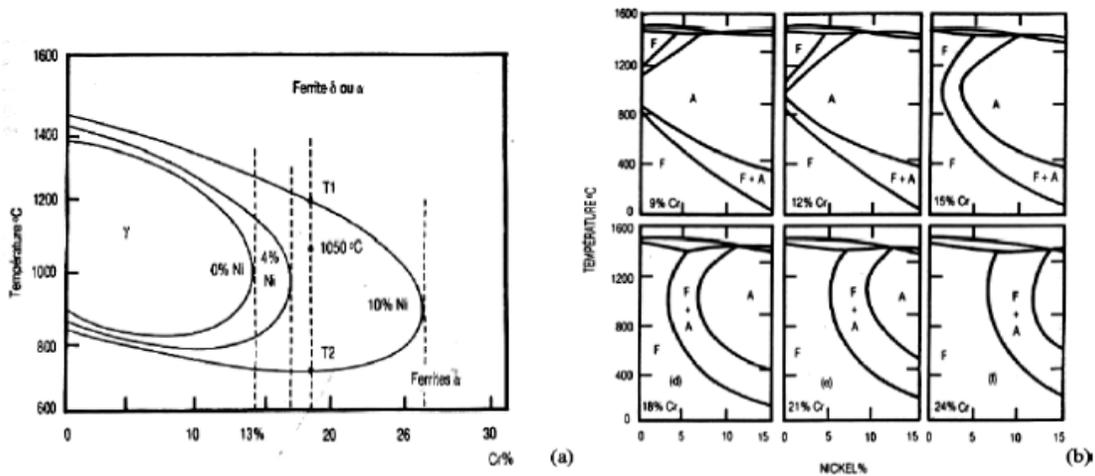


Figure I.05: (a) Influence du Nickel sur l'extension de la boucle des alliages ternaires Fe-Cr-Ni ; (b) Coupes verticales du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en Chrome [03].

Le Nickel a un pouvoir  $\gamma$ -gène beaucoup plus faible que le Carbone sur les systèmes Fer-Cr. Ce qui est clair par une simple comparaison entre les deux Figure 1.04B et 1.5a.

Pour un acier à 18% Cr il faut au moins 8% de Nickel pour obtenir une structure austénitique, alors qu'il suffit d'ajouter que 0,1 à 0,2% de Carbone pour un acier à 17%Cr.

Une autre différence importante marquée vis-à-vis comportement après trempe du point de vue micro structurale entre les systèmes Fe-Cr-Ni et Fe-Cr-C, en effet pour les alliages Fe-Cr-C à 17-18%Cr on obtient après austénitisation et trempe, une structure martensitique, tandis que la trempe confère à l'alliage Fe-Cr18-Ni8 une structure austénitique qui est tributaire de l'addition du Carbone[3].

### I.1.2 Influence des éléments d'Addition

Les éléments d'alliages ont un grand effet sur les caractéristiques mécaniques, la résistance à la corrosion...ets, des aciers inox .Ils influencent la structure de l'acier selon leurs nature et quantités ces éléments d'alliage se répartissent en deux catégories:

- 1) Ceux qui favorisent le maintien du Fer  $\alpha$ ,
- 2) Ceux qui stabilisent le Fer  $\gamma$ ,

Donc ce qui donne lieu à quatre classes de diagrammes binaires Fe-C (Figure I.06):

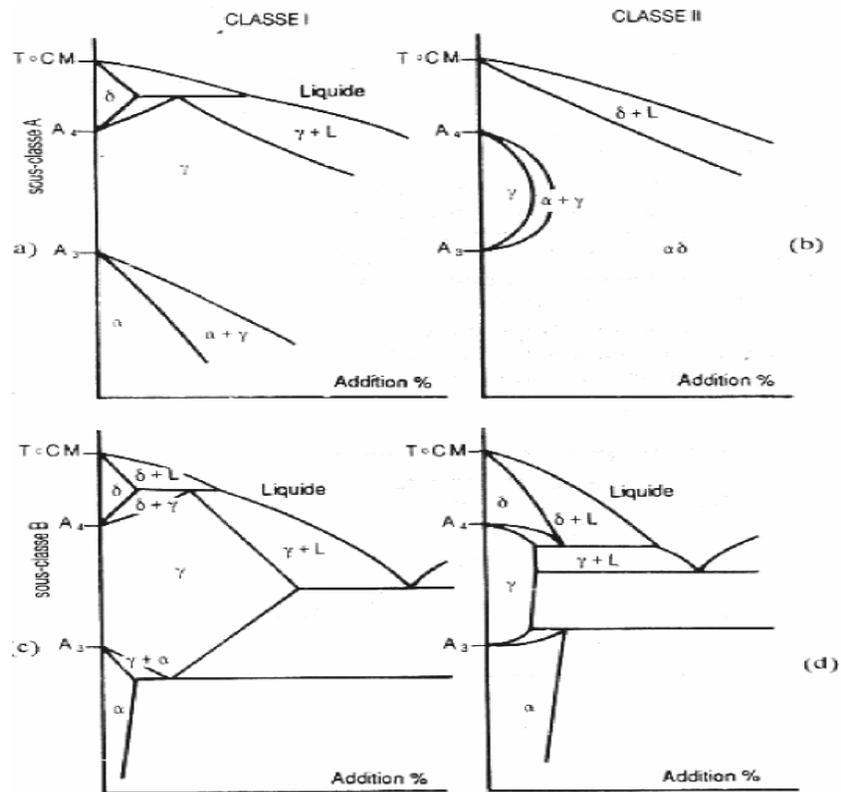


Figure I.06: différents types de diagrammes binaires par additions d'éléments [03].

#### Remarque :

L'addition à un pouvoir alpha-gène ou gamma-gène comparable, provoque une transformation eutectoïde au voisinage d'A<sub>3</sub> (910°C) (Figure I.06 d) cas de S, Na.

### **I.1.2.1 Eléments Gamma-gène :** (Figure I.06 a et c).

- (a) C'est le cas du Ni, on obtient un diagramme à large domaine austénitique.
- (b) L'addition est gamma-gène mais provoque une transformation eutectoïde, c'est le cas du Carbone et de l'Azote.

#### **a) Nickel (Ni)**

Il stabilise l'austénite et ce, afin d'obtenir un équilibre d'environ 40 à 60% de ferrite. C'est pour cette raison que les additions aux aciers inoxydables duplex dépendent principalement de la teneur en Chrome.

Un excès de 0.5 du Nickel provoque l'enrichissement de la ferrite en Chrome et en Molybdène, favorisant ainsi la transformation de la ferrite en phases intermétalliques dans l'intervalle de température de 650 à 950°C de manière importante .et accentuée la formation de la ferrite  $\alpha'$  [01]. Enfin, le Nickel améliore la résistance à la corrosion comme illustré sur la (Figure I.7a.).

#### **b) Carbone (C)**

C'est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers, cette addition permet d'augmenter la dureté et la ténacité. Pour des raisons de corrosion chimique la teneur en Carbone et dans la plupart des cas maintenue très basse.

Il est recommandé d'ajouter que 0.02 ou 0.03% pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques.

#### **c) Azote (N)**

Il agit comme le carbone, sa solubilité augmente dans les aciers au Cr et au CrNi avec l'accroissement de la teneur en Cr [26]. Les effets bénéfique d'Azote sur les aciers inoxydables sont multiples : stabilisation de l'austénite et amélioration de la résistance à la corrosion par piqûres, il élargi le domaine passive (Figure I.07a). Les additions de (0.18 à 0.28) d'Azote aux nuances austéno-ferritiques retardent aussi la précipitation des composés intermétalliques en réduisant le partage du Chrome entre les différentes phases.

Cet effet de l'Azote sur la formation des carbures et des composés intermétalliques retarde la perte de résilience au cours d'un recuit isotherme. L'addition de teneur croissante en Azote augmente plus que d'autres éléments la limite conventionnelle d'élasticité [03].

**d) Manganèse (Mn)**

Il contribue à la stabilité de l'austénite par la formation de sulfure de Manganèse. Ces sulfures, plus stables, permettent d'éviter la coalescence des sulfures de Chrome à basse température de fusion (1150/1250 °C), responsables de la décohésion lors des opérations de formage à chaud [02].

Le Manganèse peut accroître l'intervalle de température et la vitesse de formation de la phase sigma.

**e) Cuivre (Cu)**

Le Cuivre est ajouté aux aciers inoxydables duplex pour augmenter la résistance à la corrosion dans les environnements non oxydants tels que l'acide sulfurique.

Généralement, l'ajout du Cuivre aux aciers inoxydables duplex est limité à environ 2%, car des teneurs élevées engendrent la réduction de la ductilité aux hautes températures et provoquent le durcissement structural.

**f) Phosphore (P), Soufre(S), Silicium(Si)**

Le Phosphore et le Soufre sont ajoutés pour améliorer l'usinabilité mais ils réduisent la résistance à la corrosion et augmentent le risque de fissuration durant le soudage.

Le Silicium quant à lui est employé comme agent désoxydant durant l'élaboration de l'acier. Dans les aciers inoxydables duplex, le Silicium est ajouté pour améliorer d'avantage la résistance à la corrosion par piqûres et la corrosion sous tension. Cependant, du fait qu'il encourage la formation de la phase sigma (Figure I.07b), on limite son taux à 1%.

### g) Tungstène (W)

Le Tungstène est ajouté aux aciers inoxydables duplex pour améliorer la résistance à la corrosion par piqûres (Figure I.07a). Le Tungstène favorise la formation des phases intermétalliques dans l'intervalle de température entre 700 et 1000 °C (Figure I.07b), et encourage la formation de l'austénite secondaire dans les structures soudées. Concernant la formation de la phase sigma, le Tungstène est thermodynamiquement équivalent mais cinétiquement non équivalent au Molybdène [01]. Des additions en Tungstène entre 1% et 3% permettent de limiter la formation de la phase sigma.

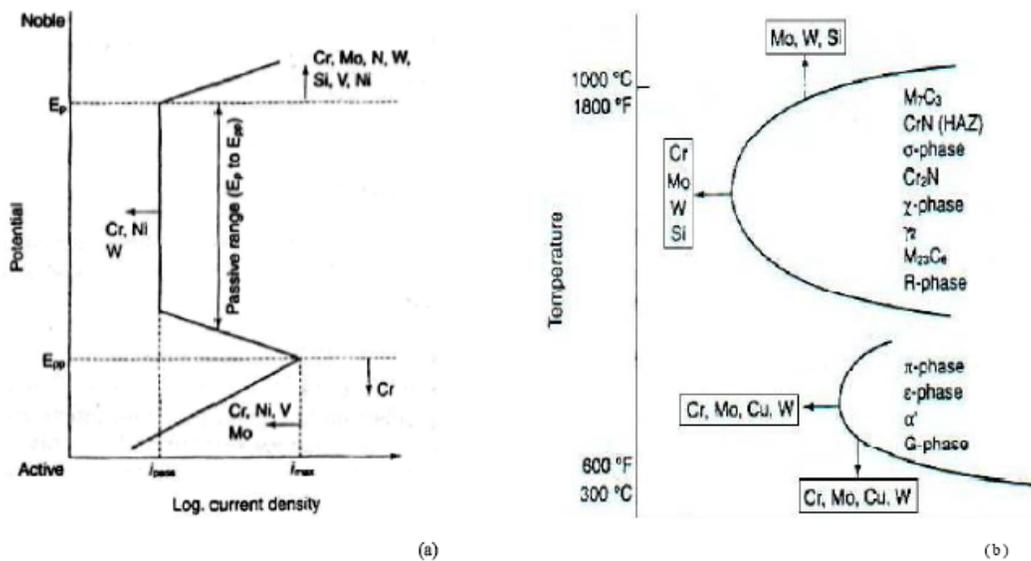


Figure I.07 : (a) Effet des éléments d'alliage sur la courbe de polarisation anodique ; (b) Effet des éléments d'alliage sur la formation des différents précipités [11,01].

### **1.1.2.2 Eléments Alpha-gène :**

(c) c'est le cas du Cr, Mo et Si, on a un domaine ferritique large.

#### **h) Chrome (Cr)**

À une teneur minimum de l'ordre de 11%, permet la passivité, plus la teneur en Chrome est élevée et plus le domaine passif va s'élargir, en même temps la densité du courant anodique à l'état actif le pic de corrosion va diminuée (Figure I.07a).

Cependant, l'ajout du Chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de Chrome et des phases intermétalliques (Figure I.07b). Ces phases provoquent souvent la réduction de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion.

#### **i) Molybdène (Mo)**

Le Molybdène améliore la résistance à la corrosion par piqûres et par crevasse dans les solutions chlorurées et sulfurées. Comme, le Chrome, le Molybdène élargit le domaine passif et réduit la densité de courant de corrosion ( $i_{max}$ ) dans la zone active. Cependant, une limite supérieure de 4% Mo a été citée [01], celle ci provient du grand risque de formation de la phase sigma aux hautes températures.

#### **j) Silicium (Si)**

Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud. A teneurs élevées, il augmente la résistance à la corrosion, par exemple en milieu concentrés d'acide nitrique .Cependant, du fait qu'il encourage la formation de la phase sigma on limite son taux à 1 %.

### ***1.1.3 Principaux constituants des aciers inoxydables***

#### ***1.1.3.1 Matrice***

Comme les aciers au carbone les aciers inoxydables peuvent être dans différents états structuraux engendré par des transformations allotropiques du Fer, selon les teneurs respectivement en éléments alpha-gène ou gamma-gène et en présence des éléments stabilisants. La matrice peut être ferritique ou austénitique tenant compte de ces paramètres.

#### ***1.1.3.2 Phase interstitielles***

Pour améliorer certaines propriétés de l'acier - résistance à l'oxydation et à la corrosion, caractéristiques mécaniques usinabilité on tolère des teneurs limitées en éléments interstitiels en particulier le Carbone et l'Azote ou de procéder à des additions d'éléments métalliques ayant une très grande affinité pour le Carbone, afin d'éviter ou limiter la précipitation des carbures et nitrures de Chrome telle que le  $Cr_{23}C_6$  qui précipite au niveau des joints de grains et des dislocations, Carbo-borure du type  $Cr_{23}(B, C)_6$ , carbures de Chrome du type  $M_7C_6$  (Hexagonal ou orthorhombique) ou  $M_6C$  (CFC) peuvent précipiter ainsi que des nitrures du type  $CrN$  et  $Cr_2N$ .

#### ***1.1.3.3 Phase intermétalliques***

On observe également dans les aciers inoxydables la précipitation des phases intermétalliques soit qu'elles sont formées en vue d'améliorer certaines caractéristiques du métal, soit qu'on ne puisse empêcher leur formation. On distingue notamment les composés suivants :

- La phase sigma ( $\sigma$ )
- La phase de Laves ( $R$ )
- Les phases intermétalliques à caractère électronique du type *Hume-Rothery* [11] telles que la phase chi ( $\chi$ ).

### ***1.1.4 Les familles d'aciers inoxydables***

Souvent sont classés selon leurs structures cristallines et micrographiques qui nous permettent de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Ces derniers apparaissent dans le diagramme de Schaeffler (voire annexe) qui se base sur le calcul de l'équivalent en Nickel et en Chrome qui est la somme des teneurs pondérales respectivement ( $\gamma$ -gènes et  $\alpha$ -gènes) affectées à des coefficients correcteurs compte tenu du pouvoir ( $\gamma$ -gène ou  $\alpha$ -gène) qui diffère d'un élément à un autre selon les formules suivantes [03]:

$$C^{req} = \%Cr + 2\%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb$$

$$N^{ieq} = 30\%C + 0.5\%Mn + 30\%N$$

#### ***1.1.4.1 Les aciers inoxydable ferritiques***

Ce sont des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Molybdène dont la teneur en Chrome varie de 10.5 à 28% [09] et dans la teneur en Carbone n'excède pas 0.08%. Ces aciers ne contiennent pas en général du Nickel. Ils sont paramagnétiques. Ils ne subissent pas de transformation  $\alpha \leftrightarrow \gamma$  dans tous les intervalles de température mais ils sont très sensibles au grossissement de grain à haute température. Ces aciers peuvent être durcis modérément par écrouissage mais non pas par traitement thermique. Ils possèdent des propriétés mécaniques intéressantes notamment une limite d'élasticité assez élevée [07].

Plus la teneur en Chrome est élevée, plus le risque de fragilisation à 475 °C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté accompagnée d'une diminution de la ténacité par suite de maintien durant plusieurs centaines d'heures à des températures comprises entre 400 et 500 °C.

#### ***1.1.4.2 Les aciers inoxydable martensitiques***

Ces aciers contiennent en général 12 à 19% de chrome, leur teneur en carbone variant de 0,08 à 1,2% [09]. Ils peuvent contenir du Nickel et du Molybdène ainsi que certains éléments d'addition tels que le Cuivre le Titane ou le Vanadium. Il est recommandé de les utiliser à l'état trempé-revenu qui représente le meilleur compromis entre les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance à la rupture et une dureté élevées) et la résistance à la corrosion équivalent à celle d'aciers alliés de haute de gamme.

Dans la pratique on les utilise :

- Soit après trempe et revenu de détente vers 200°C, ce qui permet de conserver la résistance mécanique maximale.
- Soit après trempe et revenu entre 550 et 700°C, assurant ainsi un meilleur compromis résistance-résilience-tenue à la corrosion.

#### ***1.1.4.3 Les aciers inoxydables austénitiques***

Ce sont les aciers inoxydables les plus utilisés. La structure cubique à faces centrées confère à ces aciers une ductilité et une ténacité exceptionnelles, également une excellente soudabilité, ils sont de nature paramagnétique, contiennent une teneur minimale de l'ordre de 16% en Chrome, 7% minimum de Nickel et une teneur en Carbone inférieure à 0.12% environ.

Ces aciers offrent une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte. Les valeurs typiques d'allongements à la rupture se situent entre 40 et 50% et sont ainsi pratiquement le double de celles des aciers ferritiques, martensitiques et austéno-ferritiques [05], leurs résiliences sont excellentes. Elles ne présentent jamais le caractère de rupture fragile.

#### ***1.1.4.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques***

Ils ont été découverts par *J.Hochmann* lors d'essais de corrosion intergranulaire [03,07]. Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée (austénite + ferrite) à température ambiante, généralement à haute teneur en Chrome (22 à 27%) et à basse teneur en Nickel (4 à 8%) et entre (0.02-à 0.04%) de Carbone, la teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60% en fonction des nuances. On les nomme également aciers (**Duplex**).

La présence de la ferrite permet d'augmenter la résistance à la traction, la soudabilité et la résistance à la corrosion sous contrainte du matériau. Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique) [06]. Ils peuvent également être durcis par écrouissage à froid.

Dans le cas des matériaux moulés ou laminés à haute température, la ferrite réduit également les risques de fissuration à chaud [07].

La résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier vis à vis de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte.

Les caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables duplex se distinguent principalement de celle des nuances austénitiques par une limite d'élasticité et une résistance à la rupture élevée. Par contre, leur allongement est nettement plus faible. Et leur domaine d'utilisation est limité à l'intervalle de température (-50 et 300°C).

La limite d'élasticité  $R_{p\ 0,2}$  de l'ordre de  $620\text{N/mm}^2$  correspond à une résistance à la rupture de  $840\text{N/mm}^2$  et un allongement à la rupture de 30%.

On peut ajouter à cette classification de ces types d'aciers:

***Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation.***

***Les aciers inoxydables réfractaires.***

## I.2 Les aciers inoxydables duplex

### I.2.1 Présentation des aciers duplex

Dans le cadre de ce travail, nous nous intéressons plus particulièrement aux alliages industriels dont, après traitement de laminage et d'hypertrempe, les fractions volumiques des phases sont sensiblement équivalentes (c'est le cas des produits en tôles laminés).

Les aciers laminés sont obtenus par coulée continue, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Le matériau est parfois de nouveau laminé à froid. Leur microstructure est très différente de celle des aciers moulés: la phase austénitique se présente sous forme de lattes allongées dans la direction de laminage (Figure I.09a) entourées d'une matrice ferritique.

En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques. Ils combinent de bonnes propriétés mécaniques et une grande résistance à la corrosion (Figure I.08) privilégié pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire, la teinturerie, la tannerie et l'industrie du papier [03].

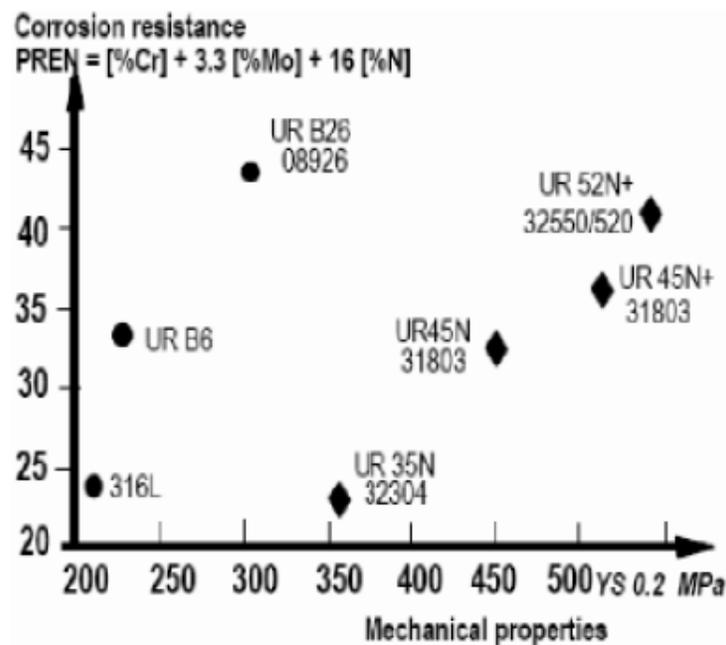


Figure I.08: Propriétés mécaniques et tenue à la corrosion de quelques nuances d'aciers laminés couramment commercialisés [12]

Depuis leurs découvertes, ces aciers duplex austéno-ferritiques n'ont cessé d'évoluer au cours des années et la principale évolution dans leur composition chimique a été certainement, l'augmentation graduelle de leur teneur en Azote. En effet, le Nickel, élément coûteux, peut être avantageusement remplacé par l'azote tout en conservant les mêmes proportions austénite-ferrite. Il est maintenant bien connu que l'ajout d'Azote jusqu'à 0,3% en poids dans ces matériaux conduit à une amélioration considérable de la limite d'élasticité macroscopique, la résistance à la corrosion et la soudabilité [13,14]. L'Azote est donc l'un des constituants les plus importants dans les aciers duplex austéno-ferritiques laminés. Il joue le rôle de stabilisateur de l'austénite, il influence sur le taux de ferrite (Figure I.09b).

Une augmentation des teneurs en Chrome, Molybdène, Cuivre...confère à l'alliage un durcissement par solution solide supplémentaire.

Le durcissement concerne simultanément les deux phases de l'alliage [03].

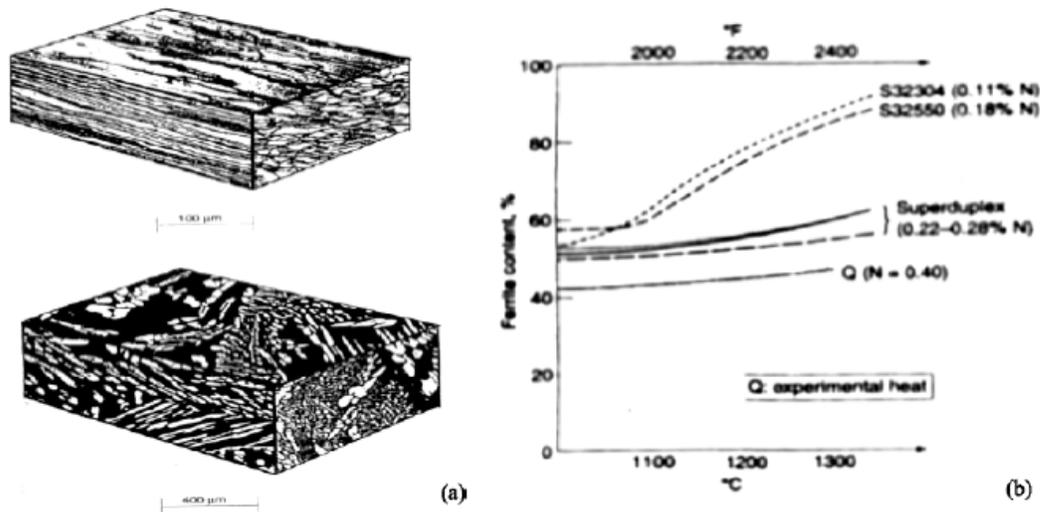


Figure I.09 : (a) Microstructures typiques des aciers inoxydables duplex ; (b) Variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex [01].

### ***1.2.2 Transformations consécutives à un traitement thermique***

Les évolutions structurales dans les aciers duplex au cours d'un traitement anisotherme ou isotherme se caractérisent par des transformations microstructurales principalement dans la phase ferritique car celle-ci présente :

Des vitesses de diffusion environ 100 fois plus élevées que la phase austénitique dû , d'une part par sa faible compacité (réseau cristallin cubique centré) par rapport à l'austénite (réseau cristallin cubique à faces centrées), et d'autre part présente un enrichissement en Cr, Mo, éléments alpha-gènes, constituants privilégiés dans la formation des phases intermétalliques.

Ces transformations dans la ferrite sont principalement la démixtion  $\alpha/\gamma$  et la précipitation des phases intermétallique riche en Cr, Ni, Si et Mo. Elles précipitent plus ou moins uniformément dans les grains ferritiques dépendant de la composition chimique de l'acier et le partage des éléments entre l'austénite et la ferrite. Les particules les plus grosses se forment préférentiellement dans les défauts, les autres se forment dans les interfaces  $\alpha/\gamma$ ,  $\alpha/\alpha$ . Leurs composition dépend non seulement de la composition chimique de l'acier mais également des conditions de vieillissement, des phénomènes de fragilisation secondaires lors du vieillissement de très longue durée comme la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  et la précipitation des phases secondaire, la phase sigma au sein de la ferrite peut également apparaître.

