

**République Algérienne Démocratique Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Ecole Nationale Polytechnique**



**Département de Métallurgie**

## **PROJET DE FIN D'ETUDE**

Présenté pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état  
en Métallurgie

**Thème**

# **Affinement des grains par traitement thermique de l'acier duplex (2205)**

Dirigé par :  
Pr . M. BOUABDALLAH  
Mr. K. BETTAHAR

Réalisé par :  
RAHMANI Fayssal

Promotion 2005/2006

**الموضوع:** تصغير حبيبات المعدن الغير متأكسد ازدواجي الطور (2205) بالمعالجة الحرارية

**الملخص:** يهدف هذا العمل إلى إجراء عدة معالجات حرارية مع مختلف درجات حرارية و أزمنة قصد الحصول علي بنية مشابهة أو مطابقة لبنية المعدن قبل المعالجة حيث توازن نهائي بين فريت 50 % و اوستينيت 50 % و اصغر حجم للحبيبات .

**كلمات مفتاحيه:** حرارة سيقما فريت اوستينيت المعدن ازدواجي الطور (2205)

**Sujet :** Affinement des grains par traitement thermique de l'acier duplex (2205)

**Résumé :** notre travail consiste a réaliser une série de traitement de mise en solution et de vieillissement a des différentes températures et temps de maintien sur l'acier duplex (2205) pour avoir une structure finale fine équilibré 50% ferrite/ 50% austénite proche de celle de l'acier a l'état reçu.

**Mots clés :** Acier duplex, Hypertrempe, Vieillissement, sigma, ferrite, austénite, température

**Subject:** Grain refinement of 2205duplex stainless steel by heat treatment

**Summary:** our work has consists to realize a series of heat treatment of setting in solution and of ageing in various temperatures and time of heating on the duplex steel (2205) to have a fine final structure balanced 50% ferrite / 50% austenite as or Near to the structure of stainless steel at the received state.

**Key Words:** Duplex stainless steel, Hyper-hardening, ageing, sigma, ferrite, austenite,

# Remerciements

Je tiens à remercier vivement Mr K. BETTAHAR pour sa disponibilité et son aide précieuse et aussi Mr M. BOUABDALLAH pour ses conseils et ses orientations.

Mes vifs remerciements vont aussi à Madame et Mr BELKESSA, et à toute l'équipe du laboratoire de métallurgie à CSC.

Je ne peux oublier de remercier tous les gens qui m'ont aidé à la réalisation de ce projet.

***Fayssal***

# DEDICACES

*A la mémoire de ma grand mère*

*A mes parents*

*A mon oncle*

*A mes sœurs, à mes frères ; oussama,*

*Abd Elghani*

*A toute ma famille*

*A tous ceux qui comptent pour moi*

# Sommaire

Introduction .....	1
I Concepts et généralités .....	3
I.1 Les aciers inoxydables .....	3
I.2 Composition et structure des aciers inoxydables .....	4
I.2.1 Influences des éléments d'alliages .....	4
I.2.2 Système fer-chrome .....	7
I.2.3 Système fer-chrome-nickel .....	9
I.3 Les différentes familles d'aciers inoxydables .....	10
I.3.1 Les aciers inoxydables Ferritiques .....	11
I.3.2 Les aciers inoxydables martensitiques .....	12
I.3.3 Les aciers inoxydables austénitiques .....	13
I.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex) .....	15
I.4.1 Composition et structure .....	15
I.4.2 Les différentes classes des aciers duplex .....	17
I.4.2.1 Groupe D-1 .....	18
I.4.2.2 Groupe D-2 .....	18
I.4.2.3 Groupe D-3 .....	18
I.4.2.4 Groupe D-4 .....	18
I.5 Traitements thermiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques .....	19
I.5.1 Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques de l'acier 2205 .....	21
I.5.1.1 Transformation à température supérieure à 1050°C .....	21
I.5.1.2 Transformation à températures entre 600 et 1050°C .....	22
I.5.1.3 Transformation à températures entre 300 et 600 °C .....	22
I.5.1.4 Caractéristiques et morphologie des précipités .....	23
I.6 Affinement des grains .....	27
I.6.1 Affinement des grains par traitement thermomécanique .....	27
I.6.2 Affinement des grains par traitement thermique .....	27
II Techniques expérimentales .....	29
II.1 Identification du métal de base .....	29
II.2 Traitement thermique effectué .....	29
II.3 Préparation métallographique de l'échantillon .....	29