On peut distinguer trois catégories d'évolution structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques:

- 1) Celles se produisant au-dessus de 1050°C,
- 2) Celles se produisant dans l'intervalle 600-1050°C
- 3) Celles se produisant en dessous de 600°C.

Pour mieux comprendre l'effet d'un traitement thermique sur la microstructure en particulier la formation des phases secondaires, il est impératif de souligner l'importance de la répartition ou du partage des éléments qui constituent l'acier inoxydable duplex entre l'austénite et la ferrite.

### 1.2.2.1 Composition des phases- Partage des éléments

Le partage d'éléments d'alliages entre l'austénite et la ferrite dans un acier inoxydable duplex est souvent défini par un coefficient appelé coefficient de partage  $f$ , tel que ;

$$f_i = \frac{X_i^\delta}{X_i^\gamma} \quad (\text{I.01})$$

Où :  $X_i^\delta$  et  $X_i^\gamma$  correspondent aux teneurs de l'élément  $i$  respectivement dans la ferrite et l'austénite.

Les différents travaux réalisés pour étudier le rapport composition des phases et coefficients de partage des éléments constituant l'acier après mise en solution [16,18] confirme qu'à l'exception de l'Azote le coefficient de partage est sensiblement identique pour toute composition de l'acier et tendent vers l'unité pour des températures supérieures (Figure I.10.b).

Il a été démontré aussi que la ferrite est riche en (P, W, Mo, Si, Cr), et l'austénite est riche en (N, Ni, Cu et Mn) (Figure I.5.a).

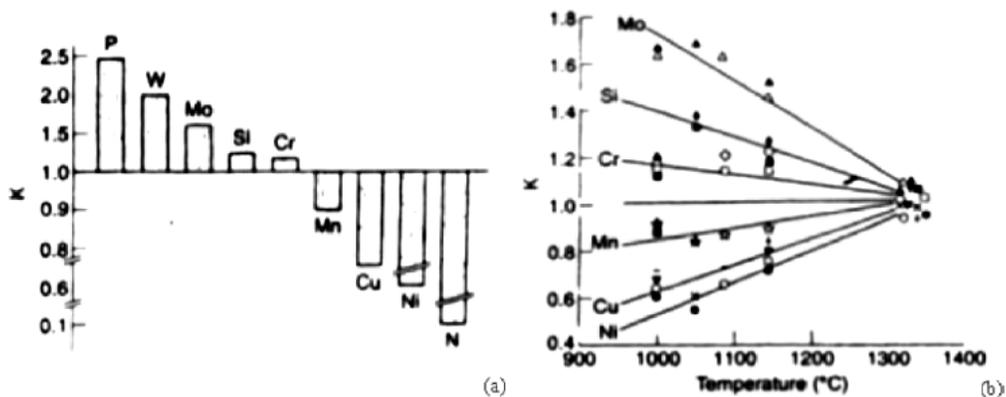


Figure I.10: a) coefficient de partage des aciers hypertrempés à l'eau.  
b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température [01].

Au contraire le coefficient de partage de l'azote varie considérablement avec la composition des aciers. Dans la figure I.6.a on remarque que la solubilité de l'Azote augmente avec les

teneurs de la plupart des éléments d'alliage, en particulier le Chrome et le Manganèse Vis-à-vis leur forte réactivité [03] avec l'Azote. On notera que ce coefficient est aussi dépendant de la température (Figure I.11. b).

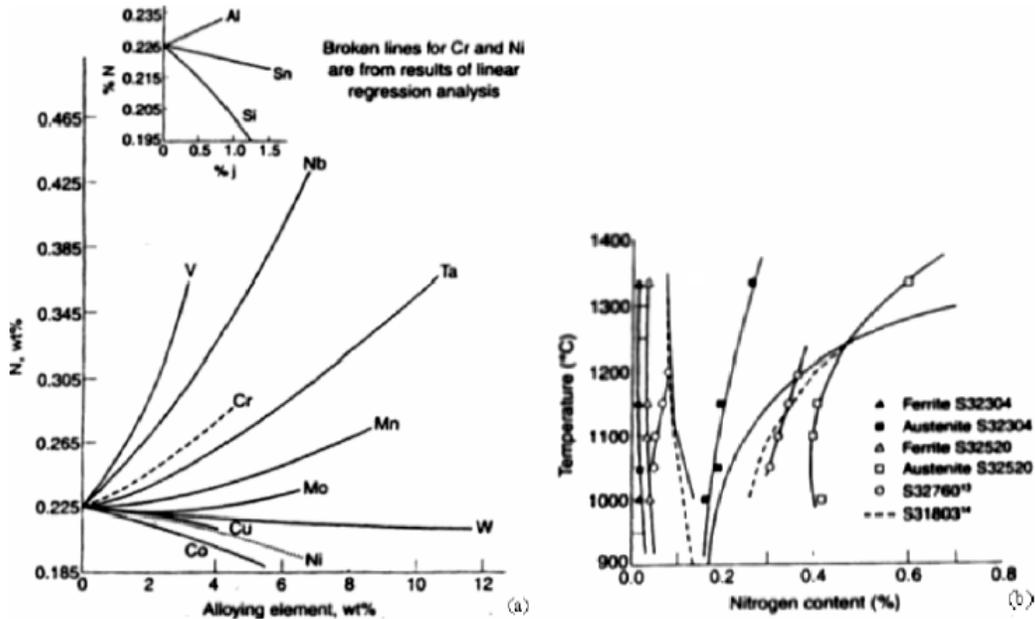


Figure I.11: a) Effet des éléments d'alliage sur la solubilité de l'Azote dans un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide à 1600°C sous une pression de 1 atm N<sub>2</sub> ; b) Teneur en Azote de la ferrite et de l'austénite pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex [01].

### 1.2.2.2 Transformation à température supérieure à 1050°C

Comme pour les nuances austénitiques, le traitement thermique de qualité typique est un traitement d'hypertrempe. Il vise l'obtention d'un mélange d'austénite et de ferrite sans phases intermétalliques et sans précipitations.

Les nuances austéno-ferritiques se solidifient entièrement en mode ferritique  $\delta(\alpha)$ . L'austénite se forme par refroidissement en phase solide selon la réaction  $\delta(\alpha) \rightarrow \gamma$ .

Cette transformation est réversible et l'augmentation de la température d'hypertrempe au dessus de 1050 °C, selon les nuances, entraîne une augmentation de la quantité de ferrite dans l'acier (Figure I.12).

Et la vitesse de refroidissement n'est pas sans importance, trop rapide, elle tend à abaisser la teneur en austénite d'où l'augmentation de la limite élastique et de la résistance à la traction, trop lente on risque des précipitations de carbures.

La formulation proposée (I.02) montre bien la dépendance du taux de ferrite avec la température et la composition de l'alliage [03] ;

$$t = \frac{Cr + 2Mo + 1,5Si + 3Al - 5}{Ni + 0,5Cu + 15C + 2 + X} X = (100N + 8)(N - 0,3V - 0,3Ti - 0,04Nb) \quad (I.02)$$

Cette évolution de température s'accompagne d'une évolution des compositions chimiques de chacune des phases et conduit à une réduction des coefficients de partage entre phase qui tendent vers l'unité à des températures supérieures. Dans ce cas, la ferrite devient plus riche en éléments interstitiels comme le Carbone et l'Azote.

Pour les teneurs en azote comprises entre 0.25 et 0.4% les proportions de la ferrite et de l'austénite sont relativement proches à 1250°C. Pour une teneur en cet élément inférieure à 0.2% la proportion de ferrite peut atteindre 80 à 85% d'où l'effet manquant des additions d'Azote, à savoir son action stabilisatrice sur la structure biphasée si en reportant à plus haute température.

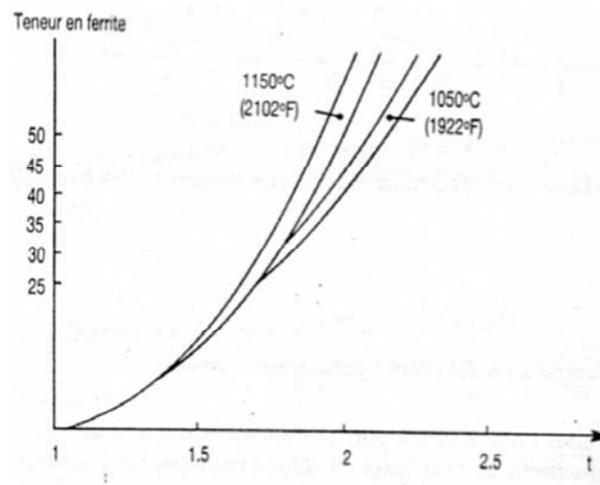


Figure I.12: Evolution de la teneur en ferrite fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C [03].

### 1.2.2.3 Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C

Dans cet intervalle de température la structure biphasée peut subir un certains nombres de modifications à cause de la formation de nouvelles phases: carbures, nitrures et phases intermétalliques. Dans cette étude, seule la précipitation de la phase  $\sigma$  des carbures de chrome  $M_{23}C_6$  et de l'austénite secondaire  $\gamma_2$  est prise en considération.

Ces précipités fragilisent l'acier et leur formation est indésirable (Figure I.13).

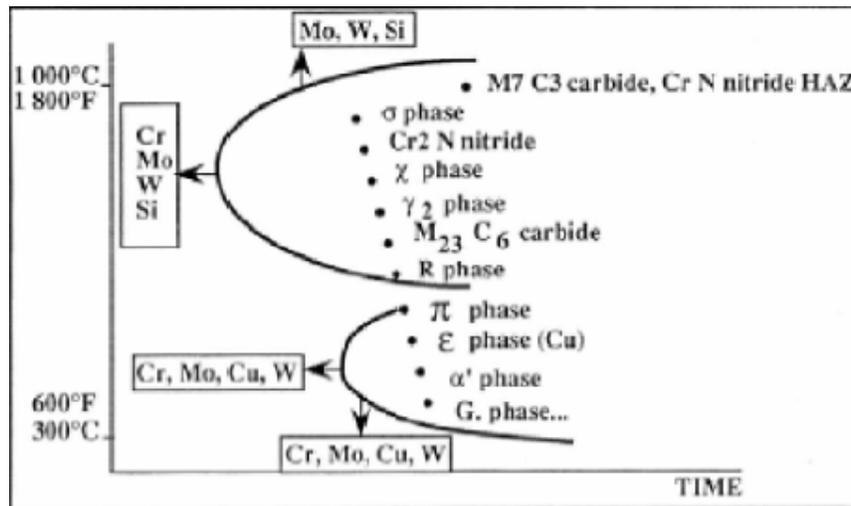


Figure I.13: Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex [04].

#### 1.2.2.3.1 Précipitation de carbures de chrome

Cette précipitation se produit préférentiellement aux joints de grains ferrite/ferrite, ferrite/austénite lors des traitements thermiques entre 700°C et 950°C, de type  $M_{23}C_6$ , d'une taille d'environ de quelques micromètres.

Cette précipitation est de caractère discontinu et la croissance des carbures s'accompagne d'un déplacement des joints de grains vers l'intérieur du grain ferritique par la formation de phase austénitique dans les zones adjacentes déchromées [03]. La résistance à la corrosion de l'acier se trouve ainsi affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer la passivation.

En plus, d'autres carbures de type  $M_7C_3$  sont observés entre 950°C et 1050°C dans les alliages contenant peu d'azote.

Ces précipités peuvent également se former dans la ferrite si la teneur en carbone est élevée. De plus, ces carbures précipitent lors de la trempe à l'eau si le refroidissement est trop lent ou lors des maintiens à des températures suffisamment élevées [07].

### ***1.2.2.3.2 Précipitation de nitrures***

Pour les nuances avec addition maîtrisées d'Azote, une précipitation de nitrure de chrome ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ) peut survenir. Ces précipités provoquent une fragilisation de l'alliage austéno-ferritique. Les précipités  $\text{Cr}_2\text{N}$  ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers  $900^\circ\text{C}$  voisine de celle des carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  [03], ce qui rend possible la simultanéité de leur formation.

Ils apparaissent sur les joints  $\alpha/\gamma$  et  $\alpha/\alpha$ .

### ***1.2.2.3.3 Austénite de secondaire $\gamma_2$***

La formation de  $\gamma_2$  est fonction de la température, elle est relativement rapide et se produit par différents mécanismes décrits par *Josefsson* [22] :

- Au dessous de  $650^\circ\text{C}$ , la composition de  $\gamma_2$  est semblable à celle de la ferrite qui l'entoure ce qui implique une transformation sans diffusion dont les caractéristiques sont similaires à celles de la transformation martensitique [22].
- Dans l'intervalle de température entre  $650$  et  $800^\circ\text{C}$  la vitesse de diffusion est plus importante, de l'austénite type *Widmanstätten* précipite.

Notons toutefois que les teneurs en Chrome et en Azote dans  $\gamma_2$  sont inférieures à celles de l'austénite primaire [23].

- Entre  $700$  et  $900^\circ\text{C}$  une transformation semblable à la transformation eutectoïde donne naissance à un mélange  $\gamma_2 + \sigma$  [17],  $\gamma_2$  absorbe le Nickel et rejette le Chrome et le Molybdène favorisant ainsi la formation de précipités tels que la phase sigma.

### 1.2.2.3.4 Précipitation de la phase sigma ( $\sigma$ )

C'est une phase amagnétique et intermétallique, sa composition en origine est basée dans les systèmes Fer-Cr. La phase a une structure tétragonale de 30 atomes par maille (Figure I.14a), C'est une précipitation de type discontinue, elle germe selon la transformation eutectoïde  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$  entre 650°C et 1000°C après quelques dizaines d'heures au niveau de l'interface ferrite/austénite et croît dans la ferrite (Figure I.14b). La formation de  $\sigma$  qui est riche en éléments  $\alpha$ -gènes cause un appauvrissement des régions ferritiques adjacentes en ces éléments conduisant à la transformation de cette ferrite en austénite secondaire.

La précipitation de la phase sigma dans l'austénite a été rapportée par *I. F Machado et A. F Padilha* [24].

Dans ce cas, la formation de la phase sigma a lieu au voisinage des particules de nitrures de Chrome dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques ayant une teneur importante en Azote (environ 1% en poids). Ainsi, la précipitation des nitrures de Chrome conduit à l'appauvrissement des régions voisines en Azote par la suite, il y a apparition de la phase sigma dans ces zones.

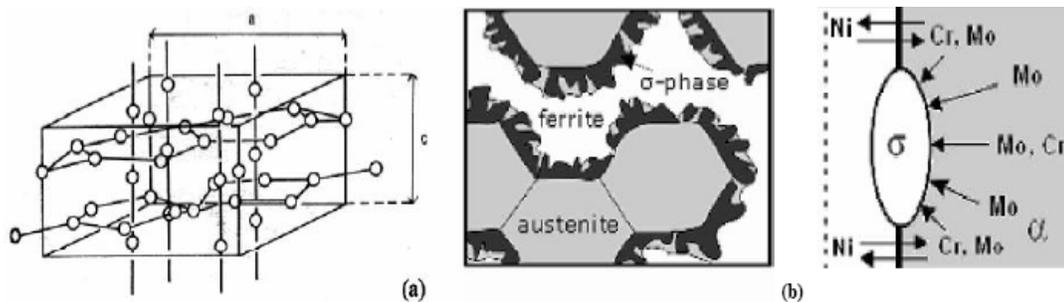


Figure I.14 : (a) Structure de la phase sigma quadratique de paramètres  $a = 8.970 \text{ \AA}$  et  $c = 4.558 \text{ \AA}$  ; (b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface /et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [03,16].

La précipitation de la phase sigma dans l'austénite est une conséquence de l'existence d'un gradient de concentration en Azote durant la précipitation discontinue des nitrures. L'existence de ce gradient de concentration en Azote est due à la grande différence entre le coefficient de diffusion de l'Azote et celui du Chrome dans l'austénite.

La réaction qui décrit la formation de la phase sigma dans l'austénite est probablement l'une des deux possibilités suivantes [24] :

- 1) Austénite pauvre en Azote  $\Rightarrow$  ferrite  $\gamma \downarrow N \rightarrow \alpha$ : et par la suite : la ferrite  $\Rightarrow$  Phase sigma  $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ .
- 2) Austénite pauvre en Azote  $\Rightarrow$  phase sigma  $\gamma \downarrow N \rightarrow \sigma$ .

Des additions volontaires d'Azote, de (0.18 à 0.28%) sont nécessaires pour retarder l'apparition des composés intermétalliques pour les aciers duplex fortement alliés en Chrome et en Molybdène [03]. La phase sigma dure et très fragile communique à l'alliage une très grande fragilité, une réduction de la résilience et de la résistance à la corrosion  $KV_{20C} \leq 10$  (Joules).

Notons que outre le fer, la phase sigma contient du chrome et du molybdène; elle peut aussi contenir du Silicium et du tungstène [20, 21].

Soulignons par ailleurs que la présence de précipités intergranulaires tels que les carbures ou les inclusions accélère en agissant comme site de nucléation la vitesse d'apparition de la phase sigma.

La température de mise en solution influe aussi sur la précipitation de deux manières :

1. L'augmentation de la température d'hypertrempe préalable au traitement de vieillissement favorise la dilution et peut donc retarder la précipitation de la phase  $\sigma$ .
2. D'autre côté à haute température, on assiste à une croissance de la teneur en ferrite, ce qui encourage au premier lieu la précipitation de la phase sigma durant les traitements de vieillissement.

### ***1.2.2.3.5 La phase chi ( $\chi$ )***

Comme la phase sigma, la phase chi précipite dans l'intervalle de température entre 700 et 900 °C mais à des taux plus faibles. Contrairement à la phase sigma la phase  $\chi$  dans les aciers duplex n'est thermodynamiquement pas écurie. Elle a lieu avant la phase sigma et disparaît en faveur de cette dernière [22]. La phase chi précipite souvent dans l'interface  $\delta/\gamma$  et croît à l'intérieur du grain ferritique. Influe sur la résistance à la corrosion par piqûres et la ténacité des aciers inoxydables duplex de manière semblable à celle de la phase sigma.

### ***1.2.2.4 Transformations à température inférieure à 600 °C***

Dans cet intervalle de température on assiste à la formation d'autres phases secondaires, entre autres, la phase alpha prime ( $\alpha'$ ), la phase G et la phase  $\epsilon$ .

Soulignons que l'expérience a montré que seul un traitement d'hypertrempe à partir de 1050 ou 1150°C permet de s'affranchir de toute précipitation dans les aciers inoxydables austénoferritiques [03].

## ***1.2.3 Propriétés physiques et mécaniques***

### ***1.2.3.1 Propriétés physiques***

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles voisins de ceux des aciers au Carbone [01] ce qui les rend convenables aux conditions de cyclages thermiques. De plus la conductivité thermique est plus importante que celles des aciers austénitiques. Aussi, comme les aciers inoxydables austénoferritiques contiennent environ 50% de ferrite ils présentent un certain degré de magnétisme.

Quelques propriétés physiques des aciers inoxydables duplex sont données dans les Tableaux I.01.

Tableau I.01 – Comparaison des propriétés physiques des principales nuances d'acier inoxydable.

Structure	Module d'Young (N/mm <sup>2</sup> ).10 <sup>4</sup>	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	Capacité thermique massique (J.kg <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup> )	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ.m)
Ferritique	22	10,0	460	0,60
Austénoferritique (Duplex)	20	13,0	500	0,80
Austénitique	20	16,0	500	0,73

### ***1.2.3.2 Propriétés mécanique***

Le Tableau I.02. Résume les propriétés mécaniques des aciers inoxydables. On constate que les valeurs de Re et de Rm des aciers duplex sont plus élevées que ceux des aciers ferritiques et austénitiques. En effet, la caractéristique majeure des aciers inoxydables duplex est leur résistance mécanique élevée à la température ambiante et grâce à la structure biphasée et durcissement par les éléments d'alliage (interstitielles ou substitutionnelles) les aciers duplex présentent les duretés les plus élevées. Ces duretés varient entre 28 et 32 Rockwell (HRC) selon le type d'alliage.

En plus, les aciers austéno-ferritiques peuvent être durcis par traitement thermique ou par écrouissage et conduire à des limites d'élasticité élevées [25].

Tableau I.02 : Propriétés mécaniques des différents aciers inoxydables [01].

Aciers	Grades	Re <sub>0,2</sub> (Mpa)	Rm (Mpa)	A <sub>5</sub> (%)	Dureté	
					HB	HRC
Ferritiques	S40900	205	380	20	179	-
	S44700	415	550	20	223	20
Austénitiques	S31603	170	485	40	217	-
	S31254	300	650	35	223	-
Duplex	S31200	450	690	25	293	31
	S31803	450	620	25	293	31
	S32304	400	600	25	290	32
	S32550	550	760	15	302	32
	S32750	550	795	15	310	32
	S32900	485	620	15	269	28
	S32950	485	690	15	293	32

### 1.2.3.2.1 Influence de la Structure

Grâce à la structure biphasée les alliages austéno-ferritiques tiens leurs importance pour présenter un excellent compromis; une bonne ductilité ajoutée à une limite d'élasticité élevée. En effet, le durcissement est conféré par la phase ferritique tandis que l'austénite permet de conserve la ductilité et ténacité de l'acier inoxydable.

Ces propriétés mécaniques en dépendance avec la teneur en ferrite sont rapportées au Tableau I.03.

Tableau I.03: Influence du pourcentage de la ferrite sur les propriétés mécaniques des aciers duplex[03].

Acier	[ $\alpha$ ] %	R <sub>0,02</sub> [Mpa]	R <sub>m</sub> [Mpa]	A%	KCU J/Cm <sup>2</sup>
Z6CN18-10	0	220	590	50	200
Z3CNDU21-	65	350	670	35	180
Z5CNDU26-6	80	800	850	20	100

Notons par ailleurs que la résilience des aciers inoxydables duplex reste excellente même à basse température, leur emploi est toléré jusqu'à  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , voire des températures inférieures avec des précautions particulières [03].

### ***1.2.3.2.2 Influence de la Composition***

La composition chimique de l'alliage influence beaucoup le comportement mécanique des aciers duplex, les additions de chrome, molybdène et cuivre renforcent la résistance de l'alliage (durcissement par solution solide supplémentaire).

En ce qui concerne l'effet de l'azote en remarque d'après la Figure I.15 que l'addition d'azote à un certain seuil ( $0,12\% \sim 0,14\%$ ) assure une nette augmentation des propriétés mécaniques (résistance) et au-delà de ce seuil l'amélioration est beaucoup plus réduite, ceci peut s'expliquer que l'effet durcissant de l'azote concerne principalement la phase austénitique puisque la ferrite est rapidement saturée en éléments interstitiels.

L'effet sur les propriétés mécaniques des deux phases sera contrebalancé avec des additions croissantes d'azote. En effet à des faibles additions en azote c'est la phase austénitique qui sera la première à être plastifiée au cours de déformation mécanique, alors que pour des additions élevées, c'est la phase ferritique qui doit subir les premières déformations.

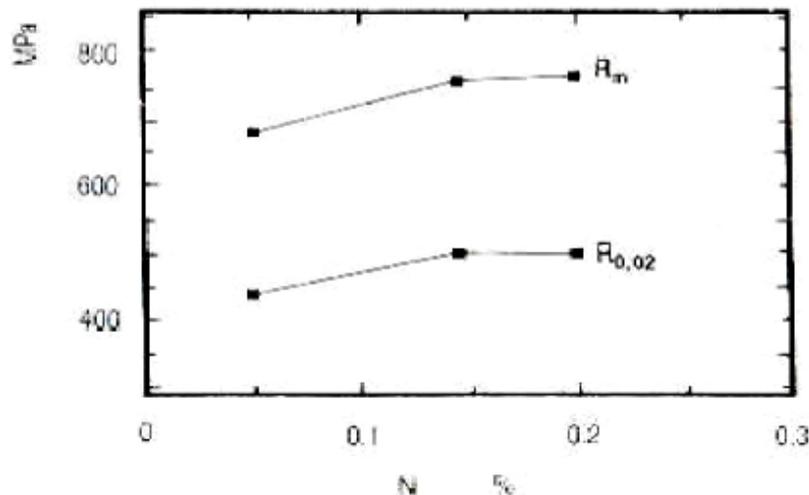


Figure I.15 : Influence des additions d'azote sur les résistances  $R_m$  et  $R_{0,02}$  [03].

### I.2.3.2.3 Influence des Traitements thermiques

Le traitement thermique appliqué à l'alliage revêt une importance capitale quant à l'évolution des propriétés mécaniques.

La Figure I.16 met en évidence l'influence de la température de revenu sur les propriétés mécaniques.

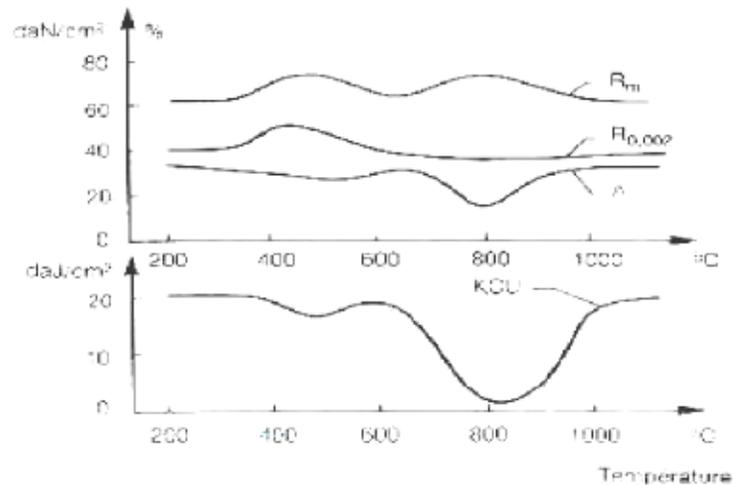


Figure I.16 : Influence de la température de revenu sur les propriétés mécaniques en traction et en résilience [03].

- **Entre 700 et 950 C°**

Ce domaine de température correspond à la précipitation des phases intermétalliques ce qui conduit à une augmentation dans la dureté mais expose l'acier à une perte dramatique de la résilience. Cette observation est de première importance pour les opérations de planage, emboutissage et choc thermique sur produit.

- **Entre 300 et 550 C°**

L'alliage présente une bonne ductilité accompagnée d'un durcissement notable de la phase ferritique. Ce durcissement est associé à la formation de la phase  $\alpha'$ , austénite secondaire  $\gamma_2$ , de la phase riche en cuivre  $\epsilon$ . Le durcissement de la ferrite s'accompagne par une réduction de la ténacité qui doit être pris en compte pour déterminer les températures maximales en service pour un temps d'exploitation donné.

## I.3 Comportement mécanique

### I.3.1 Plasticité et phénomène d'écrouissage

L'étude de la déformation plastique des matériaux est capitale, puisqu'elle constitue leur aptitude à la mise en forme. A l'échelle microscopique si l'on maintient la contrainte au delà de la limite d'élasticité il s'ensuit une déformation plastique résultant du glissement d'une partie du cristal par la formation, la multiplication et le déplacement de dislocations.

Le nombre croissant de dislocation produites lors des déformations plastique et leur interaction entre elles (ou avec des précipités, impuretés ...) conduit à réduire leur mobilité : c'est le Phénomène d'écrouissage d'où résulte un durcissement du métal.

Pour caractériser le comportement plastique de différents types de matériaux plusieurs modélisations sont utilisées.

Une représentation schématique des comportements les plus fréquemment rencontrés est proposée sur la Figure I.17.

Six comportements caractéristiques peuvent modéliser un matériau plastique [09] :

**1) Solide rigide parfaitement plastique (Figure I.17.a) :**

La déformation est nulle (ou négligeable) en dessous d'un seuil d'écoulement  $\sigma_e$  et reste à contrainte constante ensuite, le modèle analogique est le patin.

**2) Solide élastique parfaitement plastique (Figure I.17.b) :**

La déformation en deca du seuil  $\sigma_e$  n'est plus négligée, le modèle analogique est le modèle de saint-venant (un ressort linéaire est un patin en série).

**3) Solide elastoplastique écrouissable (Figure I.17.c):**

La contrainte évolue au-delà du seuil, le modèle analogique est le modèle de saint-venant généralisé.

**4) Solide parfaitement viscoplastique (Figure I.17.d) :**

Le seuil d'écoulement plastique  $\sigma_e$  évolue avec la vitesse de déformation imposée  $\dot{\epsilon}$ , La déformation en dessous de ce seuil est négligée.

**5) Solide élastique parfaitement viscoplastique (Figure I.17.e) :**

Même chose que précédemment, mais la déformation élastique n'est plus considérée comme nulle.

**6) Solide élasto-visco-plastique écrouissable (Figure I.17.f) :**

Cette fois, tous les phénomènes sont pris en compte, c'est le cas des matériaux réels.

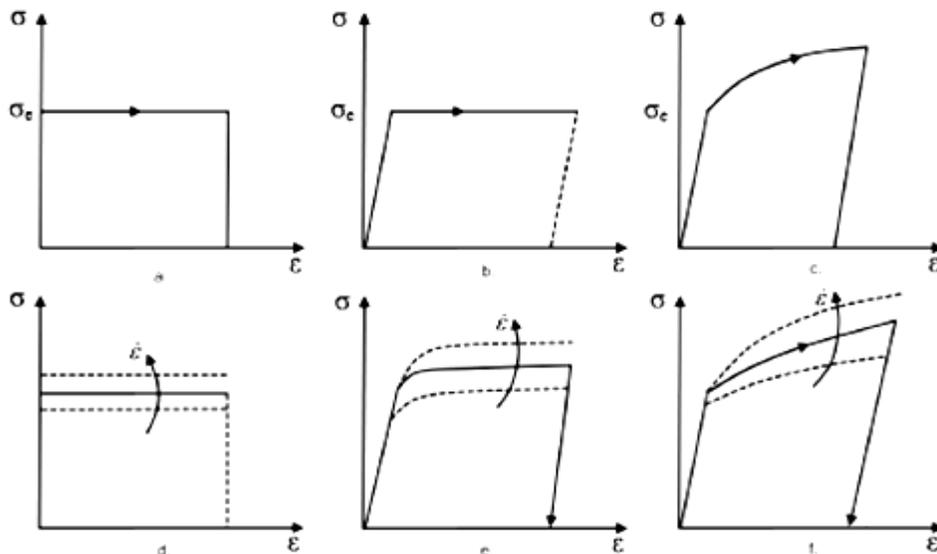


Figure I.17- Différentes représentations macroscopiques du comportement plastique [09].

En ce qui concerne la loi de comportement plastique de l'acier duplex 2205 envisagés dans notre étude, il y a deux aspects à prendre en compte :

- Le seuil d'écoulement plastique du matériau.
- L'écrouissage définissant l'évolution du seuil d'écoulement plastique avec la déformation.

Cela nous permet de modéliser le comportement du matériau dans le domaine plastique.

### 1.3.2 Lois de comportement mécanique

Pour étudier le comportement plastique du matériau dans le cadre des modèles d'écroutissement isotrope, il convient de préciser la loi d'écroutissement  $\sigma(\varepsilon)$  reliant la contrainte équivalente et la déformation plastique équivalente.

Les principales lois d'écroutissement utilisés sont citées comme suite [41] :

- *Ludwick* a proposé de modéliser l'évolution de l'écroutissement suivant une loi Puissance telle que :

$$\bar{\sigma}_e = \sigma_{e0} + k(\bar{\varepsilon}_{pl})^n$$

L'exposant  $n$  étant inférieur à 1.

- Si le domaine élastique n'est pas dissocié du domaine d'écroutissement comme le propose *Hollomon*, la limite d'élasticité initiale n'intervient plus et il vient l'expression :

$$\bar{\sigma}_e = k(\bar{\varepsilon}_{pl})^n$$

- *Swift* a reformulé la loi de Ludwick en l'exprimant en termes de déformation :

$$\bar{\sigma}_e = C_S(\varepsilon_0 + \bar{\varepsilon}_{pl})^n$$

- Enfin, *Voce* propose non plus une loi puissance mais exponentielle avec saturation, ce qui présente comme avantage de limiter les contraintes à une valeur maximum :

$$\bar{\sigma}_e = \sigma_{e0} + Q_0(1 - e^{-\beta \bar{\varepsilon}_{pl}})$$

le module  $Q_0$  est en général supposé égale à  $Q_0 = \sigma_m - \sigma_{e0}$ , où  $\sigma_m$  est la contrainte maximum atteinte lors d'un essai de traction monotone.

## **I.4. Phénomènes de précipitation.**

### ***I.4.1. Généralités sur les phénomènes de précipitation***

Dans la plupart des solutions solides métalliques la solubilité limite diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée peut devenir biphasé à des températures plus basses [27].

Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre des phases est habituellement désigné par le terme de précipitation.

Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément les différentes propriétés des alliages. Un durcissement d'un alliage dépend essentiellement de la dimension et la répartition des précipités ainsi la cohérence entre la phase mère et les précipités est responsable du durcissement d'un nombre important d'alliages [28]. Plusieurs alliages ont fait l'objet d'étude et dont les travaux ont montré que la précipitation a un effet néfaste sur les propriétés mécaniques. D'autres études réalisées sur des alliages tels qu'Al-Ag ont montré que l'apparition de la précipitation est accompagnée par une diminution de la supraconductivité dans ces alliages [29].

Les aciers duplex perdent leur bonne résistance à la corrosion au moment de la formation des précipités tel que  $Cr_{23}C_6$ , cette diminution est caractérisée par une attaque intergranulaire qui conduit à une rupture brutale du matériau [30].

La précipitation des phases intermétalliques de type sigma provoque une perte dramatique de résilience à l'ambiante dans ces aciers [03].

### ***I.4.2 Différents types de précipitation :***

La Figure I.18 schématise les différents types de précipitation :

- A(a) précipitation contenue localisée non observable par microscopie optique. A ce stade, les précipités sont plus localisés sur les plans de glissement et dans les joints de grains.
- A(b) la précipitation contenue élargie croissance des particules et appauvrissement de la matrice, et survieillessement des précipités localisée, la précipitation sur les bandes

de glissement n'apparaît pas et les précipités localisés peuvent être formés de structure widmanstatten.

- A(C) La sphéroidation des précipités dans la matrice appauvrie et non recristallisée.
- De B(a) à B(c) et de C(a) à C(c), les précipités lamellaires induisant la recristallisation. Qui est complète dans B(c) et C(c).
- Dans B(a) et B(b), la précipitation contenue est sous forme de structure de widmanstatten, cette dernière est consommée dans B(c). Aucune précipitation contenue n'est observable par microscopie optique de C(a) à C(c).
- Dans B(d), C(d) la sphéroidation du précipité et faite dans une matrice appauvrie et recristallisée.

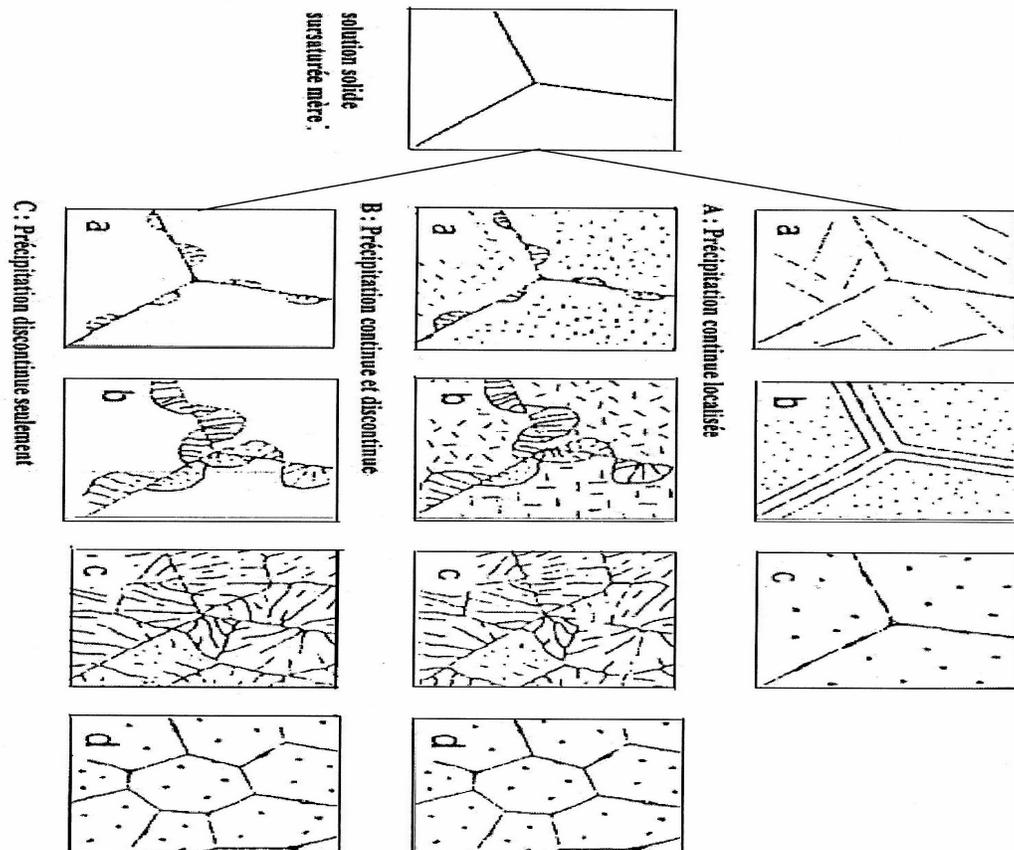


Figure I.18 : Représentation schématique de la plupart des microstructures et leur, observées par microscope optique durant les divers stades de précipitation à partir de la solution solide sursaturée [33].

---

**Les processus de précipitation sont généralement classés en deux catégories principales :**

### ***1.3.2.1 Précipitation contenue***

Résulte des mécanismes mettant en jeu simultanément tout au long de la transformation l'ensemble des atomes concernés. Une des caractéristiques de la transformation contenue et la variation contenue du paramètre de réseaux de la phase mère durant le vieillissement [31]. La précipitation contenue est caractérisée par une croissance relativement lente des précipités, la matrice conserve sa structure, mais sa concentration change continuellement.

La précipitation est contenue lorsque la saturation des cristaux mixtes métastable est faible.

Dans la pratique, la précipitation contenue ne se produit qu'exceptionnellement et la germination démarre presque toujours sur des hétérogénéités de la phase mère qui abaissent l'enthalpie libre de formation des germes en réduisant soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation ou encore les deux. Ces hétérogénéités peuvent être des impuretés, des inclusions, des dislocations, Ou des joints de grains.

### ***1.3.2.2 Précipitation discontinue***

Cette réaction est caractérisée le plus souvent par une coexistence de la phase sursaturée initiale ( $\alpha_0$ ) au sein de laquelle la concentration du soluté demeure inchangée et les produits de précipitation qui sont deux phases ( $\alpha+\beta$ ) avec un front de réaction précis dans les cristaux mixtes sursaturés ( $\alpha_0$ ), les changements de structures et de composition se produisent seulement dans les régions adjacentes à l'interface mobile.

Ainsi, aux interfaces entre région qui ont subit la réaction de décomposition et celle ou cette dernière n'a pas encore lieu, il existe une discontinuité de concentration donc la phase mère ne subit pas de changement jusqu'à ce qu'elle soit balayer par l'interface et la transformation est complète dans les régions sur lesquelles l'interface est passée de ce fait il y a apparition de colonies formées d'un agrégat avec une phase mère appauvrie et d'un précipité tels qu'un gradient de concentration discontinue apparaît avec la phase mère.

Dans la précipitation discontinue le front de réaction présente une limite de phase incohérente [32] pour lequel la distance interlamillaire  $\theta$  varie de 0.5 à 1nm, lorsqu'on atteint un stade de précipitation le plus souvent par la formation d'ourlets de précipitation, les lamelles se ramifient ou se forment de nouveaux germes de la phase  $\beta$  dans le front de réaction.

La Figure I.19 indique une particularité de la précipitation discontinue ou la matrice ( $\alpha$ ) de la cellule de précipitation a la même orientation que le grain 1 et la désorientation de la matrice dans le grain 2 est la particularité essentielle de la précipitation discontinue.

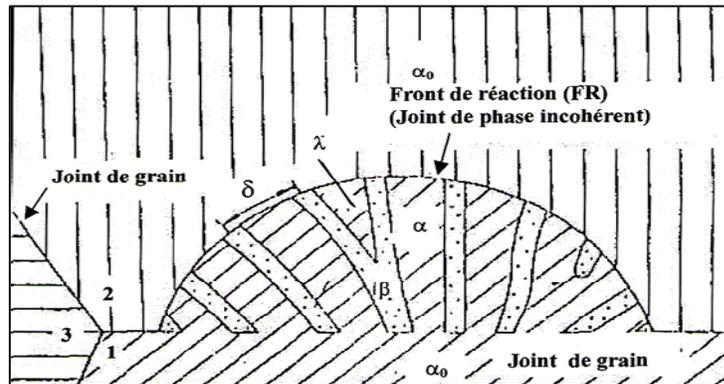
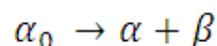


Figure I.19: Schéma de la précipitation discontinue [32].

#### ***1.4.2.2.1 Conditions nécessaires d'apparition de précipitation discontinue :***

Le phénomène de précipitation discontinue a été découvert par Agreew et al[39.40] dans les alliages Ag-Cu depuis sa compréhension a énormément évolué grâce au grand intérêt qu'elle présente au point de vue scientifique et industriel, non seulement vis-à-vis du mécanisme de la réaction, mais aussi des modifications des propriétés des alliages qu'elle présente.

La réaction de la précipitation discontinue peut s'écrire comme suit :



C'est une décomposition de la phase mère  $\alpha_0$  sursaturée en deux phases:

- a) Phase  $\alpha$  appauvrie en élément d'alliage ayant le même réseau de structure que la phase mère.
- b) Phase  $\beta$  intermétallique riche en élément d'alliage (dans notre cas phase sigma).

Les conditions pour lesquelles le phénomène de précipitation discontinue peut exister sont très difficiles à prédire car beaucoup de question restent toujours ambiguës malgré l'effort fournit par les différents auteurs relatif à cette question.

Il est impossible de prédire dans quel type de système binaire la précipitation discontinue peut avoir lieu [34], mais beaucoup de questions restent posées concernant la force motrice réelle de la réaction proprement dite, tels que le mécanisme de germination et de croissance le plus appropriée pour chaque type d'alliage mais généralement, le phénomène de précipitation discontinue ne peut exister qu'aux conditions suivantes [35] :

- A. Qu'un des constituants (soluté) présente une solubilité plus grande à haute température qu'à basse température, on doit donc avoir un des types de diagramme d'équilibre (Figure I.20 et 21).
- B. Avoir des alliages dont la composition est comprise entre  $C_1$  et  $C_2$ .
- C. Il est, en outre nécessaire d'effectuer un cycle de traitement thermique de type:
  - 1) –Homogénéisation ou mise en solution à une température appropriée  $T_H$ .
  - 2) –Refroidissement brutal à basse température (hypertrempe).
  - 3) –Revenue (ou traitement de vieillissement) à une température intermédiaire  $T_v$ .

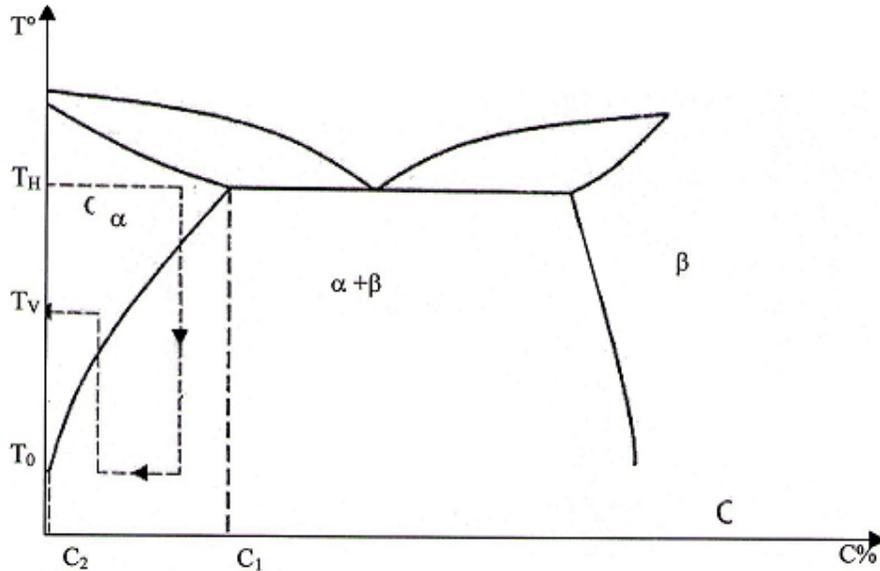


Figure I.20 : Diagramme d'équilibre à solubilité plus grande à haute température [35]

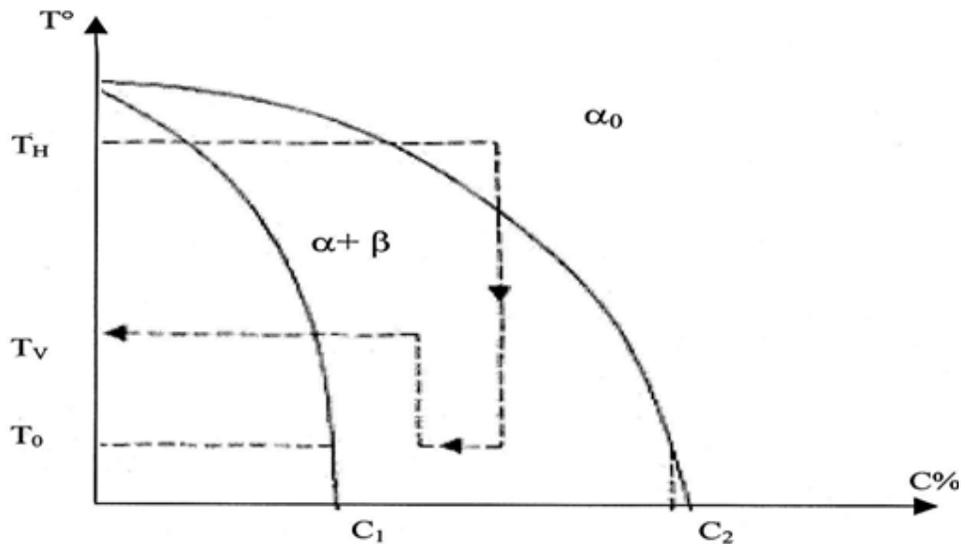


Figure I.21 : Diagramme d'équilibre à solubilité plus grande à haute température[35].

---

## I.5 Equations de type Johnson-Mehl-Avrami (J.M.A).

L'équation de Johnson-Mehl-Avrami (JMA) exprime le taux de phase transformée  $y$  en fonction du temps de maintien isotherme ( $t$ ) à une température ( $T$ ) [36-37] a été proposer pour décrire la cinétique isotherme d'une grande variété des réactions de précipitations.

Elle s'énonce par la relation :

$$y(t) = 1 - \exp(-kt)^n \quad (I.03)$$

Dans laquelle :

$y$  : fraction transformée.

$t$  : temps de maintien isotherme (secondes).

$k$  : constante de vitesse de réaction.

$n$  : coefficient de JMA.

Le modèle théorique de JMA est basé sur trois hypothèses principales [36]:

- 1) La transformation à lieu dans un volume infini ;
- 2) La germination à lieu aléatoirement ;
- 3) La croissance des précipités est uniforme dans toute direction.

Sous cette forme  $y$  varie bien entre 0 et 1 suivant une forme caractéristique dite sigmoïdale

Figure I.22 Ce type de courbe met en évidence trois stades [37]:

- Le premier stade est appelé temps d'incubation durant laquelle aucune modification détectable n'a eu lieu. Son extension dépend bien évidemment de la sensibilité de la méthode d'observation ou de mesure. Sa durée diminue généralement quand la température augmente.
- Le deuxième stade correspond à un régime en  $t^n$  caractéristique de la cinétique et des mécanismes contrôlant la transformation.
- Le troisième stade lié à un ralentissement dû à l'interférence des champs de diffusion ou empiètement autour des particules ainsi qu'à la coalescence de celles-ci.

Dans le cas des transformations pour lesquelles un seul mécanisme gouverne le processus les paramètres  $n$  et  $k$  peuvent être significatifs des mécanismes de croissance ou de germination et croissance.

Le paramètre  $k$  dépendant essentiellement de la température peut prendre n'importe quelle valeur positive inférieure à  $1 \text{ S}^{-1}$ , la cinétique décroît lorsque  $k$  diminue [36] (Figure I.22.b). A cet effet,  $k$  est appelée constante de vitesse de réaction.

Le coefficient  $n$  modifie l'allure de la courbe (Figure I.22a), il traduit le mécanisme de transformation souvent compris entre 0.5 à 4.

Afin de mieux comprendre l'interprétation qu'on peut donner de la valeur de ces coefficients (et en particulier du coefficient  $n$  caractéristique du mécanisme lui-même), il est intéressant de rappeler brièvement les hypothèses et les principes de calculs aboutissant à l'approximation de JMA pour les différents mécanismes simples de transformation de phase.

La précipitation peut être gouvernée soit par la nucléation soit par la croissance :

➤ Dans le cas de la nucléation sur les joints de grains, si celle-ci est assez rapide, les sites de nucléation sur la surface du joint sont saturés bien avant que le volume du grain ne soit rempli de précipités. L'exposant est alors caractéristique du mode de croissance, ce cas de figure conduit généralement à un coefficient de JMA situé autour de 1.

➤ Dans le cas où la croissance est le processus dominant dans la transformation la croissance d'un précipité peut être gouverné soit par une réaction d'interface, soit par la diffusion selon la taille du germe. Généralement pour des petits germes la diffusion se fait plus vite que la traversée de l'interface (peu d'atomes de soluté peuvent traverser simultanément); lorsque la taille des précipités devient assez grande l'inverse peut alors se produire.

Si la réaction est contrôlée par une réaction d'interface la fraction volumique transformée augmente proportionnellement à  $t^{1/3}$ . Lorsque l'interaction entre précipités est faible, un coefficient de JMA situé autour de  $n = 3$  est généralement observé.

Les réactions contrôlées par la diffusion présentent des coefficients variant de 1 à 2 selon la morphologie des précipités qui se développent.

Si toutefois la germination se poursuit au cours de l'avancement de la transformation, l'exposant est plus élevé d'une unité si le taux de germination reste constant pendant un temps appréciable.