II.4	Méthodes d'examens métallographiques .....	32
II.4.1	Microscopie optique .....	32
II.4.2	Analyse d'image .....	32
II.4.3	Microscopie électronique à balayage .....	32
II.5	Diffraction des rayons X.....	35
II.6	Essais Vickers.....	36
III	Interprétation des résultats.....	37
III.1	Matériau à l'état de réception .....	37
III.2	Traitement thermique .....	37
III.2.1	1 <sup>er</sup> Etape : Hypertrempe a partir de 1250 °C .....	37
III.2.2	2 <sup>eme</sup> Etape : Vieillissement a 850 °C .....	38
III.2.2.1	Calcul du taux du précipité sigma .....	40
III.2.2.2	Essai de dureté .....	41
III.2.3	3 <sup>eme</sup> Etape : Hypertrempe a partir de 1080 °C.....	42
III.2.3.1	Diffraction des rayons X : .....	49
III.2.3.2	Essai de dureté .....	50
	Conclusion.....	51
	Références .....	52
	Annexe.....	53

# Introduction

---

Les aciers inoxydables duplex sont largement utilisés dans l'industrie, chimique, agroalimentaire, papier, pharmaceutique, marine et beaucoup d'autres domaines à cause de leur haute performance.

Les aciers inoxydables duplex ont une meilleure ténacité que les aciers austénitiques et une meilleure dureté par rapport aux aciers ferritiques, ont aussi une bonne habileté au soudage, et une très bonne résistance à la corrosion intergranulaire et sous tension. Ces propriétés remarquables résultent de la microstructure que présentent ces aciers, qui est constituée par une mixture de deux phases ferrite/austénite obtenue par le traitement thermomécanique. Généralement une déformation à froid suivie d'une recristallisation est une technique fréquemment employée pour affiner les grains des matériaux métalliques.

Dans cette étude nous proposons de faire une succession de traitement thermique de mise en solution et de vieillissement, permettant d'altérer l'équilibre structural de l'acier inoxydable duplex 2005 d'une part, et d'autres parts de retrouver de nouveau ou de se rapprocher le plus possible des propriétés structural de l'acier à l'état reçu.

Le premier traitement consiste à étendre les domaines ferritiques en dépend de ceux austénitiques, et grossir les grains ferritiques. Les paramètres choisis pour ce traitement ; une température de 1250 ° C avec un temps de maintien 60 minutes. Le deuxième traitement a été choisi en prenant en considération l'aptitude des aciers inoxydables duplex à la précipitation par décomposition de la ferrite en carbures, phases intermétalliques et austénite secondaire. Ce traitement peut être considéré comme un vieillissement dont la température a été fixé à 850 °C. Les temps de maintien sont 2h, 10h et 30 h., le troisième traitement est une nouvelle mise en solution à une température qui est recommandé pour conférer à cet acier une meilleure répartition des phases ferrite/austénite avec des proportions optimales. La température de traitement est donc 1080 ° C, avec des temps de maintien différents : 10 minutes, 30 minutes, 60 minutes.

Les méthodes d'investigations adoptées sont : la microscopie optique avec analyse d'image, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X et les essais de dureté Hv.

Dans le présent travail nous avons structuré notre étude en trois chapitres :

Le premier chapitre traite les concepts et généralités sur les aciers inoxydables et en particulier les aciers duplex et les différents traitements et transformations que peuvent subir ces aciers.

Le deuxième chapitre présente les traitements thermiques effectués et les différentes techniques de caractérisations utilisés.

Et en dernier chapitre nous avons regroupé les résultats et les interprétations.

Une conclusion générale résume les travaux réalisés.



# Concepts et généralités

---

## I.1 Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre certains problèmes de corrosion ou de comportement posés par les alliages ferreux et pour résister à des environnements agressifs.

Développés à partir de 1920, ces aciers spéciaux ont rapidement pris une part de marché importante dans de nombreux domaines industriels. La propriété essentielle des aciers inoxydables est de former au contact de leur environnement une couche de passivation qui doit rester inerte.

L'augmentation sensible de l'utilisation de ces matériaux depuis une quarantaine d'années est liée à un ensemble de propriétés de mise en œuvre et d'emploi permettant d'obtenir des pièces de forme souvent complexe avec une bonne fiabilité industrielle. De façon générale, les aciers inoxydables sont classés selon leur structure métallurgique en quatre catégories. Chaque catégorie possède une composition de base, ayant pour fonction de stabiliser les structures, suivie d'une variété de compositions dérivées liées à l'application visée. Actuellement, on peut dénombrer plus de cinquante compositions. Outre leur résistance à la corrosion, les aciers inoxydables possèdent des caractéristiques mécaniques élevées, une bonne ductilité aux très basses températures et une résistance élevée au fluage à haute température. Il faut noter que, malgré leur forte résistance à la corrosion, les aciers inoxydables ne peuvent être considérés comme indestructibles. Leur passivation peut être rompue dans certaines conditions. Il est donc important de bien sélectionner le type d'acier inoxydable utilisé selon chaque application et son environnement.