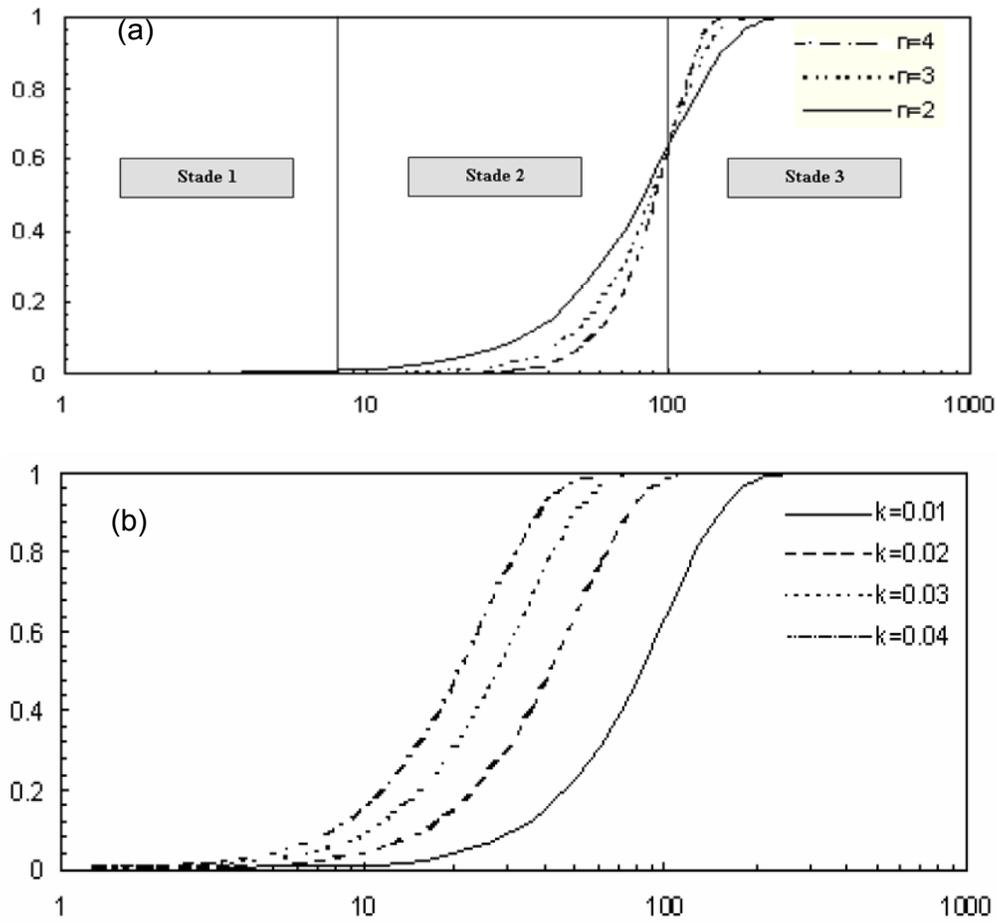


Figure I.22 : Courbes de fraction transformée en fonction du temps [36].

(a) influence de l'exposant  $n$ ,

(b) influence de la constante de vitesse  $k$ .

---

### 1.5.1 Phénomène d'empiètement et modification des équations de (J.M.A)

Il a été constaté expérimentalement dans nombreuses études des cinétiques de transformation de phases que les équations JMA étaient en bon accord avec les résultats expérimentaux au début de la réaction, cependant, à partir d'un certain taux de transformation (60%) des déviations dans les droites de JMA sont souvent observés [38].

Ces écarts peuvent être dues à :

- Une distribution hétérogène des germes préexistants.
- L'effet de la morphologie des particules précipitées.
- L'effet de l'empiètement dû au contact des précipités qui s'accroît.

En tenant compte de ces changements, on assiste souvent à un dérivé des courbes de JMA. Pour exprimer la cinétique de transformation reprenons l'équation de JMA (I.03) et dérivons par rapport au temps :

$$\frac{dy}{dt} = kn(kt)^{n-1} \exp[(-kt)^n] \quad (I.04)$$

Remplaçons  $\exp(-kt)^n$  par  $(1-y)$ , on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = kn(kt)^{n-1} (1-y) \quad (I.05)$$

Des modifications apportées par Austin-Rickett [50] et plus tard par E5 [36] portent sur l'exposant d'empiètement  $C$  de la fraction non transformée  $(1-y)$ , ce paramètre est introduit dans l'équation précédente afin de corriger certains effets morphologiques ou chimiques de la transformation [38] qui peuvent être :

- Une déplétion du soluté dans la matrice non transformée dû à la croissance compétitive des produits de la transformation.
- Une collision directe de deux germes en croissance.
- Un épuisement dans les sites de germination.

---

Lee et al [49] ont développé un modèle de cinétique de transformation isotherme. La corrélation avec le modèle de JMA est expliquée à partir de la différence dans les valeurs du coefficient c.

Ainsi, l'équation I.05 s'écrit sous la forme :

$$\frac{dy}{dt} = kn(kt)^{n-1} (1-y)^{c+1} \quad (I.06)$$

Le facteur C tient compte de l'empiétement entre les différents cristaux en croissance. Donnant une valeur convenable à ce facteur, on se rapproche le mieux possible à la cinétique mesurée expérimentalement. Donc l'intégration de l'expression (I.06) donne finalement l'expression du model modifie de JMA :

$$y = 1 - \left[ \frac{1}{1+c.(kt)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad (I.07)$$

### ***1.5.1.1 Détermination des paramètres de transformation :***

Etudions parallèlement le cas c=0 (équation de JMA), et le cas c≠0 (équation de JMA modèle modifie). En transformant les relations (I.03) et (I.07) on obtient :

$$(kt)^n = \begin{cases} \ln \frac{1}{(1-y)}, & c = 0 \\ \frac{1}{c} \left[ \frac{1}{(1-y)^c} - 1 \right], & c \neq 0 \end{cases} \quad (I.08)$$

---

Après transformation logarithmique on obtient :

$$n \ln(k) + n \ln(t) = \begin{cases} \ln \ln \frac{1}{(1-y)}, & c = 0 \\ \ln \left[ \frac{(1-y)^c - 1}{c} \right], & c \neq 0 \end{cases} \quad (I.09)$$

Les grandeurs  $Y = \ln(\ln (1/1-y))$ ,  $Y = \ln [(1-y)^c - 1]/c$  et  $Z = \ln(t)$  sont utilisées pour déterminer les valeurs respectives des coefficients  $n$  et  $k$ .

L'équation de JMA est vérifiée si  $Z = f(X)$  présentant une droite de pente  $n$  et à partir de l'intersection avec l'axe  $X$  en déduit  $k$ . Cependant, il est préférable d'obtenir  $k$  à partir des données expérimentales. On peut calculer le paramètre  $k$ , en choisissant une durée  $t_0$ , telle que le produit ( $k \cdot t_0 = 1$ ), dans ce cas, la constante ( $k=1/t_0$ ), d'où le taux d'évolution de la transformation correspond à  $t_0$  s'écrit comme suit:

$$y_0 = \begin{cases} 1 - \frac{1}{e} = 0,632, & c = 0 \\ 1 - \left[ \frac{1}{c+1} \right]^{\frac{1}{c}}, & c \neq 0 \end{cases} \quad (I.10)$$

---

### 1.5.1.2 Cinétique maximale de la transformation :

La cinétique maximale de changement de phase correspondant au point d'inflexion de la courbe  $dy/dt = f(t)$ .

La dérivée seconde de l'équation (I.07) :

$$\frac{d^2y}{dt^2} = \begin{cases} (kt)^n \cdot n \cdot \exp[-(kt)^n] \cdot \frac{n-1-n(kt)^n}{t^2}, & c = 0 \\ [1+c(kt)^n]^{-\frac{1}{c}} \cdot n \cdot (kt)^n \cdot \frac{n-1-n(kt)^n-c(kt)^n}{t^2[1+c(kt)^n]^2}, & c \neq 0 \end{cases} \quad (I.11)$$

En annulant la dérivée seconde équation (I.11) on obtient le temps nécessaire  $t_m$

$$\begin{cases} t_m = \frac{1}{k} \left( \frac{n-1}{n} \right)^{\frac{1}{n}}, & c = 0 \\ t_m = \frac{1}{k} \left( \frac{n-1}{n+c} \right)^{\frac{1}{n}}, & c \neq 0 \end{cases} \quad (I.12)$$

En remplaçant dans les équations d'évolution (I.03) et (I.07)

Le taux d'évolution correspondant à la cinétique maximale :

$$y_m = \begin{cases} 1 - \exp\left(\frac{1-n}{n}\right), & c = 0 \\ 1 - \left(\frac{c+n}{n(c+1)}\right)^{\frac{1}{c}}, & c \neq 0 \end{cases} \quad (I.13)$$

## Partie II

### Techniques expérimentales

---

*II.1 Introduction.*

*II.2 Présentation du matériau étudié.*

*II.3 Analyse de la composition chimique.*

*II.4 Traitements thermiques.*

*II.5 Caractérisation.*

---

## II.1. Introduction

## II.2 Présentation du matériau étudié

Nos échantillons ont été prélevés à partir d'un tube de diamètre 170 mm et d'épaisseur 7 mm dont la nuance est un acier inoxydable duplex 2205, sa position relative est schématisée par la Figure II.01 du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.

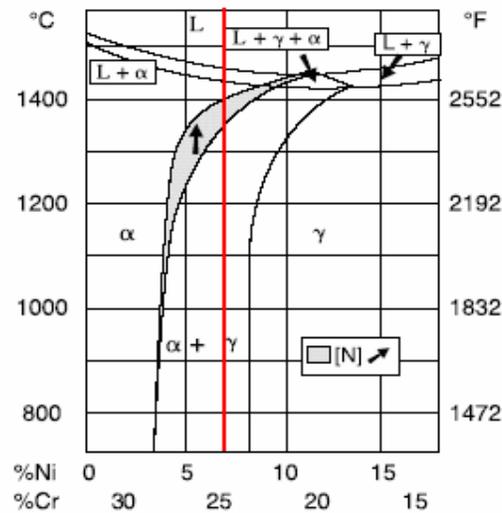


Figure II.01: position relative de l'acier utilisé dans l'étude (25%Cr) dans le Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe [13]

## II.3 Analyse de la composition chimique

Les matériaux étudiés sont des aciers inoxydables austéno-ferritiques contenant environ 50% d'austénite ( $\gamma$ ) de structure cubique à faces centrées et 50% de ferrite ( $\alpha$ ) de structure cubique centrée.

La composition chimique en pourcentage massique sont données dans les Tableaux II.01.

Tableau II.01 : Composition chimique de l'alliage 2205.

Éléments	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Mo	Ni	Al	V
% wt en poids	0,04	0,63	1,39	0,02	0,01	0,08	<b>22,47</b>	<b>3,10</b>	<b>5,96</b>	0,02	0,08

L'alliage est obtenu par coulée continue, puis laminage à chaud de tôles jusqu'à 15mm d'épaisseur. Ils sont fournis à l'état hypereutecté (1050°C) afin d'éviter la précipitation de phases secondaires.

On remarque que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables duplex.

## II.4 Traitements thermiques

Afin d'étudier les transformations de phase qui se produisent au sein du matériau, différents types de traitements thermiques ont été effectués dans le domaine de température correspondant à l'apparition de précipitation de la phase sigma et carbure de chrome selon le diagramme T.T.T de l'acier 2205 (voir annexe).

### II.4.1 Traitement de mise en solution

La séquence de ces traitements thermiques est représentée schématiquement dans la Figure II.02. Ce cycle thermique consiste en un chauffage des échantillons à une très haute température suivie d'un maintien à cette température pendant une heure et s'achève par un refroidissement rapide dans un bain d'eau à température ambiante (hypertrempe). Les traitements d'hypertrempe ont été réalisés dans un four à résistance électrique au niveau du centre de recherches scientifique et technique en soudage et contrôle (CSC). Nous avons adopté trois températures d'hypertrempe : 1050, 1150 et 1250°C, ce qui nous permet d'étudier l'influence du taux de ferrite et la taille des grains (surface spécifique des joints de grains) sur la cinétique de précipitation.

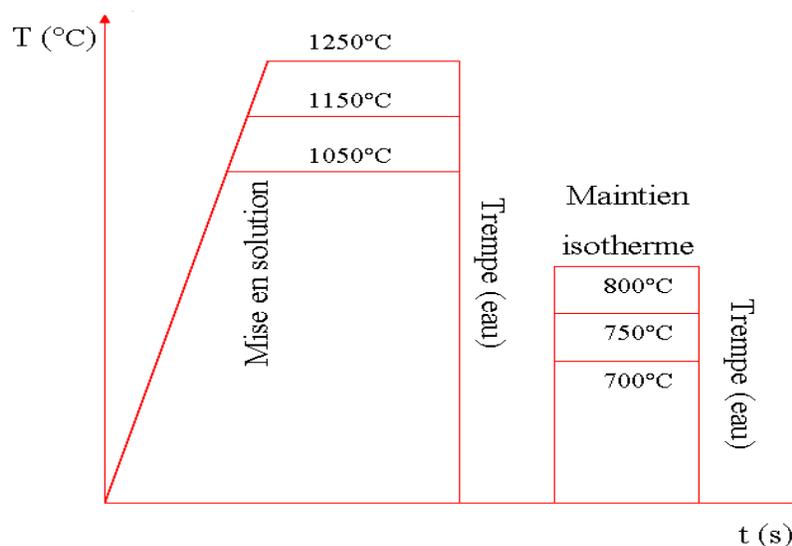


Figure II.02 : Représentation schématique des séquences des traitements thermiques utilisées.

### ***II.4.2 Traitement de revenu***

Consécutif au traitement d'hypertrempe, ce traitement consiste à chauffer les échantillons à une température inclus dans l'intervalle de décomposition sur le diagramme TTT de l'acier 2205. Ensuite, de les maintenir pendant un temps donnée et s'achève par refroidissement brutale a l'eau à température ambiante.

Pour ce traitement nous avons choisi trois températures de revenu : 700,750 et 800°C.

Nos échantillons sont maintenus à ces températures pendant des temps échelonnés allant de 1/4h à 72 h. L'objectif visé par ces traitements concerne l'étude de la décomposition de la ferrite  $\delta$  en phase  $\sigma$ , en carbures de chrome M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> et en austénite secondaire  $\gamma_2$  ;

Les traitements de revenu ont été réalisés dans un four électrique à résistance et à canal horizontal équipé par un système de commande automatique muni d'un afficheur digitale.

Le four utilisé est de marque CARBOLITE (Figure II.03) allant à une température maximale de 1200°C et d'une puissance de (2 KW). Les montées en température ont été effectuées à une vitesse de chauffage constante (100°C/min) dans les deux traitements.



*Figure II.03 : Four électrique a canal horizontal pour traitements thermiques.*

## **II.5 Caractérisation**

### ***II.5.1 Caractérisation microstructurale***

#### ***II.5.1.1 Préparation des échantillons***

La préparation de la surface est une étape indispensable pour les observations aux microscopes optiques et électroniques à balayage (MEB) et essais de dureté.

Pour cela nous avons procédé à l'enrobage des échantillons dans une résine phénolique à chaud afin de faciliter les manipulations et assurer la planéité de la surface lors de polissage. Puis polis sur une polisseuse mécanique avec une série de papiers abrasifs de différentes granulométries du 80 au 4000 (grain/unité de surface) dans le but d'éliminer la couche d'oxyde superficielle formée après traitements thermiques et d'avoir des surfaces planes.

La finition est réalisée sur un tissu feutré avec addition de la poudre d'alumine de granulométrie 0.3 et 0.05  $\mu\text{m}$  afin de diminuer les effets du polissage mécanique et d'éliminer la couche superficielle déformée plastiquement et d'avoir finalement un état miroir.

Durant toutes les opérations de polissage les échantillons sont refroidis à l'eau ou lubrifiant afin d'éviter tout échauffement du matériau. A la fin de l'opération les échantillons sont soigneusement rincés d'abord à l'eau distillée et bien nettoyés à l'alcool (éthanol) suivi d'un nettoyage à ultrasons pendant 03 min dans l'acétone pour but d'éliminer les dépôts et films graisseux ou huileux résiduels, ensuite tous les échantillons sont séchés sous flux d'air, puis attaqués chimiquement par un réactif approprié.

#### ***II.5.1.2 Attaque***

L'analyse métallographique nécessite une préparation des surfaces par polissage ainsi qu'une attaque chimique appropriée afin de révéler la structure et de contraster les différentes phases.

##### ***II.5.1.2.1 Attaque chimique***

L'attaque chimique incite à une dissolution différentielle des phases selon leur nature et leur composition. Le réactif utilisé est le Glycérigia. Ce réactif révèle les joints de grains ferritiques, austénitiques, les interfaces, les joints de macles, la précipitation des phases intermétalliques et la morphologie de la structure.

### II.5.1.2.2 Attaque électrolytique

Le dispositif utilisé pour la réalisation de nos essais électrochimique est un Electrolyte de potasse caustique 10N (56g KOH, 100ml H<sub>2</sub>O) contient deux électrodes. L'échantillon est l'anode dont la surface d'attaque sera exposée à proximité d'une plaque en inox qui se comporte comme cathode (Figure II.04).

Les deux électrodes sont reliées à une potentiostat électronique qui permet d'opérer sous un potentiel déterminé à partir des courbes de polarisation, un équipotentiel  $E_{\text{corr}} = 4$  volt (dans notre cas).

Si le circuit est fermé une réaction de dissolution sélective des phases se produit à des vitesses différentes. Cette attaque colore la ferrite en gris foncé l'austénite en blanc et la phase sigma et les carbures en noire.

La durée d'attaque est de (05 à 20 S).

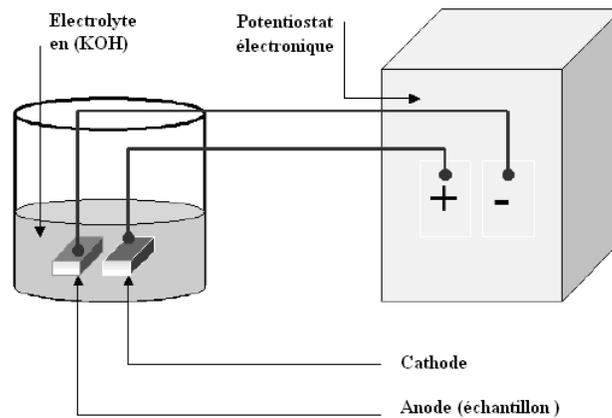


Figure II.04: schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.

### ***II.5.1.3 Observations microscopique***

#### ***II.5.1.3.1 Microscopie Optique***

L'utilisation du microscope optique nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (évolution des grains, forme et répartition des précipités, mouvement du joint de grain) durant les traitements thermiques et aussi de prendre des micrographies de la structure des échantillons en question avec différents grossissement.

L'observation des microstructures a été réalisée au CSC à l'aide d'un microscope optique type (ZEISS Axio Plan ) muni d'une caméra numérique et piloté par un ordinateur (Figure II.05) équipé d'une interface programmable logiciel (AXIO Cam MRc), ce qui facilite la sauvegarde et le traitement des micrographies obtenues.



*Figure II.05: Microscope optique utilisés pour la micrographie.*

#### ***II.5.1.3.2 Traitement D'image***

Cette technique permet de tirer profit des micrographies obtenues par microscopie optique d'une manière quantitative. L'utilisation des logiciels de traitement d'image (ImageJ) permet d'estimer les taux de ferrite  $\delta$  et de l'austénite  $\gamma$ . ainsi le taux de la surface spécifique L des joints de grain à toutes les étapes désirées. Pour cela, on utilise l'attaque électrolytique car cette attaque permet une coloration inégale des phases.

Pour cela nous avons prélevé aléatoirement cinq micrographies de chaque maintien, toutes ces étapes sont illustrées dans la Figure II.06. Nous avons calculé le taux de la ferrite et la surface spécifique des joints de grain en fonction des températures d'hypertrempe et revenu et le temps de maintien.

1. dans l'image initiale (a) les deux phases ( $\delta$ ,  $\gamma$ ) apparaissent en couleurs différentes.
2. la deuxième étape est la transformation en gris en jouant sur la luminosité et le contraste de l'image transformée.
3. enfin on obtient une image finale binaire où apparaît la phase  $\delta$  en noire est le reste par une couleur choisi préalablement.
4. à partir de l'image c on peut mesurer le périmètre limitant les deux phases qui représente la surface spécifique des joints de grain.

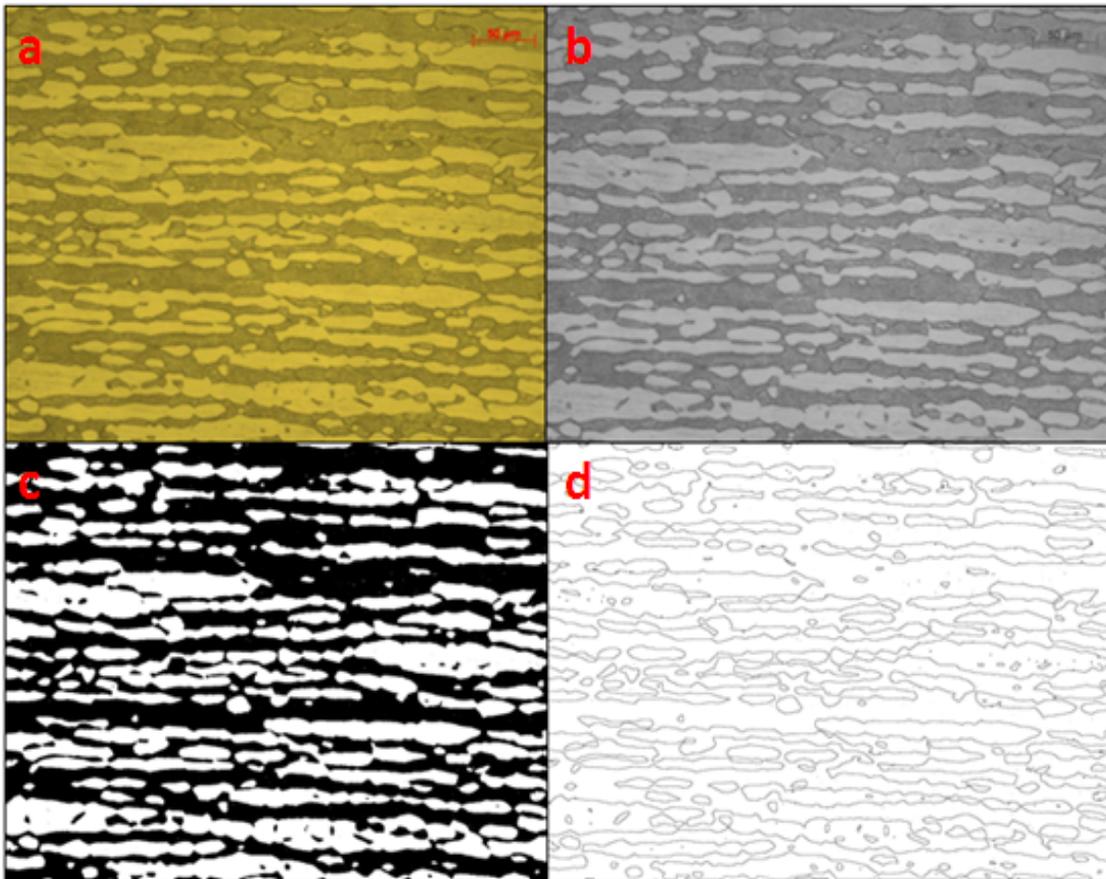


Figure II.06: les différentes étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image ; (a) l'image initiale non traitée; (b) image transformée en niveau de gris; (c, d) images finale binaire.

### II.5.1.3.3 Microscopie Electronique à Balayage MEB

Pour une bonne résolution et grossissements plus important qu'en microscopie optique, on utilise la microscopie électronique à balayage.

La méthode consiste à mettre l'échantillon sous vide puis de bombarder sa surface par un faisceau d'électrons. Ces électrons sont diffusés de manière élastique ou inélastique à travers le métal formant une poire dans la zone d'excitation (Figure II.07).

Sous cet effet certains électrons sont diffusés de manière élastique, c'est-à-dire en conservant leur énergie cinétique, ce sont les électrons dits « rétrodiffusés ».

Au cours du choc, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes provoquant l'ionisation de ce dernier par éjection d'un électron dit « secondaire ».

L'énergie des électrons secondaires étant faible (typiquement quelques dizaines d'eV), seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière.

L'atome ainsi ionisé se désexcite, un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vide, ce qui provoque soit l'émission d'un photon X (émission secondaire), soit d'un électron Auger.

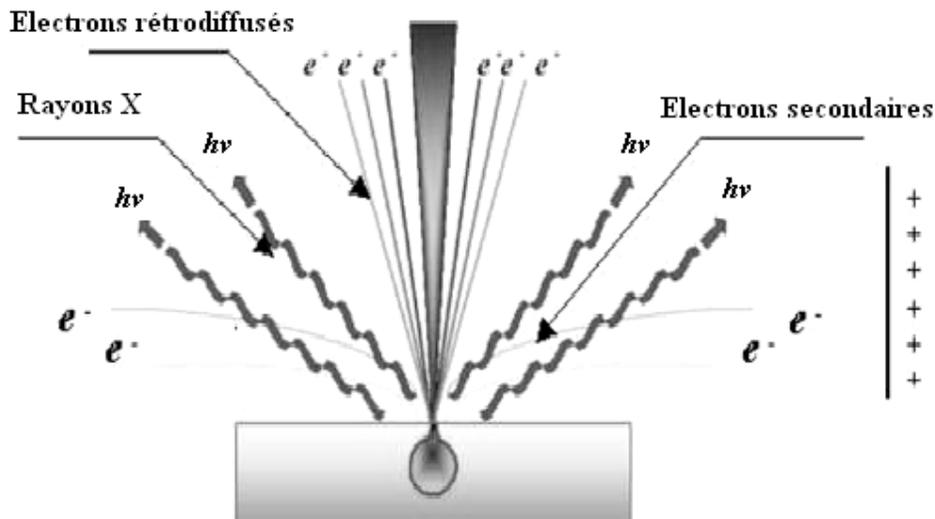


Figure II.07: schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.

Sous l'impact du faisceau d'électrons accélérés, les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires émis par l'échantillon sont recueillis sélectivement par des détecteurs qui transmettent un signal à un écran cathodique dont le balayage est synchronisé avec le balayage de l'objet. En faisant bouger le faisceau sur la pièce par un mouvement de balayage,

les électrons et les rayonnements électromagnétiques produits sont utilisés pour former des images ou pour effectuer des analyses physico-chimiques.

Nos investigations ont été réalisées au niveau du centre de recherche nucléaire d'Alger (CRNA). Nous avons utilisé l'imagerie en électrons rétrodiffusés qui constitue le signal le mieux adapté à l'obtention d'images présentant un contraste cristallin. L'intensité de ces électrons rétrodiffusés étant sensible à l'orientation cristallographique de l'échantillon et à la perfection du réseau cristallographique au point d'impact du faisceau incident.

Ces caractéristiques sont particulièrement intéressantes pour une bonne révélation des morphologies des précipités.

Durant toutes ces opérations, les échantillons doivent présenter une conductibilité superficielle de l'électricité pour écouler les charges, c'est pourquoi l'enrobage des échantillons est enlevé.

#### ***II.5.1.3.4 Analyse Ponctuelle Par EDX***

Pour suivre l'évolution de la composition chimique des différentes phases, des analyses quantitatives de la composition des précipités et de la matrice ont été effectuées sur un MEB de marque Philips de type ESEM XL30 couplé au système d'analyse EDX (Energie Dispersive X-ray). Les spectres EDX sont enregistrés sur une durée d'acquisition de l'ordre de 100 secondes.

Le traitement des données acquises consiste tout d'abord à identifier les raies du spectre à l'aide d'un logiciel «DX4 Material Thin » fourni avec le système. Pour ce faire, le logiciel compare les énergies cinétiques ( $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$ , etc.) des raies caractéristiques des éléments obtenus expérimentalement avec celles d'une table de référence issue de l'analyse d'échantillon standard. La quantification se repose ensuite sur l'intégration des raies obtenues.

## II.5.2 Caractérisation mécanique

### II.5.2.1 La Dureté

En générale la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, la mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur sous l'action d'une charge appliquée (Figure II.08). Le rapport de la force appliquée  $F$  à la surface en cours  $S$  de l'empreinte donne la dureté :

$$H = F/S$$

Nous avons utilisé un Duromètre du type Vickers de marque *CONTROLABE*, équipé d'un écran pour permettre de positionner l'empreinte est mesurer le diamètre moyen des diagonales de l'empreinte.

Les variations de dureté avec les traitements thermique peuvent être déterminées à l'aide de la formule :

$$HV = 1,854 P/d^2$$

Où:

$P$  : Charge appliquée en (kgf).

$d$  : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte en (mm).

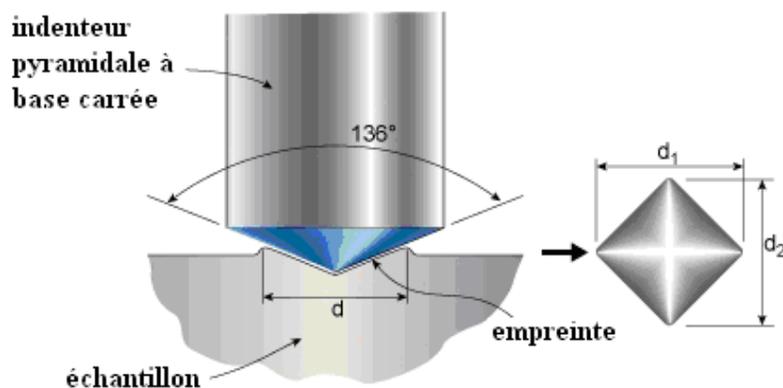


Figure II.08: schéma illustratif indenteur type Vickers.

### **II.5.2.2 Essai de traction**

C'est un teste destructif qui consiste à exercer sur une éprouvette normalisée un effort de traction généralement jusqu'à rupture en vue de déterminer les caractéristiques mécaniques du matériau telles que:

- Module de young.
- La limite élastique.
- La résistance à la rupture.
- L'allongement à la striction.

D'après le diagramme de traction (contraint -allongement) représenté sur la Figure II.09, on distingue :

- 1) -OA : domaine élastique à déformation réversible  $R=E \cdot e$  (le coefficient de proportionnalité  $E$  est le module de Yong).
- 2) -A : limite du domaine élastique.
- 3) -AB : domaine de déformation permanente homogène ou de déformation plastique répartie.
- 4) -B : point de charge maximale ou de début de striction  $R_m$ .
- 5) -BC : domaine de striction ou de déformation plastique localisée.
- 6) -C : point de rupture de l'éprouvette

Dans notre cas, l'essai de traction est réalisé sur des éprouvettes prélevées parallèlement à la direction de laminage (Figure II.10), traités par hypertrempe à partir de 1150°C, puis revenue pendent 1h,3 h et 7 heures, pour trois températures de maintien à 700°C, 750°C et 800°C.

Les dimensions de l'éprouvette sont données dans le schéma de la figure II.11.

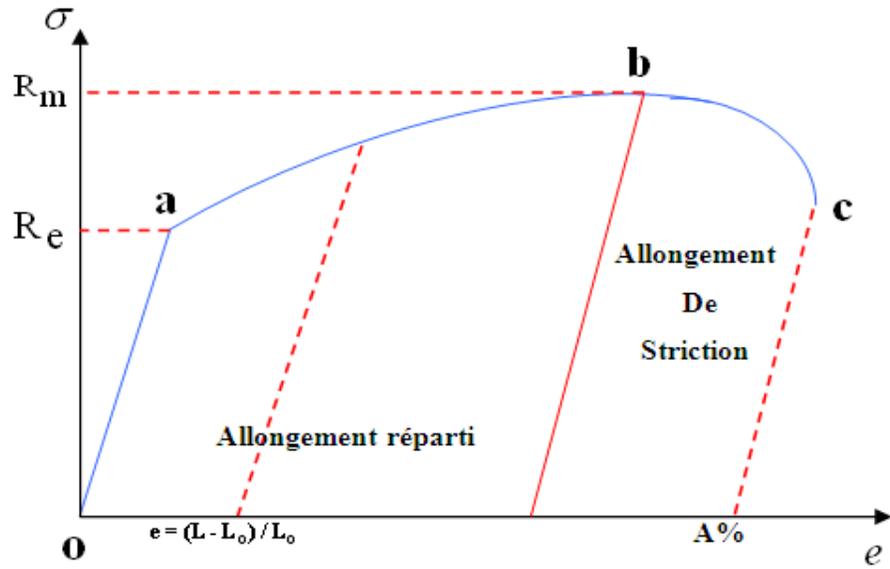


Figure II.09: schéma illustratif de la courbe de traction «contrainte-allongement».

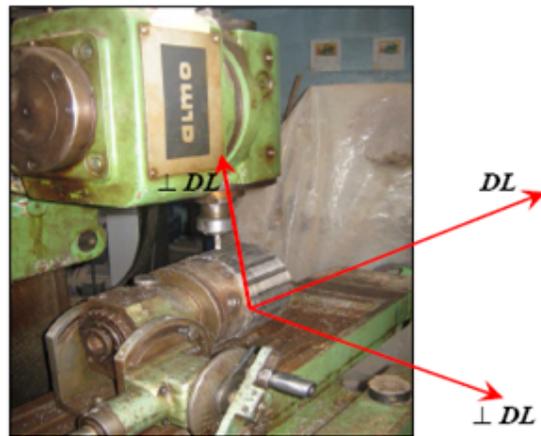


Figure II.10 : prélèvement des éprouvettes des essais de traction selon le sens de laminage  $DL$  à partir d'un tube duplex 2205.

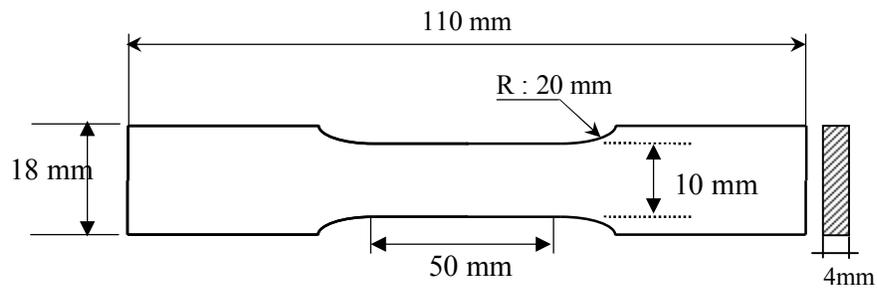


Figure II.11: Dimensions de l'éprouvette de traction.

L'objectif de ces cycles thermomécaniques est de caractériser l'évolution du comportement mécanique à la traction de l'acier 2205 et d'étudier l'influence des précipités formés au cours du vieillissement sur ce comportement pour différentes températures de maintien. Pour cela nous avons examiné deux éprouvettes pour chaque maintien.

Ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation constante égale à 3 KN/s.

Les conditions d'essais sont ceux définis par la norme ASME QW 461-2001. La machine utilisée est de marque Ibertest type UMIB-1000/sw, avec une puissance maximale de 1000 kN.

Les résultats et les courbes sont enregistrés directement sur un ordinateur équipé d'un logiciel et relié à la machine à l'aide d'une interface.

Ces essais ont été réalisés au laboratoire de génie mécanique du centre de recherche nucléaire d'El Birine (CRNB).

## Partie III

### Résultats et interprétations

---

*III.1 Effet des traitements thermique sur l'évolution de la microstructure.*

*III.2 Effet des traitements thermiques sur la dureté.*

*III.3 Cinétique de précipitation de la phase sigma.*

*III.4 Lois de comportement mécanique et paramètres associés.*

---

### III.1 Effet des traitements thermique sur l'évolution de la microstructure

#### III.1.1 Effet des traitements d'hypertrempe

La Figure III.01 montre l'évolution de la microstructure après des séquences d'hypertrempe. En remarque que la structure de laminage tend à disparaître, au profit d'une structure en bonde et les joints des grains seront distincte; ce qui se répercute sur les propriétés mécaniques de l'alliage. La phase austénitique se présente sous forme de lattes allongées dans la direction de laminage entourées d'une matrice ferritique. Nous constatons que la ferrite est plus texturée que l'austénite.

Par comparaison sur les trois Figures III.01 ((a), (b) et (c)), on observe que la taille des grains augmente évidemment lorsque la température d'hypertrempe augmente. Le rapport entre la taille initiale  $d_0$  et  $d$  après traitement est donnée par la relation suivante :

$$(d - d_0) = [B \cdot t \cdot e^{-Q/RT}]^m \quad (\text{III.01})$$

Avec :

$$R = 8.314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}.$$

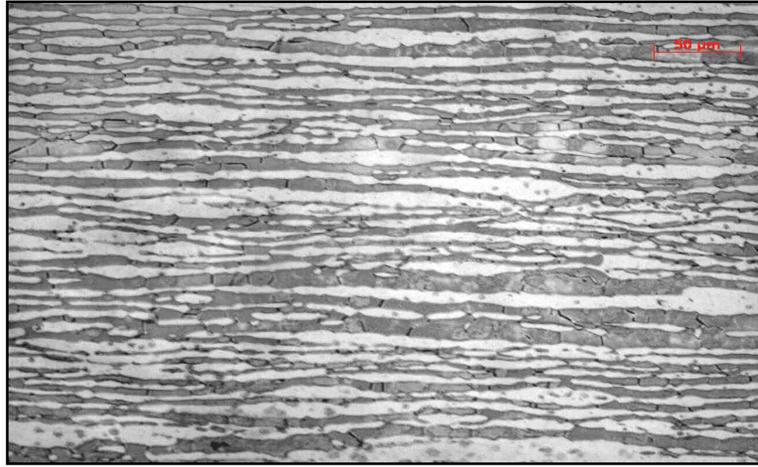
$Q$  : L'énergie d'activation de grossissement de grain.

$B$  : constante tenant compte de la mobilité atomique et de l'énergie d'interface.

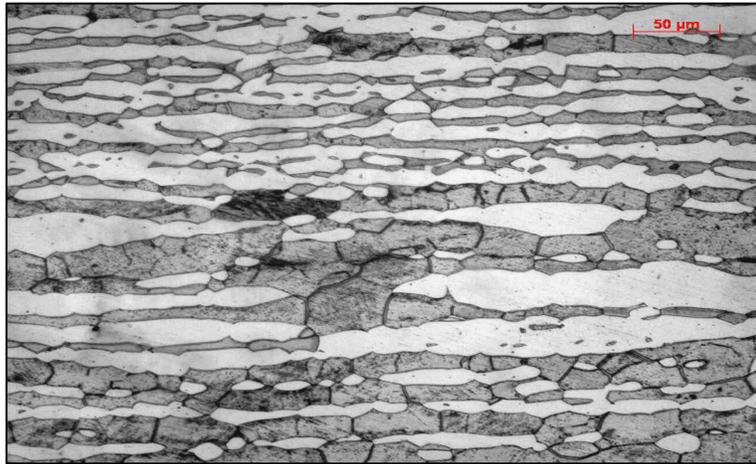
$m$  : paramètre qui évolue avec la température en fonction du type de l'acier.

Le grossissement des grains est plus important à 1250°C devient moins à 1150°C et faible à 1050°C. Il concerne la majeure partie de la ferrite qui présente des vitesses de diffusion plus élevées que la phase austénitique d'une part, et l'impact de sa faible compacité par rapport l'austénite en d'autre part. L'austénite reste moins affecté, une coalescence des ces grains à été observé avec diminution de la densité des macles.

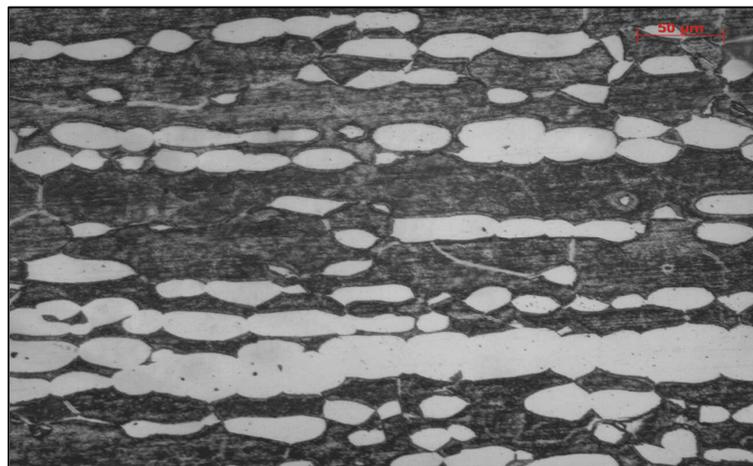
L'augmentation de la température d'hypertrempe provoque une augmentation du taux de ferrite (Figure III.02) et une diminution de la surface spécifique des joints de grains (Figure III.03).



*a) Microstructure à 1050-750°C*



*b) Microstructure à 1150-750°C*



*c) Microstructure à 1250-750°C*

*Figure III.01: Effet des traitements d'hypertrempe sur la microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205.*

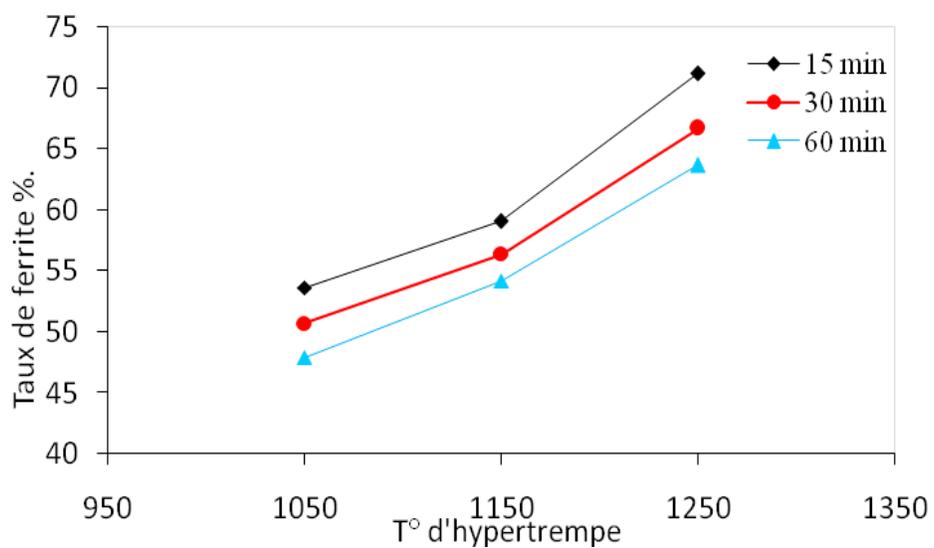


Figure III.02 : Evolution du taux de ferrite en fonction d'hypertrempe et de temps de maintien.

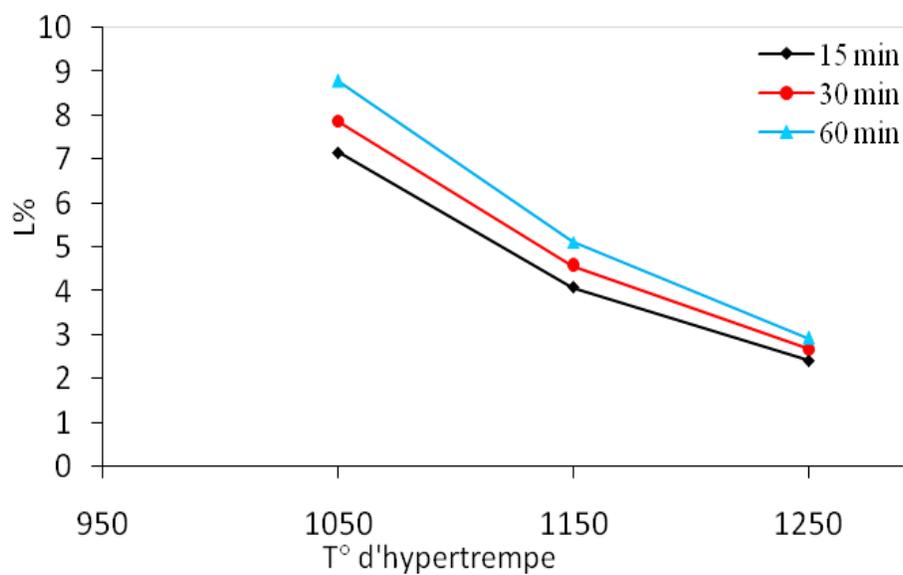


Figure III.03 : Evolution de la surface spécifique L en fonction d'hypertrempe et des températures de maintien.

### **III.1.2 Effet du traitement de revenu**

Les Figures III.04 montrent l'évolution de la précipitation au cours des traitements de vieillissement à la température 800°C pour des temps allongés de 1/2 h jusqu'à 72 heures de maintien grâce à une attaque chimique au KOH. On remarque au premier lieu l'apparition d'une nouvelle phase.

Les modifications structurales ont lieu essentiellement dans la phase ferritique. L'austénite initiale n'a subi aucun changement tout au long des traitements de vieillissement. La précipitation est constatée dès les quinze premières minutes (15 minutes), elle apparaît aux joints d'interfaces ferrite/austénite, ferrite/ferrite et même à l'intérieur des grains ferritiques Figure III.4. Les analyses métallographiques nous permettent de distinguer trois stades de vieillissement répartis comme suit :

- **Vieillessement  $\leq 01$  heures**

La Figure III.04(a) montre les premiers précipités formés après 30 minutes de maintien, de formes très fines, ils entourent les joints de grains d'une manière discontinue. Ces particules qui précipitent aux niveaux des interfaces ferrite/austénite et à l'intérieur des grains ferritiques sont identifiées comme étant des carbures de chrome de formule générale  $Cr_{23}C_6$ .

- **01 heure  $\leq$  vieillissement  $\leq$  07 heures**

Dans ce cas de maintien les particules  $Cr_{23}C_6$  atteignent une taille maximale dès la première heure du traitement et se stabilisent par la suite [60]. Leur arrangement est interrompu par la présence d'autre type de précipitations qui sont identifiés par les techniques d'analyse (EDX) pour être la phase sigma. Le diagramme T.T.T montre que les carbures de chrome apparaissent bien avant la phase sigma. Cette phase intermétallique (voir la Figure III.04. (c, d) précipite aux niveaux des interfaces ferrite/austénite et ferrite/ferrite.

- **vieillessement  $\geq 07$  heures**

Au bout de 07 heures de maintien on remarque que la ferrite est presque entièrement transformée. Finalement, on aura que des grains d'austénite et phase sigma. Les petits grains de ferrite seront alors éliminés cédant place aux précipités de la phase sigma.

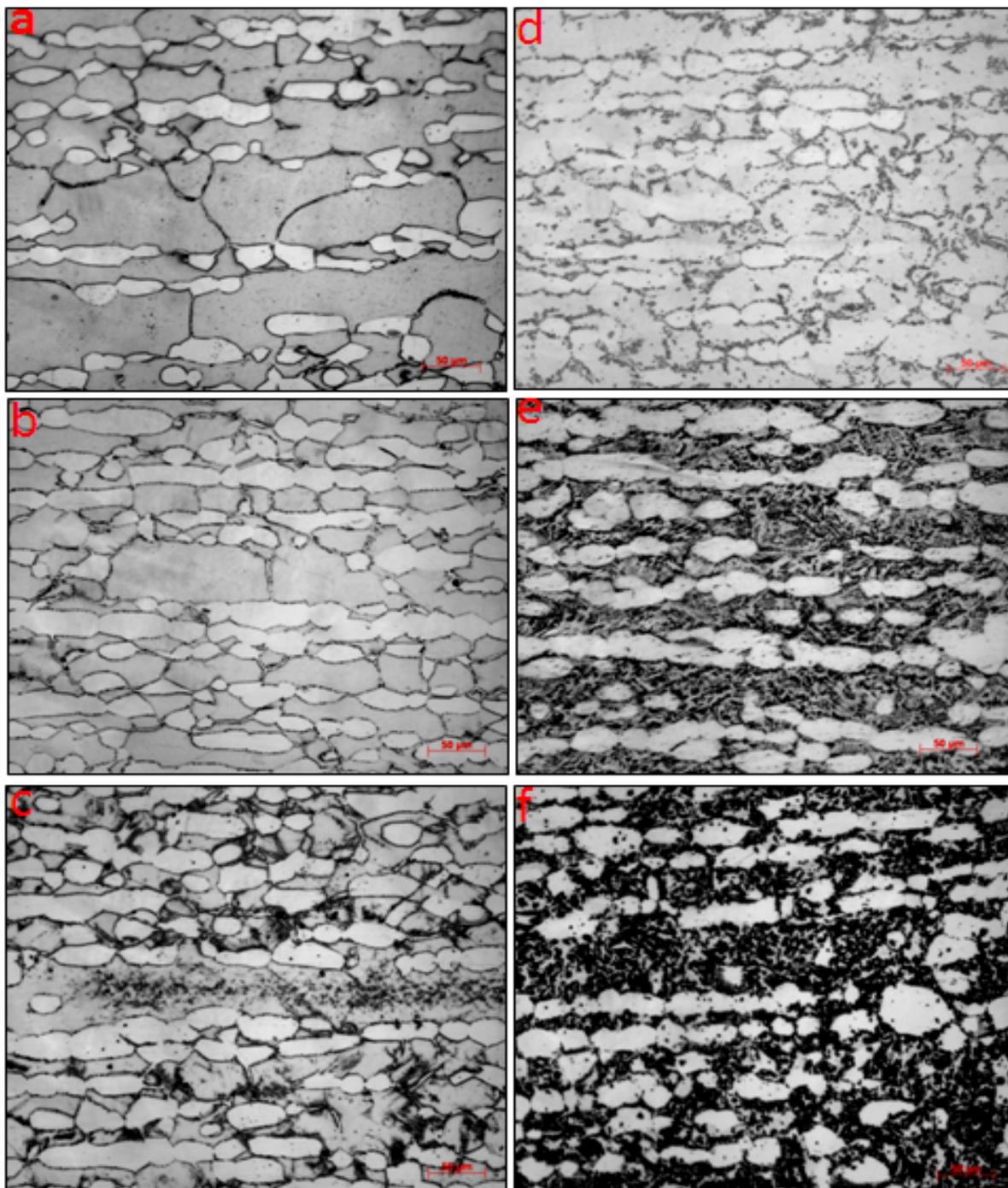


Figure III.04 : Evolution de la précipitation de la phase sigma avec le temps de maintien à 800°C après hypertrempe a partir de 1250°C pendant : (a) 30 min : (b) 60 min : (c) 02 h : (d) 07 h : (e) 30h :(f) 72h. Grossissement  $\times 200$ .

L'austénite reste inchangée durant le processus de transformation, sauf que leur structure initiale en bonde tend à disparaître au fur est à mesure que le temps de maintien augmente.

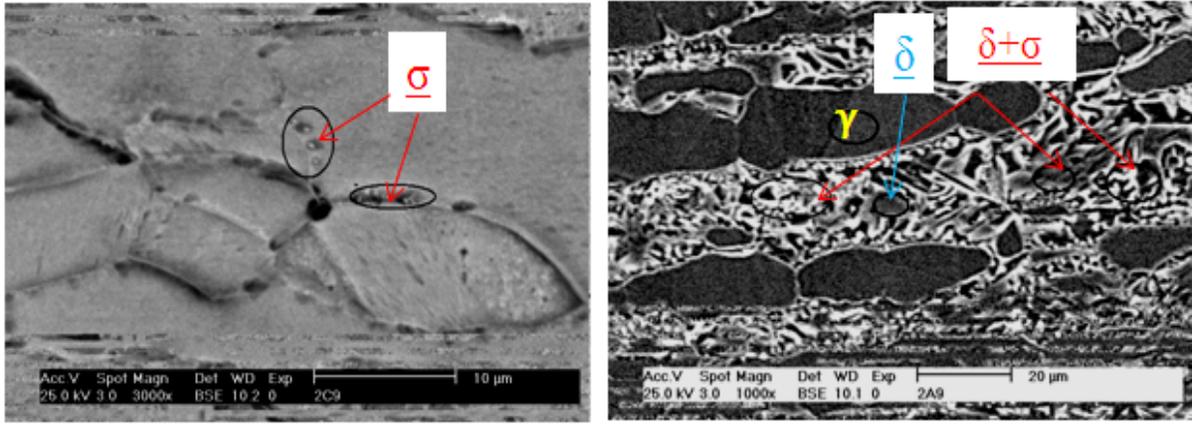
En fonction de la température de maintien on remarque que la taille des précipités et leurs formes change d'une manière importante durant le processus. Les micrographies issues de la microscopie électronique à balayage sont présentées dans la Figure III.05. Ces micrographies montrent que l'augmentation de la température de revenu conduit à une augmentation dans la taille et dans la forme géométrique ; allant d'une structure fine localisée au niveau de joints de grains pour 700°C (Figure III.05.a) vers une structure de forme dentelle à 750°C (Figure III.05.b) et à la fin on obtient une structure en bloc à 800°C (Figure III.05.c). Ainsi une température de 800°C correspond à la cinétique de précipitation la plus élevée permettant une diffusion rapide des éléments constituant les différents types de précipités à l'intérieur des grains et à travers les joints d'interfaces ferrite/austénite. Ces interfaces possèdent une forte énergie interfaciale et sont considérées comme sites préférentiels de précipitation.