On compte actuellement une grande variété d'aciers inoxydables dont les propriétés sont des plus diverses suite à l'addition d'éléments comme le nickel, le manganèse, le titane, le silicium, l'aluminium, le tungstène... Ces éléments permettent, entre autres, d'améliorer la résistance à la corrosion, les propriétés mécaniques ou encore la mise en œuvre et la soudabilité de ces aciers. Il existe d'autre part plusieurs familles d'aciers inoxydables qui sont

classées selon leur structure métallographique. On distingue quatre types d'aciers inoxydables : ferritique, martensitique, austénitique, austéno-ferritique.

## I.2 Composition et structure des aciers inoxydables

La présence de chrome est indispensable pour conférer aux aciers inoxydables leur résistance à la corrosion. Sa proportion atteint au minimum 12%. Le chrome est responsable de la croissance très rapide en milieu oxydant d'un film passif, riche en oxydes de chrome, de quelques nanomètres d'épaisseur.

Ce film adhérent et de faible perméabilité ionique permet de protéger l'acier. La teneur en carbone, en générale inférieure à 0,5%, La présence d'une teneur trop élevée en carbone est néfaste pour la résistance à la corrosion [1]. Le carbone tend à faire précipiter le chrome contenu dans l'acier sous forme de carbures, appauvrissant ainsi la matrice. Au-dessus de 0,2 % de carbone, l'acier devient plus fragile, moins soudable et on constate une altération de ses propriétés mécaniques.

De plus il existe d'autres éléments d'addition ayant une certaine importance ils influence plus ou moins a la structure de l'acier selon leurs nature et quantités.

Le fer non allié est constitué à la température ambiante de 20°C de fer cubique centré ou **fer alpha** qui se transforme en fer cubique faces centrées ou **fer gamma** au dessus de 910°C ces transformations peuvent se résumer suivant le tableau ci-dessous :

Fer $\alpha$ (ferrite) $\theta > 910^\circ\text{C}$	Fer $\gamma$ (austénite) $910^\circ\text{C} < \theta < 1400^\circ\text{C}$	Fer $\delta$ (ferrite) $\theta > 1400^\circ\text{C}$
Cubique centrée	Cubique à face centrée	Cubique centrée

**Tableau I.1** Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes [1].

Les éléments d'alliages se repartissent en deux catégories : ce qui favorisent le maintien du fer  $\alpha$  (élément alphagène) et ceux qui stabilisent le fer  $\gamma$  (élément gammagène).

### I.2.1 Influences des éléments d'alliages

#### - Chrome (Cr)

C'est l'élément d'alliage le plus important en aciers inoxydables. C'est cet élément qui donne les aciers inoxydables leurs résistance à la corrosion de base. [1] L'augmentation de résistance à la corrosion augmente avec l'augmentation de la teneur en chrome. Il

augmente également La résistance à l'oxydation à des températures élevées. Le chrome favorise une structure de ferrite.

- **Nickel (Ni)**

La raison principale de l'addition de nickel est de favoriser une structure austénitique. Le nickel augmente généralement la ductilité et la ténacité. Il réduit également le taux de corrosion et il est ainsi avantageux dans les environnements acides [2]. Dans le durcissement par précipitation d'aciers le nickel est également employé pour former les composés intermétalliques qui ont pour rôle d'augmenter la dureté.

- **Molybdène (Mo)**

Le molybdène augmente sensiblement la résistance à la corrosion générale et localisée et en milieux réducteurs. [1] Il augmente la résistance mécanique légèrement et favorise fortement une structure de ferrite. Le molybdène favorise également la formation des phases secondaires en aciers Ferritiques, austéno-ferritique et austénitiques. En présence d'ions halogènes, il améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûres

- **Silicium (Si)**

C'est un élément également formateur de fer  $\alpha$ . Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud. A teneurs élevées et dans certaines conditions, il augmente la résistance à la corrosion par exemple en milieux concentrés d'acide nitrique [2].

- **Manganèse (Mn)**

Le manganèse est généralement utilisé en aciers inoxydables afin d'améliorer la ductilité [2]. Son effet sur l'équilibre de ferrite/austénite change avec la température: à la basse température le manganèse est un stabilisateur d'austénite mais à températures élevées il stabilisera la ferrite. Il augmente la solubilité de l'azote [1].