Dans la Figure III.06 la précipitation de la phase sigma montre une morphologie similaire à celle proposée par le schéma de *Geisler* par la formation des ourlets de précipitations, ces derniers se ramifient et se développent. Donc il y a apparition de colonie formée d'un agrégat avec une ferrite appauvrie et d'un précipité tels qu'un gradient de concentration discontinue apparaît avec la phase mère au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. Donc la ferrite qui est la phase mère ne subit pas de changement jusqu'à ce qu'elle soit balayée par le front de réaction **FR** est la transformation est complète dans les régions sur lesquelles l'interface **FR** est passée.

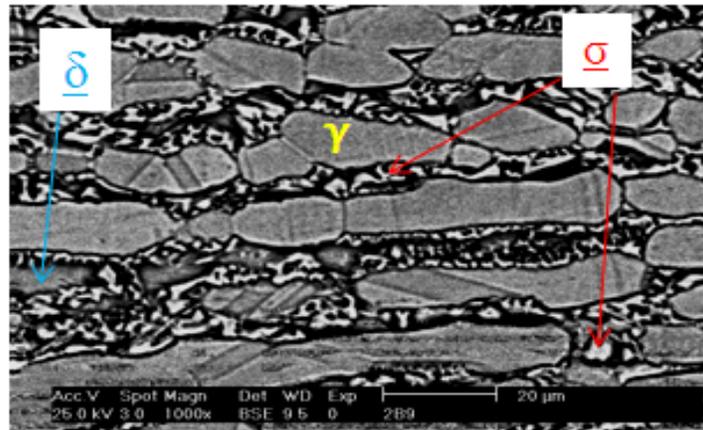
La Figure III.06 montre également un déplacement des joints de grains aux niveaux des interfaces  $\gamma / \delta$  et d'après la relation de *Thomson* on peut montrer que la variation de la pression vapeur est inversement proportionnel au rayon de courbure du joints.

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{r} \quad (\text{III.02})$$

Donc l'instabilité d'un joint de grain est fonction de sa courbure. A cette effet, les grains dont les joints sont convexes (qui sont dans notre cas les grains de ferrite) ont tendance à s'éliminer en faveur des grains dont les joints sont concave (présente dans notre cas les grains d'austénite) et qui ont tendance à grossir.



a). Microstructure MEB à 700°C de maintien      b). Microstructure MEB à 750°C de maintien



c). Microstructure MEB à 800°C de maintien

Figure III.05: Résultats de la microscopie électronique à balayage illustrant l'évolution de la microstructure a partir d'hypertrempe à 1150°C après 07 heures dans différentes températures de maintiens.

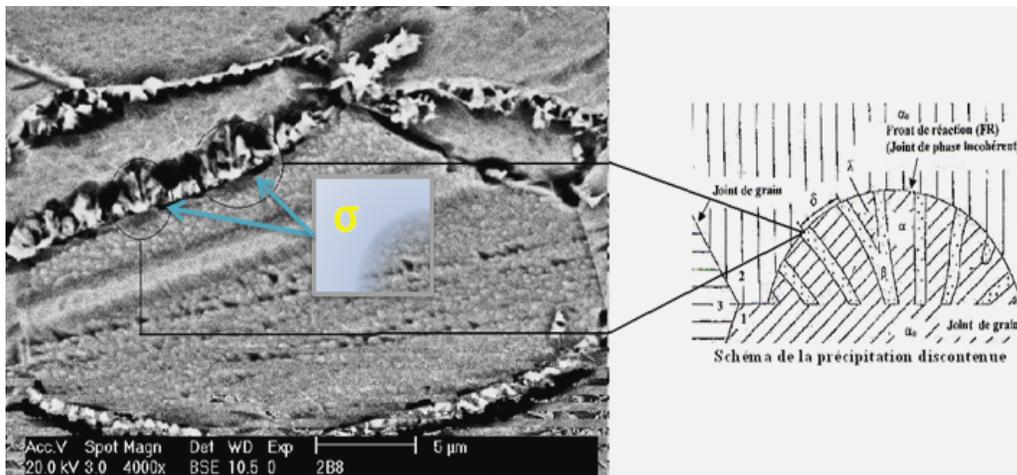
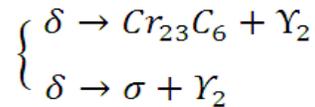


Figure III.06 : Schéma relative montrant le caractère de la précipitation de la phase sigma

### III.1.2.1 Mécanisme de transformation

Après hypertrempe la ferrite résultante est métastable. Elle se décompose au cours du chauffage suivant une transformation cellulaire identique à une décomposition eutectoïde (une phase solide se transforme en procréant deux phases solides). Ce qui est en concordance avec les études établies par *K Min Lee & al* [66] et *D.Y. Kobayashi & al* [16].

Cette transformation peut être décrite par les deux réactions suivantes :



Deux modèles ont été proposés par *Tu - Turnbull* et *Fournelle et Clark*. Ils mettent l'accent sur le mouvement de joint de grain dans le mécanisme de germination basés sur les deux raisonnements suivants :

- Le modèle de *Tu - Turnbull* qui pense, que la formation du précipité induit le mouvement du joint de grain.
- Le modèle de *Fournelle et Clark* qui prévoient que le mouvement du joint de grains sous l'influence des forces internes provoque la précipitation ; c'est-à-dire la précipitation ne se fait que sur le joint de grain en mouvement.

Suites aux investigations microstructurales précédentes on peut récapituler les différents stades de la décomposition de la ferrite  $\delta$  dans le schéma de la Figure III.07 [38]. Après le stade initial de germination des carbures  $Cr_{23}C_6$  Figure III.07.b, la courbure de l'interface  $\gamma/\delta$  commence à se déplacer à l'intérieur de grain de ferrite donnant ainsi lieu à la formation de l'austénite secondaire et à la précipitation ultérieure de la phase  $\sigma$  et les carbures précipités croissent avec l'austénite secondaire provoquant ainsi la migration de l'interface  $\gamma/\delta$  de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique (Figure III.07.c). Enfin la Figure III.07.d, schématise la croissance des grains de la phase  $\sigma$  jusqu'à leurs empiètement.

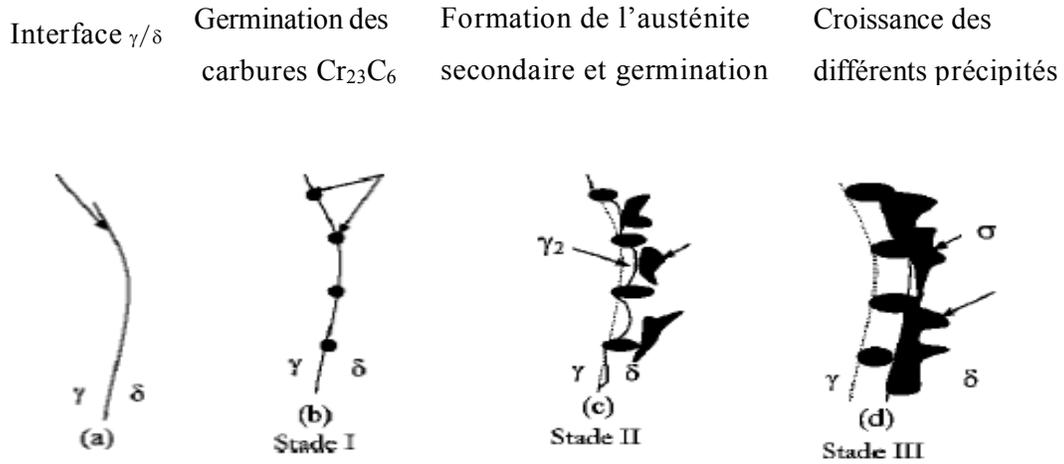


Figure III.07: Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite

### III.1.4 Caractérisation par micro-analyse EDX

La Figure III.8 montre un exemple d'analyse ponctuel de la ferrite, de l'austénite et de la phase sigma. Les résultats de la micro-analyse sont regroupés dans les Tableaux III.01 et III.02. La micro-analyse montre que la phase sigma comme la ferrite riche en chrome et en molybdène, tandis que l'austénite est riche en nickel.

Une lecture dans l'histogramme Figure III.08 indique qu'après 7 heures de maintien c'est à dire vers la fin de transformation, on constate une progression dans les pourcentages pondéraux des éléments stabilisant la phase sigma tel que le chrome, le molybdène à mesure que la température de maintien augmente.

Tableau III.01 : Evolution de la composition chimique des trois phases : sigma, ferrite, austénite après 07 heures de maintien.

	700°C			750°C			800°C		
	% $\sigma$	% $\delta$	% $\gamma$	% $\sigma$	% $\delta$	% $\gamma$	% $\sigma$	% $\delta$	% $\gamma$
Mo	4,01	4,35	2,04	4,69	2,55	1,25	4,87	2,32	1,52
Cr	28,22	25,73	18,86	29,74	21,14	17,61	31,83	20,4	18,15
Fe	49,61	61,93	63,39	53,94	64,18	62,75	54,35	65,63	62,53
Ni	2,3	2,53	7,82	3,37	2,24	6,72	3,52	1,98	6,61

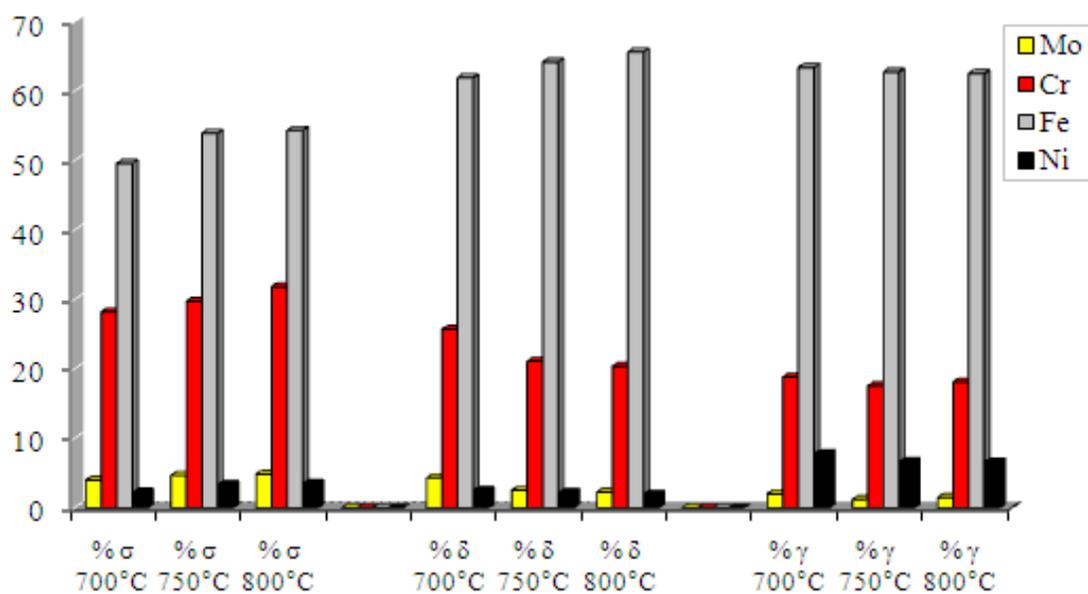


Figure III.08: Evolution de concentration des phases après 07 heures de maintien à partir d'hypertrempe à 1150°C puis revenues à 700°C, 750°C, 800°C

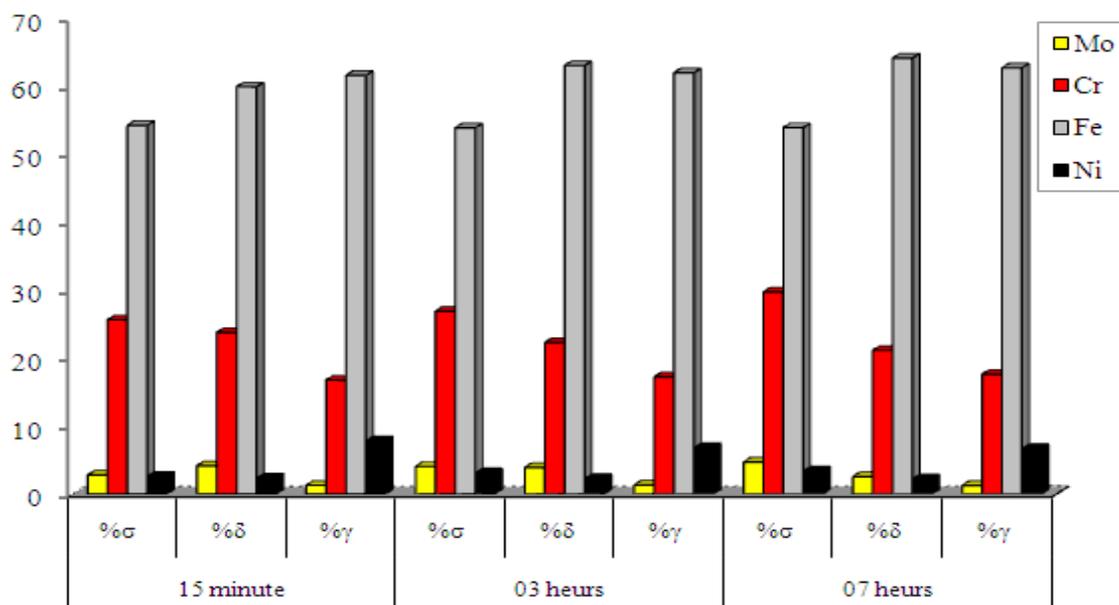


Figure III.09: Evolution de concentration des phases en fonction du temps de maintien à partir d'hypertrempe à 1150°C puis revenue à 750°C

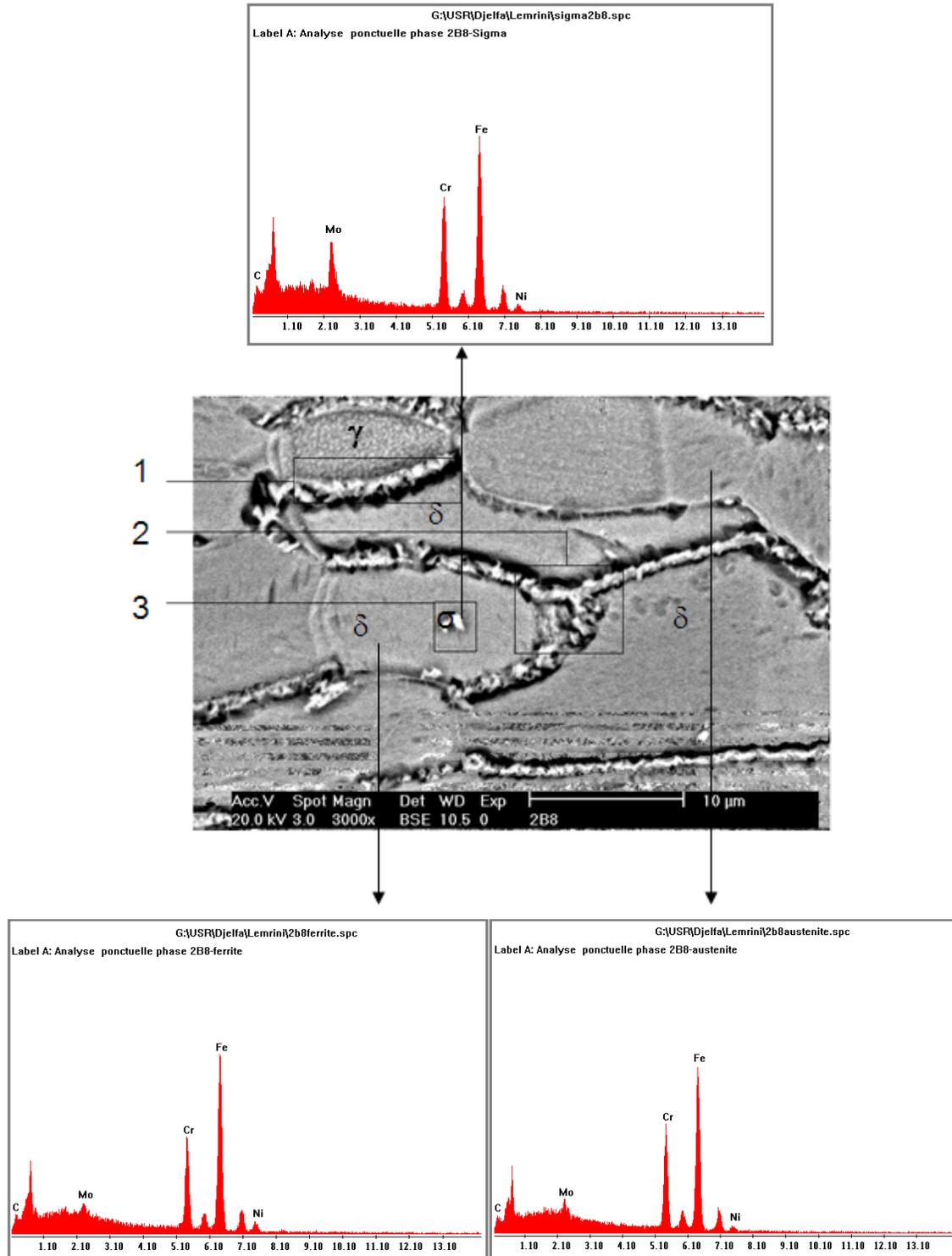


Figure III.10 : Exemple EDX à 1250-800°C après 03 heures de maintien.

L'augmentation de la température de maintien accélère la cinétique de précipitation permettant une diffusion rapide des éléments constituant la phase sigma.

Ces éléments causent une augmentation du taux de précipitation.

Ce facteur est donc favorable à la précipitation.

Tableau III.02 : Evolution de la composition chimique des trois phases : sigma, ferrite, austénite près 07 heures de maintien.

	15 minutes			03 heures			07 heures		
	% $\sigma$	% $\delta$	% $\gamma$	% $\sigma$	% $\delta$	% $\gamma$	% $\sigma$	% $\delta$	% $\gamma$
Mo	2,77	4,14	1,27	4,04	3,90	1,32	4,69	2,55	1,25
Cr	25,63	23,78	16,77	26,91	22,29	17,23	29,74	21,14	17,61
Fe	54,28	59,96	61,65	53,92	63,10	62,02	53,94	64,18	62,75
Ni	2,6	2,36	7,82	3,13	2,27	6,83	3,37	2,24	6,72

Réciproquement, l'évolution du contenu de nickel diminue la quantité maximum de sigma qui peut être formée, mais augmente son taux de formation [23]. La diminution du pourcentage pondérales de chrome, de molybdène et nickel confirme que la phase ferritique est la source d'alimentation en éléments contribuant à la formation des précipités intermétalliques au interstitiels.

L'évolution des quantités pondérales des éléments suite au prolongement du temps de vieillissement Figure III.09 est semblable à ce qui est cité précédemment, si le processus suit l'évolution de la température de maintien.

On constate que la ferrite diminue continuellement dans les concentrations des éléments formateurs de la phase sigma comme le fer, le chrome et les éléments stabilisateurs tel que le molybdène, et celle qui contribue à l'augmentation de son taux de nucléation comme le nickel.

Avec le prolongement du temps de maintien le taux de la phase sigma croît dans la ferrite et devienne plus grosse et dense ce qui explique le contenu croissant en éléments dans cette phase avec l'augmentation du temps de vieillissement. L'augmentation de la température de maintien ou le prolongement de la durée d'exposition pendant le vieillissement n'ont aucune influences remarquables sur la variation des éléments dans l'austénite, donc l'austénite ne se changera pas de composition durant le processus de décomposition.

Enfin, d'après les observations micrographiques et les informations liées aux analyses (E.D.X), on peut affirmer que les éléments instigateurs pour la formation de sigma peuvent principalement être attribués au chrome et au molybdène avec un effet négligeable du nickel. Cette précipitation est discontinue et se produit dans des sites préférentiels qui sont les joints de grains et les interfaces  $\gamma/\delta$  et  $\delta/\delta$ . Le mécanisme est similaire à celui de la décomposition eutectoïde de la ferrite en phase sigma en carbure de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , et en austénite secondaire ( $\gamma_2$ ).

La température de maintien agit sur la morphologie de la phase sigma. Elle est sous forme très fine à 700°C, se cristallise sous forme dentelle à 750°C et à 800°C apparaît sous forme de bloc.

### III.2 Effet des traitements thermiques sur la dureté

Le durcissement d'un acier inoxydable peut être provoqué par la diminution de la taille de grain, par solution solide ou par précipitation. La taille des grains d'un acier austéno-ferritique est plus petite que celle des grains d'aciers austénitiques ou ferritiques.

La loi de Hall-Petch prévoit alors une dureté plus grande pour l'acier duplex que pour les deux autres.

$$\sigma_p = \sigma_0 + k \cdot d^{-\frac{1}{2}} + M \cdot \alpha \cdot G \cdot b \cdot (\rho)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III.03})$$

D'où

$\sigma_p$ : contrainte d'écoulement plastique.

$d$ : taille de grain.

$M$ : facteur de Taylor moyen, représente la texture cristallographique.

$G$ : module de cisaillement.

$b$ : longueur du vecteur de Burgers

$\alpha$ : paramètre de l'ordre de 1/3.

$$\sigma_0 = \sigma_{PN} + \sigma_S + \sigma_P \quad (\text{III.04})$$

$\sigma_0$  comprend, la contribution des différents éléments à l'accroissement de contrainte:

avec  $\sigma_{PN}$ : effet de la friction de réseau (force Peirls-Nabarro).

$\sigma_S$ : contribution des solutés.

$\sigma_P$ : contribution des précipités.

Dans cet acier, il existe en plus des joints de phase qui jouent un rôle durcissant considérable. Les grains grossissent avec l'augmentation de la température d'hypertrempe et la transformation au cours de revenu qui produit des précipités intermétallique sigma riche en éléments ; chrome, molybdène et des précipités interstitiels, le carbure riche en chrome de type  $Cr_{23}C_6$ . Toute ces modification influence d'une manière importante Le durcissement de notre matériaux au cours du temps.

Les courbes représentant l'évolution de la dureté HV en fonction du temps Figure III.11 montrent clairement le durcissement structural de tous les échantillons au cours des vieillissements.

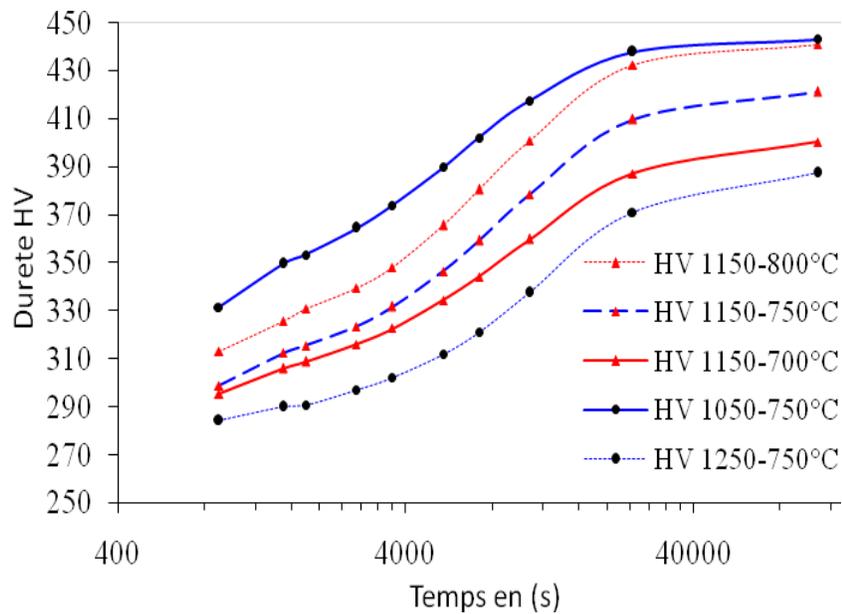


Figure III.11 : Evolution de la dureté HV10 en fonction des températures d'hypertrempe Et revenu.

On constate que les valeurs de dureté croient avec l'augmentation de la température de revenu c'est à dire des valeurs faibles à 700°C, ensuite intermédiaires à 750°C et supérieur pour un maintien à 800°C. Cela est dû certainement à la présence des précipités au cours du vieillissement qui ont une meilleure contribution au durcissement structural à savoir la taille des particules, leurs densités et leur degré de dispersion dans la matrice.

D'autre part, nous avons remarqué que la dureté est fortement influencée par l'augmentation de la température d'hypertrempe. Pour tous les échantillons, la dureté décroît lorsque la température d'hypertrempe augmente. Les valeurs les plus élevées sont constatées après traitement à 1050°C suivies par ceux qui sont traités à 1150°C et à la fin des valeurs faibles après traitement à 1250°C.

On peut attribuer cela à l'influence d'hypertrempe sur la microstructure. En effet, une température supérieure d'hypertrempe conduit à une structure à gros grains tandis que des températures inférieures conduisent à une structure à grains fins. Toutefois, pour un acier inoxydable une structure à gros grains est moins dure qu'à grains fins.

### III.3 Cinétique de précipitation de la phase sigma

Les résultats de dureté précédemment obtenus ont permis de déduire les fractions transformées correspondant à chaque valeur mesurée de dureté. Rappelons, que le changement de phase est accompagné d'un changement d'une propriété physique mesurable. On peut supposer que ces variations des valeurs de dureté sont principalement liées à la présence des mécanismes distincts de précipitation de la phase sigma. Il est maintenant intéressant de chercher à identifier plus précisément ces mécanismes afin d'accéder à une meilleure compréhension des microstructures formées au cours des traitements thermiques.

On constate que l'équation de J.M.A classique ne donne pas une meilleure approximation pour notre système car le tracer des courbes  $\ln(\ln(1/(1-y)))$  en fonction de  $\ln(t)$  n'est pas linéaire. Donc, nous avons pour cela cherché à formaliser les cinétiques expérimentales obtenues en utilisant l'expression du modèle modifié de l'équation Johnson-Mehl-Avrami.

Pour cela on réalise des séquences de vieillissements à trois températures de maintien différentes (700°C, 750°C et 800°C), ceci pour chaque température d'hypertrempe (1050°C, 1150°C et 1250°C).

L'objectif consiste à suivre l'évolution du taux de la phase sigma qui précipite en fonction du temps de maintien pour tous les échantillons après les traitements d'hypertrempe et d'exploiter les cinétiques globales obtenues afin de pouvoir relier leurs paramètres descriptifs ( $n$ ,  $k$ ,  $c$ ) de l'équation JMA aux mécanismes de transformation impliqués.

La Figure III.12 donne l'évolution des fractions transformées ( $y_1$ ,  $y_2$ ,  $y_3$ ) respectivement pour toutes les températures d'hypertrempe (800, 750, 700°C) en fonction du temps. On remarque que

l'allure de ces courbes est de forme sigmoïdal. On remarque également que pour un temps déterminé le taux de phase sigma le plus élevé à 800°C décroît ensuite par le maintien à 750°C et enfin à 700°C. De même, ce taux de phase transformé évolue d'une manière plus significative. En effet, la décomposition de la ferrite se fait plus rapidement après hypertrempe à 1050°C. Elle décroît après traitement à 1150°C, puis à 1250°C.

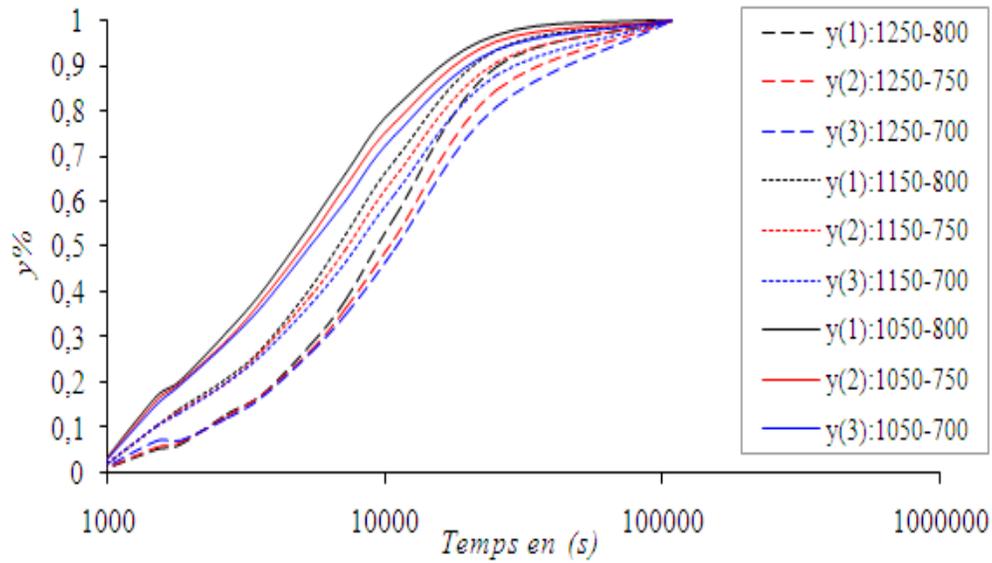


Figure III.12 : Evolution des fractions transformée en fonction du temps de maintien Pour tous les vieillissements.

### III.3.1 Détermination des paramètres de transformation.

Avant de déterminer les valeurs des paramètres cinétiques (k) et (n) nous avons ajusté le paramètre (C) à partir d'une similitude dans la superposition entre le tracer des courbes expérimentales et les courbes théorique du model modifie de J.M.A de la formule générale suivante:

$$y = 1 - \left[ \frac{1}{1 + c(kt)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad (\text{III.05})$$

Les valeurs trouvés du paramètre C sont regroupées dans le tableau est seront interprétés.

En traçant les courbes de l'équation  $\ln [((1-y)^c - 1)/C] = F [\ln(t)]$ , on constate qu'elle est linéaire de type  $Z = a \cdot x + b$  tel que la pente « a » représente l'indice d'Avrami (n) avec les équations d'évolutions données dans la relation (III.05) pour l'exemple suivant (Figure III.13) :

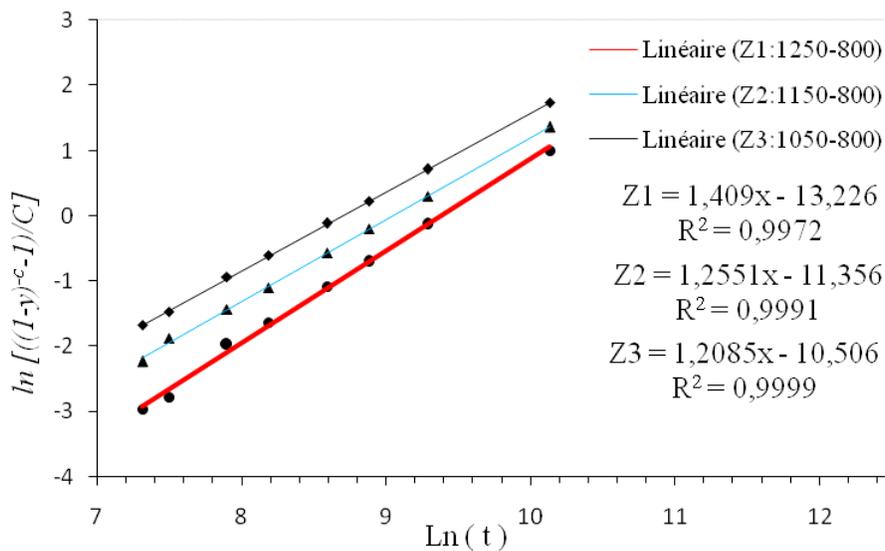


Figure III.13 : courbe représentant l'évolution de l'équation  $\ln [((1-y)^c - 1)/C] = F [\ln(t)]$ , pour des échantillons hypertrempés à partir de 1250°C 1150°C et 1050°C puis revenue à 800°C.

$$\ln \left[ \frac{(1-y)^{-c} - 1}{c} \right] = \begin{cases} 1,4090x - 13,226 \dots \dots \dots 1250^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 1,2551x - 11,356 \dots \dots \dots 1150^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 1,2085x - 10,506 \dots \dots \dots 1050^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \end{cases} \quad (\text{III.06})$$

D'où on peut déterminer le paramètre n de l'équation (III.06) que nous présentons ci-dessus:

$$n = \begin{cases} 1,4090 \dots \dots \dots 1250^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 1,2551 \dots \dots \dots 1150^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 1,2085 \dots \dots \dots 1050^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \end{cases}$$

En revenant à l'équation donnant l'évolution de  $y_0$  en fonction de paramètre c pour la détermination de la constante de vitesse k sachons que  $k = (1/t_0)$  tel que  $t_0$  représente le temps correspondant à chaque valeur de  $y_0$ , on obtient les valeurs présentées ci-dessus:

$$k = \begin{cases} 0,0000840 \dots \dots \dots 1250^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 0,0001177 \dots \dots \dots 1150^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 0,0001680 \dots \dots \dots 1050^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \end{cases}$$

On aura finalement la fraction transformée qui évolue avec le temps de maintien pour les échantillons hypertrempés respectivement à partir 1250°C ,1150°C et 1050°C :

$$y = \begin{cases} 1 - [1/(1 + 0,15(0,0000840.t)^{1,41})]^{6,66} \dots \dots \dots 1250^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 1 - [1/(1 + 0,25(0,0001177.t)^{1,26})]^{4} \dots \dots \dots 1150^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \\ 1 - [1/(1 + 0,27(0,0001680.t)^{1,21})]^{3,7} \dots \dots \dots 1050^{\circ}\text{C}/800^{\circ}\text{C} \end{cases} \quad (\text{III.07})$$

En suivant les mêmes étapes que précédemment on détermine les différentes valeurs des paramètres k, n, c pour les deux autres températures de maintien que nous avons regroupé dans le Tableau III.03.

Donc, la fraction transformée pour la température de maintien à 750°C est donnée par :

$$y = \begin{cases} 1 - [1/(1 + 0,17(0,000075.t)^{1,30})]^{5,88} & \dots\dots\dots 1250^{\circ}\text{C}/750^{\circ}\text{C} \\ 1 - [1/(1 + 0,28(0,000109.t)^{1,20})]^{3,57} & \dots\dots\dots 1150^{\circ}\text{C}/750^{\circ}\text{C} \\ 1 - [1/(1 + 0,30(0,000157.t)^{1,18})]^{3,33} & \dots\dots\dots 1050^{\circ}\text{C}/750^{\circ}\text{C} \end{cases} \quad \text{(III.08)}$$

Elle est pour un maintien à 700°C comme suite:

$$y = \begin{cases} 1 - [1/(1 + 0,18(0,0000840.t)^{1,21})]^{5,55} & \dots\dots\dots 1250^{\circ}\text{C}/700^{\circ}\text{C} \\ 1 - [1/(1 + 0,30(0,0001177.t)^{1,16})]^{3,33} & \dots\dots\dots 1150^{\circ}\text{C}/700^{\circ}\text{C} \\ 1 - [1/(1 + 0,33(0,0001680.t)^{1,15})]^{3,03} & \dots\dots\dots 1050^{\circ}\text{C}/700^{\circ}\text{C} \end{cases} \quad \text{(III.09)}$$

Tableau III.03 : Evolution des paramètres *k*, *n*, *c* en fonction des températures d'hypertrempe et des températures de maintien.

	1050°C			1150°C			1250°C		
	800°C	750°C	700°C	800°C	750°C	700°C	800°C	750°C	700°C
<i>y</i> <sub>0</sub>	58,74	58,29	57,86	59,35	58,59	58,29	60,61	60,29	60,13
<i>C</i>	0,27	0,30	0,33	0,25	0,28	0,3	0,15	0,17	0,18
<i>n</i>	1,21	1,18	1,15	1,26	1,20	1,16	1,41	1,30	1,21
<i>Kx10</i> <sup>-6</sup> ( <i>S</i> <sup>-1</sup> )	168	157	149	117,7	109	101	84	75	70

D'après le tableau ci-dessus on remarque que la valeur *y*<sub>0</sub> diminue lorsque le paramètre *C* augmente pour toutes les températures d'hypertrempe. En plus, ce paramètre diminue d'une manière significatif lorsque la température d'hypertrempe augmente et décroît sensiblement avec la montée de la température de maintien.

Après toutes les opérations de vieillissement effectuées on constate des valeurs élevées de paramètre *n* après traitement d'hypertrempe à 1250°C, On remarque aussi qu'un maintien à 800°C donnera des valeurs élevé de ce paramètre, ces valeurs du paramètre *n* décroît avec l'abaissement de la température de maintien pour tous les traitements d'hypertrempe.

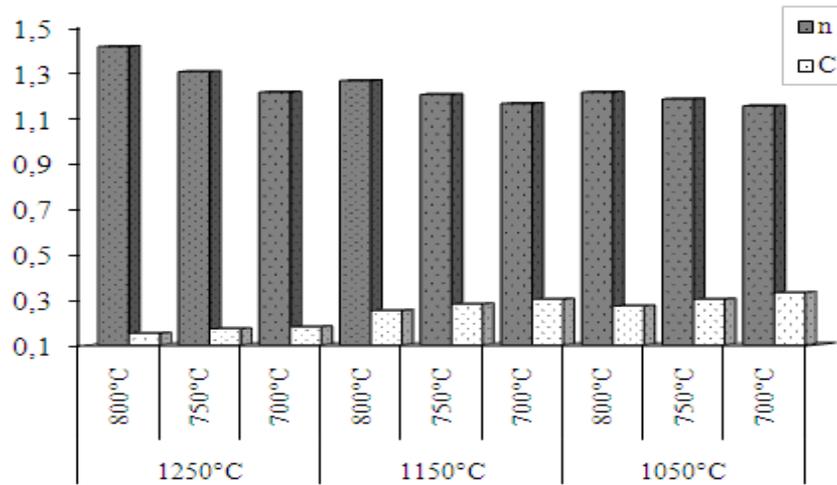


Figure III.14 : Evolution des paramètres ( $n$ ) et ( $c$ ) en fonction des températures d'hypertrempes et revenu.

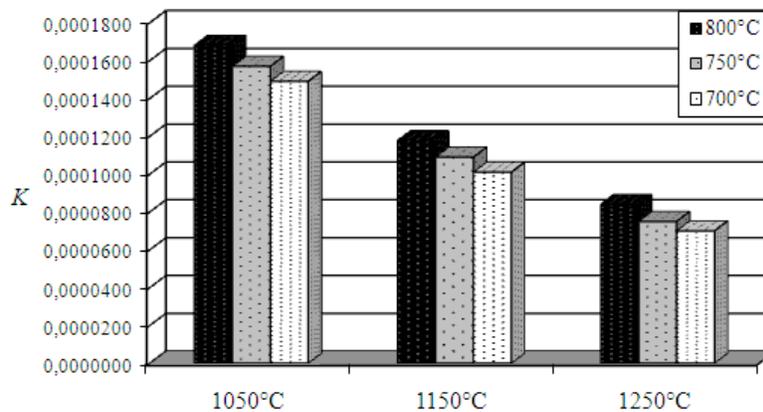


Figure III.15 : Evolution de la constante de vitesse ( $k$ ) en fonction des températures d'hypertrempe et revenu.

Les valeurs du coefficient  $n$  obtenus sont généralement situées autour de 1, ce qui correspond effectivement à l'existence de deux mécanismes de croissance :

1. Croissance gouvernée par réaction d'interface.
2. Croissance gouvernée par la diffusion.

La réaction débute par une germination aux joints de grain après saturation avec croissance gouvernée par une réaction d'interface.

En plus des morphologies sous une forme d'épaississement le long du bâtonnet ou plaquettes sont observées ce qui implique une croissance gouvernée par diffusion. Généralement au début de transformation la croissance des précipités est contrôlée par une réaction d'interface car la taille des précipités est encore petite et la matrice est riche en atome du soluté. Ce mécanisme change une fois que le temps grimpe.

La matrice sera appauvrie en atome de soluté de sorte que ces derniers arrivent en nombre insuffisant à l'interface, en conséquence, à ce stade de transformation le mécanisme de croissance des précipités sera dominé par la diffusion [36].

La Figure III.14 montre des valeurs faibles du paramètre  $C$  après une hypertrempe à 1250°C, ils sont respectivement dans l'ordre de (0,15/0,17/0,18) après des maintiens à (800°C/750°C/700°C). Ce paramètre augmente lorsque la température d'hypertrempe diminue et atteint des valeurs de l'ordre de 0,33 après une hypertrempe à 1050°C et maintien à 700°C. On constate que l'augmentation de la température de maintien pour tous les échantillons cause une diminution de ce paramètre.

L'histogramme de la Figure III.14 montre une corrélation claire entre le paramètre  $C$  qui représente l'empiètement entre les grains et l'indice d'Avrami  $n$  qui représente le mécanisme de transformation. Ce paramètre a un comportement inverse comparativement à l'indice ( $n$ ) dans tous les vieillissements effectués. En effet l'augmentation du paramètre ( $C$ ) conduit à une diminution de l'indice ( $n$ ).

De ce fait l'intensité de l'empiètement paralyse l'avancement de la réaction de décomposition.

L'histogramme dans la Figure III.15 illustre l'évolution de la constante de vitesse  $k$  en fonction des températures d'hypertrempe et des températures de maintien. On constate que la constante  $k$  décroît avec la diminution de la température de maintien pour tous les vieillissements, cela indique que la cinétique de précipitation est plus élevée après maintien à 800°C ensuite les échantillons traités à 750°C et enfin ceux qui sont maintenus à 700°C. Cette cinétique est rapide après hypertrempe à 1050°C, elle sera moins après traitement à 1150°C, finalement elle devient très lente après hypertrempe à 1250°C.

### III.3.2 Evolution de la vitesse de précipitation

La figure ci-dessous représente la courbe de l'évolution de la vitesse de précipitation  $dy/dt$  en fonction du temps pour trois températures de maintien après hypertrempe à 1150°C.

$$\frac{dy}{dt} = n(kt)^n t^{-1} [\exp(-kt)^n]^{c+1} \quad (\text{III.10})$$

On peut distinguer trois domaines d'évolution comme suit:

#### ■ $t \leq 20 \text{ min}$

Dans ce stade la cinétique croit rapidement avec le temps pour tous maintiens de température. Cette partie peut correspondre aux premiers instants de germination de la phase sigma dont l'intensité élevée de précipitation et la taille très fine des particules répartie tout le long du joint de grains.

La durée de ce stade augmente quand la température d'hypertrempe augmente (voir la Figure III.16), les valeurs maximale de la cinétique sont constatés après 800°C de maintien ensuite viennent les échantillons maintenue à 750°C et d'un degré moins après 700°C.

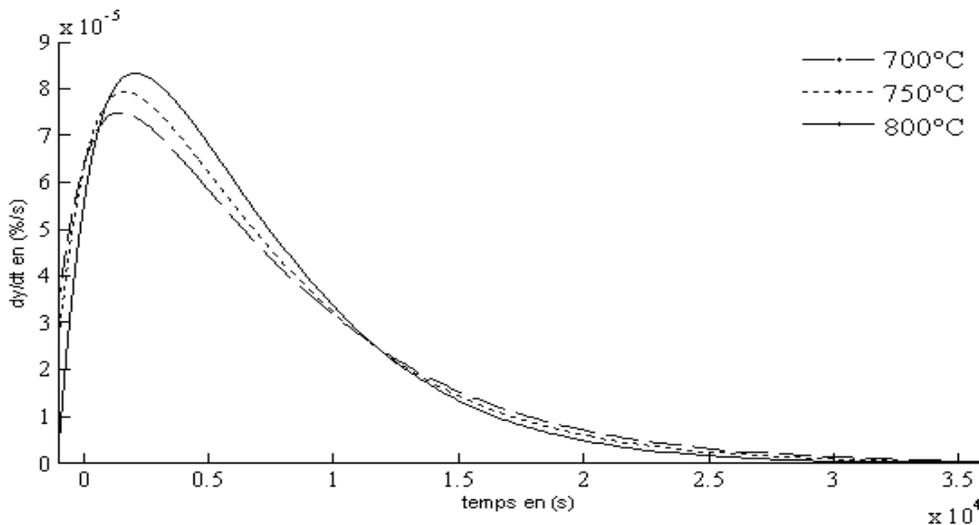


Figure III.16 : Evolution de la vitesse de précipitation ( $dy/dt$ ) en fonction de temps de maintien  $t$  dans des échantillons hypertrempés à partir de 1150°C.

**■  $20 \text{ min} < t \leq 10 \text{ h}$** 

Cette partie représente le stade le plus large dans la cinétique, la vitesse décroît lorsque le temps de maintien augmente, ce qui correspond au deuxième stade de la transformation où on assiste à une concurrence entre la croissance des anciens germes qui sont déjà précipité et la précipitation de nouveaux germe.

On peut noter que la décélération de la cinétique s'inverse au-delà de 3heurs et 20 minutes on remarquera que la vitesse décroît lentement avec la diminution de la température de maintien, ce stade sera prolongé jusqu'à la fin de transformation.

Ce point d'inversement de la cinétique se trouve à environ 2h et 14min après hypertrempe à 1050°C. Il est à 3heurs 20 minutes après 1150°C et se située environs 4heurs et 27minute à partir 1250°C d'hypertrempe.

Chaque incrémentation de 100°C de la température d'hypertrempe correspond à un décalage d'environ d'une heure de ce point d'inversement.

**■  $t > 10 \text{ h}$** 

Dans cette partie la vitesse de précipitation est nulle. Ce domaine peut correspondre au dernier stade de transformation à savoir la coalescence où les gros grains croissent au détriment des plus petits qui sont éliminés.

### III.3.3 Cinétique maximale de précipitation

La Figure III.17 montre l'évolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps de maintien à 800°C pour les trois températures d'hypertrempe. On remarque en première lieu que la vitesse maximal diminue lorsque la température d'hypertrempe augmente, on constate aussi que durant les 95 premières minutes les échantillons hypertrempés à partir de 1050°C présente la cinétique de précipitation la plus élevé, viennent ensuite ceux à partir de 1150°C et en fin ceux à partir de 1250°C.

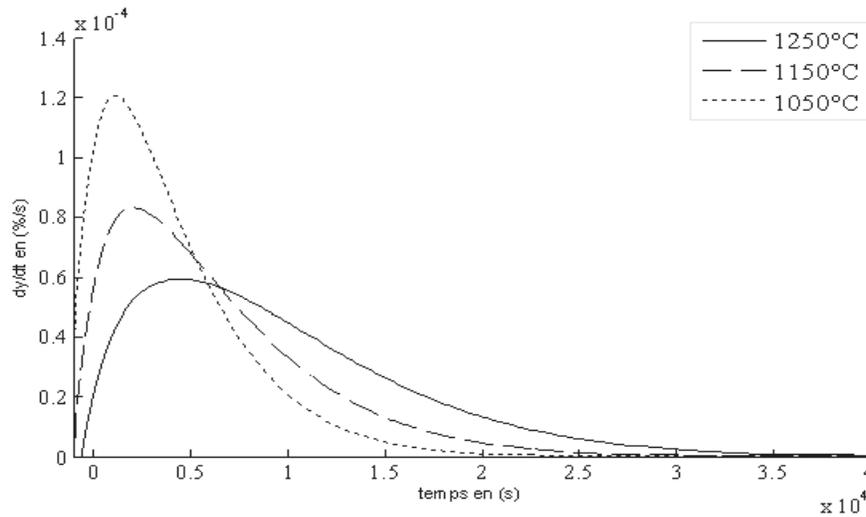


Figure III.17: Evolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps ( $t$ ) pour les trois hypertrempes à partir d'un maintien à 800°C.

On revient à l'équation III.05 en peut déterminer le temps et la fraction correspondants à la cinétique maximale de transformation. Pour cela on calcule la dérivée seconde de l'équation, on aura:

$$\frac{d^2y}{dt^2} = [1 + c(kt)^n]^{-\frac{1}{c}} \cdot n(kt)^n \cdot \frac{n-1 - n(kt)^n - c(kt)^n}{t^2(1 + c(kt)^n)^2} \quad (\text{III.11})$$

En annulant cette dérivée, on obtient le temps correspondant à la cinétique maximale de précipitation :

$$t_m = \frac{1}{k} \left( \frac{n-1}{n+c} \right)^{1/n} \quad (\text{III.12})$$

En remplaçant, on trouve la fraction transformée qui correspond à la cinétique maximale :

$$y_m = 1 - \left[ \frac{c+n}{n(c+1)} \right]^{1/c} \quad (\text{III.13})$$

Pour toutes les températures, on regroupe dans le Tableau III.04 les valeurs  $t_m$  et  $y_m$ .

Tableau III.04 : valeurs de  $t_m$  et  $y_m$  pour toutes les températures de vieillissement.

	800°C			750°C			700°C		
	1250°C	1150°C	1050°C	1250°C	1150°C	1050°C	1250°C	1150°C	1050°C
$t_m$	76,90	35,10	19,80	65,40	28,80	17,80	49,90	24,50	15,30
$y_m$	0,23	0,16	0,13	0,18	0,12	0,11	0,14	0,10	0,10

On remarque donc que plus les températures d'hypertrempe et de revenu augmentent, plus le temps et les fractions correspondantes à la cinétique maximale de précipitation augmentent.

La Figure III.18 montre l'évolution de la fraction transformée en fonction de la température d'hypertrempe, ce qui traduit l'évolution du taux de la phase sigma qui précipite en fonction de la température d'hypertrempe.

On remarque si la température d'hypertrempe augmente le taux de la phase sigma qui précipite diminue d'une façon remarquable après deux heures, et d'une manière moins significative au début et à la fin du processus de transformation (c'est à dire vers les 420 minutes).

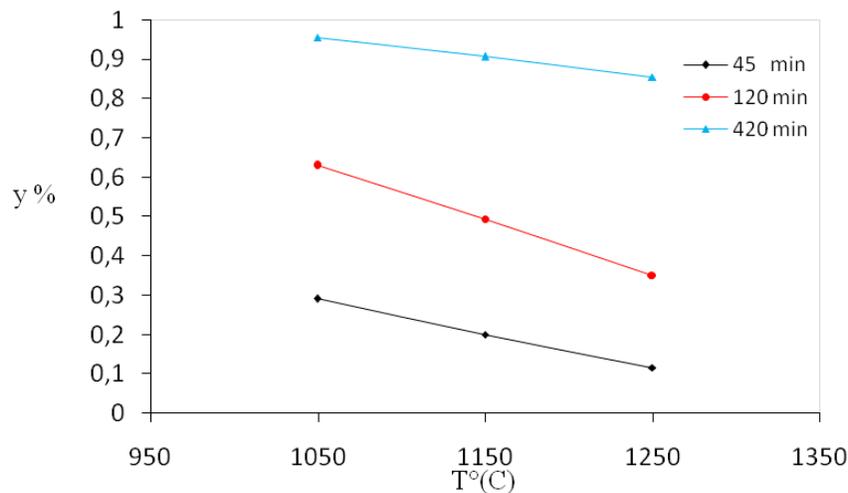


Figure III.18 : Evolution de la fraction transformée en fonction de la température d'hypertrempe Après revenu à 750°C pour différents temps de maintien

### III.4 lois de comportement mécanique et paramètres associés

L'analyse des courbes contrainte-déformation rationnelle issue d'un essai de traction délivre plusieurs informations pour la caractérisation du comportement plastique des matériaux.

On définit la contrainte vraie et la déformation en tout point situé avant le maximum de la courbe, c'est-à-dire avant l'apparition de la striction. Les courbes expérimentales sont modifiées par transformation logarithmique pour l'identification des coefficients.

Dans le cas de la formulation de Ludwick il vient :

$$\text{Ln}(\bar{\sigma}_e - \sigma_{e0}) = \text{Ln}(K) + n\text{Ln}(\bar{\epsilon}_{pl})$$

De cette manière, il suffit de tracer la fonction :  $\ln(\bar{\sigma}_e - \sigma_{e0}) = f(\ln(\bar{\epsilon}_{pl}))$  jusqu'à striction, pour déterminer les coefficients K et n.

La figure montre cette évolution pour l'acier Duplex 2205 :

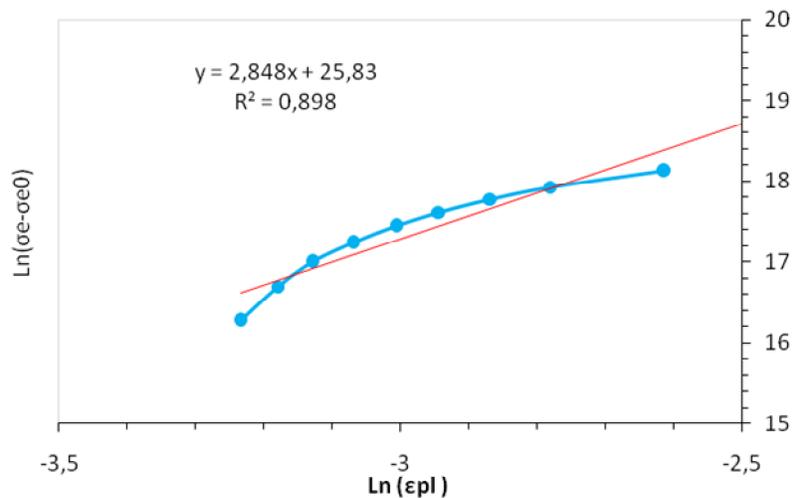


Figure III.19 : Détermination des paramètres par la loi de Ludwick.

De même, la loi de Hollomon s'écrit:

$$\text{Ln}(\bar{\sigma}_e) = \text{Ln}(K) + n\text{Ln}(\bar{\varepsilon}_{pl})$$

La figure obtenue est la suivante:

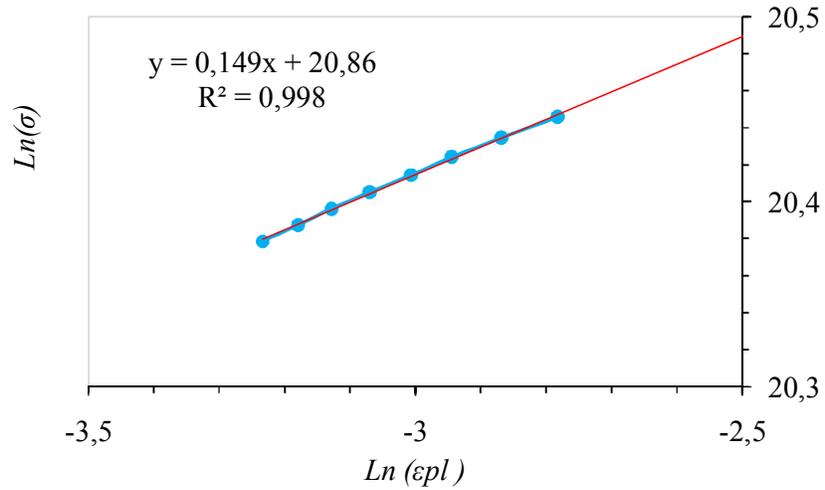


Figure III.20 : Détermination des paramètres par la loi de Hollomon.

La loi de Swift s'écrit :

$$\text{Ln}(\bar{\sigma}_e) = \text{Ln}(C_s) + n\text{Ln}(\varepsilon_0 + \bar{\varepsilon}_{pl})$$

La figure obtenue est la suivante :

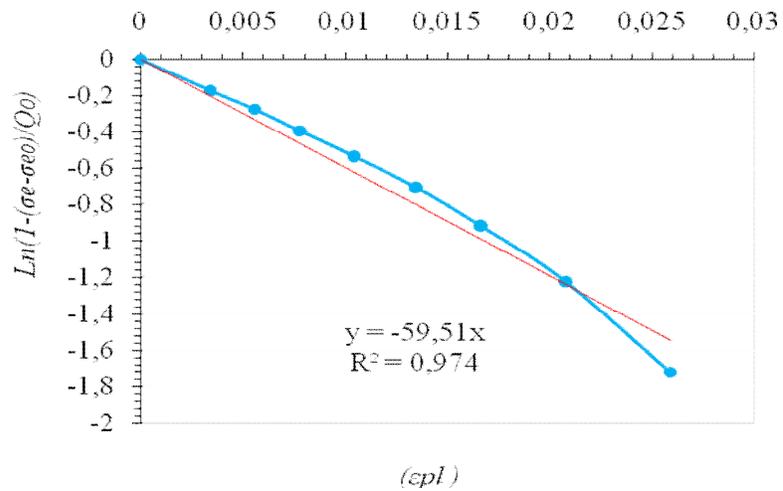


Figure III.21 : Détermination des paramètres par la loi de Swift.

La loi de Voce s'écrit :

$$\text{Ln} \left( 1 - \frac{\bar{\sigma}_\varepsilon - \sigma_{\varepsilon 0}}{Q_0} \right) = -\beta \bar{\varepsilon}_{pl}$$

La figure obtenue est la suivante :

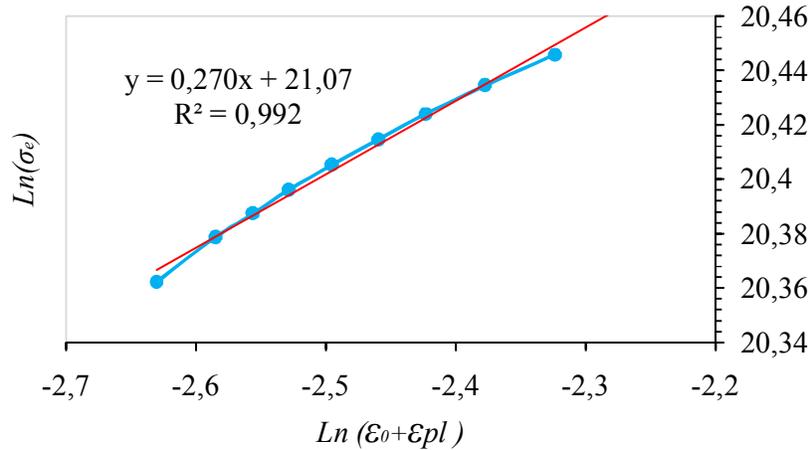


Figure III.22 : Détermination des paramètres par la loi de Voce.

En définitive, nous avons obtenue les paramètres suivants pour caractériser l'acier duplex 2205 (Tableau III.05) :

Tableau III.05 : Paramètres d'érouissage pour 2205 déterminés avec transformation Logarithmique.

Loi de Ludwick		Loi de Hollomon		Loi de Swift		Loi de Voce	
K (MPa)	165130	K (MPa)	1147	C <sub>S</sub> (MPa)	1414	σ <sub>m</sub> (MPa)	757,77
N	2,848	n	0,149	n	0,27	β	59,51

D'après le tableau nous pouvons constater que l'erreur commise sur l'identification des coefficients est plus faible pour les lois de *Hollomon* et *Swift* que pour les deux autres. Nous privilégierons donc l'utilisation de ces deux lois dans la suite.

En suivant les mêmes étapes que précédemment on détermine les coefficients caractéristiques (K, C<sub>S</sub>, n) du comportement mécanique, en appliquant les deux lois *Hollomon* et *Swift* pour des échantillons hypertrempé à 1150°C puis vieillie à 700°C et 750°C pour différents temps de maintiens que nous avons regroupé dans le tableau III.06.

La loi de Swift donne des valeurs élevées des paramètres  $n$  et  $K$ , comparablement aux valeurs obtenues par la loi de *Hollomon*, ceci est le résultat du coefficient de détermination  $R^2$ , donc l'erreur commise sur l'identification des coefficients est sensiblement plus élevée.

D'après les valeurs obtenues on constate que le coefficient d'érouissage  $n$  est toujours au tour de 0,2 et le coefficient de résistance  $K$  est environ 1150 Mpa.

Les échantillons hypertrempés à 1150°C puis maintenue à 700°C présentent des valeurs sensiblement élevés du coefficient d'érouissage après 1 heure de maintien comparativement à ceux qui sont obtenues après maintien à 750°C (Tableau III.07).

Tableau III.06 : Paramètres d'érouissage pour des échantillons Hypertrempes à 1150°C puis maintenue à 700°C

Temps de maintien	Hypertrempe à 1150°C Maintien a 700°C					
	LOI DE HOLLOMON			LOI DE SWIFT		
	$R^2$	$n$	K en (Mpa)	$R^2$	$n$	Cs en (MPa)
01 h	0.997	0.196	1135.12	0.99	0.348	1400.37
03 h	0.996	0.189	1146.52	0.991	0.325	1428.66
07 h	0.997	0.176	1158.05	0.991	0.315	1532.25

Tableau III.07 : Paramètres d'érouissage pour des échantillons Hypertrempes à 1150°C puis maintenue à 750°C

Temps de maintien	Hypertrempe à 1150°C Maintien a 750°C					
	LOI DE HOLLOMON			LOI DE SWIFT		
	$R^2$	$n$	K en (Mpa)	$R^2$	$n$	Cs en (MPa)
01 h	0.997	0.199	1058.37	0.989	0.328	1305.69
03 h	0.997	0.17	1069.01	0.994	0.293	1318.82
07 h	0.998	0.149	1146.52	0.992	0.27	1414.44

On remarque que le coefficient d'érouissage diminue sensiblement avec l'augmentation de la température de revenue et le prolongement du temps de maintien.

Cela traduit la mauvaise déformabilité de la phase sigma formés, en raison de la géométrie de ces précipités avec le prolongement du temps de maintien, d'une part et d'autre part par la diminution de l'effet durcissant de la ferrite environnante sachons que cette dernière sera consommée pour former la phase sigma au cours du temps.

# **Conclusion Générale**



## ***CONCLUSION GENERALE***

- L'augmentation de la température d'hypertrempe provoque une augmentation du taux de ferrite et entraîne la dilution des éléments formateurs de la phase sigma (Cr et Mo) dans la ferrite. Elle provoque une augmentation de la taille moyenne dans les grains de ferrite, ce qui implique une diminution de la surface spécifique des joints de grains.
- L'effet de l'hypertrempe est bénéfique sur l'augmentation du taux de la ferrite ce qui favorise la précipitation de la phase sigma et les carbures de chrome. Alors que cet effet est défavorable sur la surface spécifique des joints des grains (sites préférentielles des précipitations), ce qui conduit à une diminution du taux de la phase sigma et des carbures de chrome qui précipitent.
- L'augmentation de la température de revenu favorise la précipitation des carbures de chrome et la phase sigma. Ces précipités se développent préférentiellement à partir d'un joint d'interphase  $\gamma/\delta$ , plutôt qu'un joint de grain de la matrice sursaturée  $\delta/\delta$  ou  $\gamma/\gamma$ . Les petits germes de phase sigma formés initialement au niveau des interfaces se développent à l'intérieur de la ferrite avec le prolongement du temps de maintien.
- L'application du modèle modifié de Johnson-Mehl-Avrami de la cinétique de transformation isotherme donne une meilleure corrélation entre les résultats expérimentaux et la droite théorique du modèle dans les différents traitements thermiques appliqués
- La diminution dans la température d'hypertrempe conduit à une augmentation dans le paramètre d'empiètement  $C$ . Donc une structure à grains fines est favorable au phénomène d'empiètement et son ampleur paralyse la précipitation de la phase sigma.
- La précipitation de la phase sigma est conditionnée par le taux de ferrite et la surface spécifique des joints des grains.
- Les valeurs du coefficient JMA sont autour de 1. Ce qui correspond à un mécanisme de croissance par diffusion, donc par le rejet des éléments favorisant la phase  $\sigma$ .

- Les valeurs obtenues sur la dureté sont compatibles avec la quantité relative de phase sigma dans l'alliage. Par conséquent, l'augmentation de la dureté est attribuée à la présence croissante de la phase dure (phase sigma) résultante de vieillissement.
- L'application des lois de comportement à la déformation plastique montre que la loi la plus adaptée à ce type de matériau l'acier duplex 2205 dans ces conditions est la loi de type Hollomon.
- Les valeurs obtenues sur le coefficient d'écroutissage sont autour de 0.2 ce qui correspond à une réduction dans la résistance du matériau. Ce comportement lié à la présence de la phase  $\sigma$  traduit la mauvaise déformabilité de l'alliage.

# **Références Bibliographiques**



---

## *Références bibliographiques*

- [01] – R. N. Gunn. Duplex Stainless Steels. 2000.
- [02] – P.Lefèvre, M.Poupard, L.Primot, Y.Vendeville, A.Vieu. Choix et Mise en Oeuvre des Aciers Inoxydables dans les Industries Agro-Alimentaires et Connexes, Principes Généraux (Vol 1), Publications CETIM, 1996.
- [03] – P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger. Les Aciers Inoxydables. Les éditions de Physique .1990.
- [04] – J. C. Lippold, D.J. Kotecki. Welding Metallurgy of Stainless Steel.
- [05] – P.Gympel, N.Arlt. Les Aciers Inoxydables, Editeur Tec et Doc, Paris, 1990.
- [06] – N. Kharrouba. Précipitation de la Phase Sigma et des Carbures de Chrome dans les Soudures d'Acier Inoxydable Duplex 2205. Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, 2005.
- [07] – V.Calonne .Propagation de Fissure par Fatigue dans les Aciers Austéno-ferritiques Moulés: Influence de la Microstructure, du Vieillissement et de la Température d'essai, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 Juillet 2001.
- [08] – P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Critères de Choix et Structure. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. 2002.
- [09] – J. Lemaître, J.L. Chaboche. Mécanique des matériaux solides. DUNOD Paris, ISBN 04-018618-2, 1988.
- [10] – G. Murry. Aciers, Généralités. Traités Des Matériaux. Techniques de l'Ingénieur. M300. 2002.
- [11] – A. Roos, B. Millet. Précis de Métallurgie Appliquée. Technique et Documentation-Lavoisier. 1982.
- [12] – Rim. Dakhlaoui. Analyse du Comportement Mécanique des Constituants d'un Alliage Polycristallin Multiphasé par Diffraction des Rayons x et Neutronique Thèse. ENSAM 2006
- [13] – Vogt J-B,K. Massol ,J. Foct , International Journal of Fatigue, V24 (2002) 627.
- [14] – V.G. Gavriljuk, A.L. Sozinov, J. Foct, Acta Mater. V46 (1998) 1157.
- [15] – J.P. Atmard, M.T.Leger - Manuel des Aciers Moulés, 3ème édition, Éditions Techniques des Industries de la Fonderie ,1996.
- [16] – S. Atamert, J. E. King. Elemental Partitioning and Microstructural Development in Duplex Stainless Steel Weld Metal. Acta Metal Mater, 39 3 (1991) 273-285.

- 
- [17] – D. Y. Kubayashi, S. Wolyneec. Evaluation of the Low Corrosion Resistant Phase Founed During The Sigma Phase Precipitation in Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, Vol.2, No.4. 1999. pp. 239-247.
- [18] – K. H. Lo, J. K. L. Lai, C. H. Shek, D. J. Li. Effect of Pre-Treatment on the ac Magnetic Susceptibility and Ageing Behaviour of Duplex Stainless Steels. *Mater. Sci. Eng. A* 452 453 (2007) 78-86.
- [19] – K. M. Lee, H. S. Cho, D. C. Choi. Effect of Isothermal Treatment of SAF 2205 Duplex Stainless Steel on Migration of  $\delta/\gamma$  Interface Boundary and Growth of Austenite. *J. of Alloys and Compounds*, 285 (1999) 156-161.
- [20] – I. Zucato, M. C. Moreira, I. F. Machado, S. M. G. Lebrao. Microstructural Characterization and the Effect of Phase Transformations on Toughness of the UNS 31803 Duplex Stainless Steel Aged Treated at 850 °C. *Mat. Res*, 5 3 (2002) 385-389.
- [21] – J. Michalska, M. Sozanska. Qualitative and Quantitative Analysis of  $\sigma$  and  $\chi$  Phase in 2205 Duplex Stainless Steel. *Mater. Charact.* 56 (2006) 355-362.
- [22] – W. Curtis. Kovach. High Performance Stainless Steels. Technical marketing Ressources, Inc. Pittsburg. PA. USA.
- [23] – R. A. Rerrent, T. Suter, C. Solenthaler, G. Gullo, P. J. Uggowitzzer, H. Bohni, M. O. Speidel. Corrosion Resistance of Super Duplex Stainless Steels in Chloride Ion Containing Environments: Investigations by Means of a New Microelectrochemical Method. Influence of Precipitates. *Corrosion Science* 43. 2001. pp.727-745.
- [24] – I. F. Machado, A. F. Padilha. Aging Behaviour of 25Cr-17Mn High Nitrogen Duplex Stainless Steel. *ISIJ International*, Vol.40, No.7. 2000. pp. 719-724.
- [25] – A.Desestret, R.Mayoud. Les Aciers Inoxydables Austéno-ferritiques. Nouveaux Développements Fondés sur 50 ans D'expérience, *Revue de Métallurgie - CIT*, Avril 1984.
- [26] – Les Aciers Inoxydable : Propriétés-Mise en Oeuvre-Emploi-Normes Edité par edelstable Tech et Doc-lavoisier,(1990).
- [27] – M.Hillert. The Mechanism of Phase Transformations in Crystalline Solids“,Monograph and Report Series N°33, Institute of Metals, London, P.231, (1969).
- [28] – J.M.Schapiro and J.S.Kirkaldy, *Acta.Met.*16, p.579, (1968).
- [29] – U.Roll, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, (1978).
- [30] – R.C.Weast, “ Handbook of Chemistry and Physics “, Chem.Rubber Co, Boca Raton, Florida, (1985).
- [31] – W.Gust, M.B.Hintz, B.Predel and U.Roll, *Acta.Met.*, vol.28, p.1235-1244, (1980).
- [32] – M.P.Puls and J.S.Kirkaldy, *Met.Trans.* 3, p.2777, (1972).

- [33] – D.J.H.Corderoy and R.W.K.Honeycombe, J.Inst.Met. 64, p.65, 93, (1963).
- [34] – E.Hornbogen, Met.Trans. 3, p.2717, (1972).
- [35] – G.B.Gibbs, Phys.Stat.Sol. 16, K27, (1966).
- [36] – M. Bouabdallah. Microstructure et Propriétés aux Interfaces Métalliques. 2004.
- [37] – G.TEXTIER. Elaborations et Caractérisations Micro et Nanostructurales D'alliages à Base de Titane à Destination Biomédicale. INSA de rennes décembre 2005.
- [38] – R.Badji. Influence des Traitements Thermiques à Haute Température sur L'évolution de la Texture et de la Microstructure des Soudures D'acier Inoxydable Duplex 2205.ENP 2008.
- [39] – N. Ageew and G. Sachs, Z. Phys., 66, p.293, (1930).
- [40] – N.Ageew, M.Hansen and G.Sachs, Z.Phys. 66, p.350, (1930).
- [41] – É.Gildemyn. Caractérisation des Procédés de Fabrication de Pièces de Sécurité Automobile. Optimisation Multiobjectifs de la Mise en Forme, Thèse de Doctorat, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, 19 novembre 2008.

# **Annexes**



*I Quelques propriétés physiques de quelques nuances duplex aux hautes températures.*

Désignation	UNS number	20°C	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C
<b>Module Elastique en tension (GPa)</b>							
2304	S32304	200	190	180	170	160	150
2205	S31803	200	190	180	170	160	150
255	S32550	210	200	198	192	182	170
2507	S32750	200	190	180	170	160	150
<b>Coefficient moyen de dilatation thermique température 20°C à T (cm/cm/°C×10-6)</b>							
2304	S32304	12.6	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0
2205	S31803	12.6	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0
255	S32550	11.7	12.1	12.6	13.0	13.3	13.6
2507	S32750	12.6	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0
<b>Conductivité thermique (W/m°C)</b>							
2304	S32304	16.0	17.0	19.0	20.0	21.0	22.0
2205	S31803	16.0	17.0	19.0	20.0	21.0	22.0
255	S32550	13.5	15.1	17.2	19.1	20.9	22.5
2507	S32750	16.0	17.0	19.0	20.0	21.0	22.0

*II Quelques propriétés physiques à la température ambiante de quelques nuances austénoferritiques.*

Désignation	UNS number	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Chaleur spécifique (J/kg°K)	Résistivité électrique (/m)	Module d'Young (GPa)
2304	S32304	7.75	482	—	200
2205	S31803	7.85	482	0.80	200
255	S32550	7.81	488	0.84	210
2507	S32550	7.79	485	—	200

*III Quelques propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austénoferritique.*

Désignation	Dénomination UNS	Résistance à la traction (minimum)	Limite élastique (minimum)	Elongation (minimum)	Dureté (maximum)	
					Brinell	HRB
2304	S32304	600	400	25.0	290	32
2205	S31803	620	450	25.0	293	31
255	S32550	760	550	15.0	302	32
2507	S32750	795	550	15.0	310	32

*VI Réactifs recommandé pour la révélation de la phase sigma ( $\sigma$ ) dans les aciers duplex.*

Recommended etchants for  $\sigma$  phase in duplex stainless steels

	Reagent	Chemical composition	Comments
Chemical methods	"Glyceregia"	5 ml HNO <sub>3</sub> 10 ml glycerol 15 ml HCl	Time of etching: 1–3 min Temperature: 20 °C Reveal grain delineation, $\sigma$ and carbides
	Grosbeck	4 g KMnO <sub>4</sub> 4 g NaOH 100 ml H <sub>2</sub> O	Time of etching: 1–10 min Temperature: 60–90 °C Selective etchant for $\sigma$ and carbides
	Marble	4 g CuSO <sub>4</sub> 20 ml HCl 20 ml H <sub>2</sub> O	Time of etching: 3–10 s Temperature: 20 °C Reveal grain delineation and $\sigma$ phase
	Murakami (modified)	30 g K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub> 30 g KOH 60 ml H <sub>2</sub> O	Time of etching: 3–5 s Temperature: 20 °C Reveal ferrite and $\sigma$ phase
	Villela	5 ml HCl, 1 g picric acid, 100 ml methanol (95%) or ethanol (95%)	Time of etching: 1 min Temperature: 20 °C Reveal ferrite, $\sigma$ phase and carbides
	Electrolytic methods	20% NaOH	1–10 V dc (stainless steel), 5–120 s reveal ferrite and $\sigma$ phase
10 N KOH		1.5–3 V dc (Pt), 3 s; 2–5 V dc (stainless steel), 5–60 s reveal ferrite and $\sigma$ phase	
Sat. NH <sub>4</sub> OH		1.5 V dc (Pt), 10–60 s, etching of carbides 6 V dc (Pt), after 40 s reveal $\sigma$ phase	
10 g Pb(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> , 100 ml H <sub>2</sub> O		6 V dc (Pt), 0.5 s covering the surface with PbO <sub>2</sub> , austenite pale blue, $\sigma$ phase dark blue	
10% H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>		6 V dc (Pt) reveal: $\sigma$ phase (6 s), carbides (15–30 s), grain delineation (45–60 s) 3–6 V dc (stainless steel), 30–90 s reveal grain delineation and $\sigma$ phase	
Sat. H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>		2.5–3 V dc (Pt), 15 s selective etchant for $\sigma$ phase and carbides 1.5 V dc (Pt) reveal sigma phase	
10 ml HCl, 90 ml ethanol 10 ml HCl, 45 ml lactic acid, 45 methanol		6 V dc (Pt), <5 s attack austenite, $\sigma$ phase and carbides, ferrite in the relief	

## V Phases secondaires.

phase	Symbole	Type	formule	Intervalle de Température (°C)	Réseau cristallin	Paramètres cristallins
<i>Carbure de Chrome</i>	—	M7C3	(Cr,Fe,Mo)7C3	950-1050	Orthorhombique	a=4.52, b=6.69, c=12.11
<i>Carbure de Chrome</i>	—	M23C6	(Cr,Fe,Mo)23C6	600-950	Cubique	a=10.59- 10.68
<i>Carbure de Chrome</i>	—	M6C	(Cr,Fe,Mo)6C	700-950	Cubique	a=10.93- 11.28
<i>Nitride de Chrome</i>	—	M2N	(Cr,Fe)2N	650-950		a=2.77, c=4.46
<i>Nitride de Chrome</i>	—	MN	CrN	—	Cubique	—
<i>Nitride de Chrome</i>	—	M5N	Fe7Mo13N4	550-600	—	a=6.47
<i>Sigma</i>	$\sigma$	AB	(Fe,Cr,Mo,Ni)	550-1050		a=8.79, c=4.54,
<i>Chi</i>	$\chi$	A48B10	Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub> (FeNi) <sub>36</sub> Cr <sub>18</sub> (TiMo) <sub>4</sub>	600-900	Cubique	a=8.86- 8.92
<i>Alpha prime</i>	$\acute{\alpha}$	—	CrFe	350-550	Cubique	a=2.877
<i>Laves</i>	$\eta$	A2B	(FeCr) <sub>2</sub> (Mo,Nb,Ti,S)	550-900		a=4.73- 4.82,c=7.26- 7.85
<i>R</i>	R	—	(Fe,Mo,Cr,Ni)	550-650		a=10.903, c=19.347
<i>Tau</i>	$\tau$	—	—	550-650		a=4.05, b=4.84, c=2.86
<i>G</i>	<b>G</b>	—	≥14% Si	300-400	—	—
<i>Austénite Secondaire</i>	$\Upsilon$	— — —	Type1 Type2 Type3	<650 650-850 700-900	— — —	— — —
<i>Pi</i>	$\pi$	—	Fe7Mo13N4	550-600	Cubique	a=6.47
<i>Epsilon</i>	$\epsilon$	—	—	—	—	—