- **Carbone (C)**

Il favorise le fer  $\gamma$ . C'est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers. Il élargit fortement le domaine austénitique. Il augmente également la résistance mécanique. Le carbone réduit la résistance à la corrosion intergranulaire. En aciers inoxydables Ferritiques le carbone réduira fortement la ténacité et la résistance à la corrosion [2]. Dans les aciers martensitique et austéno-martensitique le carbone augmente la dureté et la résistance. Pour

des raisons de corrosions chimiques la teneur en C est dans la plupart des cas maintenu très basses.

- **Cuivre (Cu)**

Le Cuivre augmente la résistance à la corrosion en certains acides et favorise une structure austénitique. Dans le durcissement par précipitation d'aciers le cuivre est employé pour former les composés intermétalliques qui sont utilisés pour augmenter la dureté [1]. Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid.

- **Azote (N)**

Stabilisateur d'austénite. Il agit comme le carbone. La solubilité de l'azote augmente dans les aciers au Cr et au Ni avec l'accroissement de la teneur en Cr [2]. Dans les aciers austénitiques l'azote accroît la stabilité de l'austénite et les caractéristiques mécaniques sans compromettre les valeurs de la ténacité. Il retarde l'apparitions de composés intermétalliques dans les aciers austéno-ferritique [1].

- **Titane (Ti)**

C'est un formateur de ferrite. Il se combine dans les aciers Ferritiques et austénitiques avec le carbone pour former un carbure de titane et avec l'azote pour former un nitrure de titane dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion intergranulaire [2].

- **Niobium (Nb)**

Il s'agit d'un formateur de ferrite. Il se combine également avec le carbone dans les aciers au Cr et au Cr-Ni et s'oppose à la corrosion intergranulaire [2].

- **Vanadium (V)**

Formateur de fer  $\alpha$  (ferrite), intervient qu'en faible quantité dans les aciers martensitiques au chrome par formation de carbures pour rendre les aciers insensibles à la surchauffe [2]. De plus il élève la résistance mécanique à chaud.

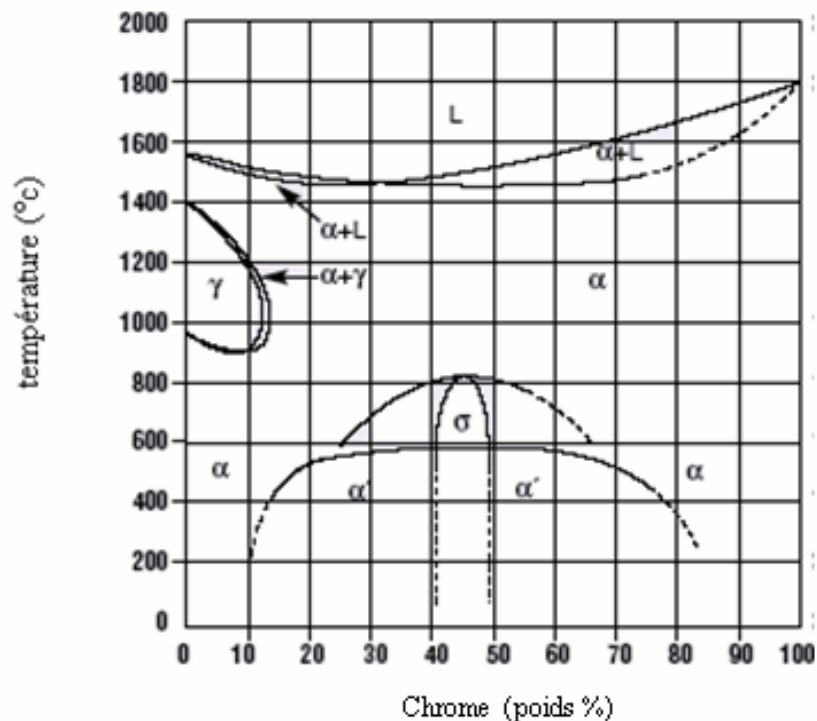
- **Soufre (S)**

Il améliore l'usinabilité par enlèvement de copeaux. L'augmentation de la teneur en S conduit cependant à remettre en cause la résistance à la corrosion ce qui est à considérer lors du choix des aciers dans certaines conditions de sollicitations [1].

Le choix des éléments d'alliage détermine l'état structural résultant. Par judicieux traitement thermique, la structure doit recouvrer ses caractéristiques mécaniques optimales. C'est aussi l'état structural qui détermine, dans une certaine mesure, les propriétés mécaniques et physiques et la résistance à la corrosion [2].

### I.2.2 Système fer-chrome

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome (figure I.1) montre que l'existence de la phase  $\gamma$  est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle  $\gamma$  » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique, favorise le développement du domaine  $\alpha$ .



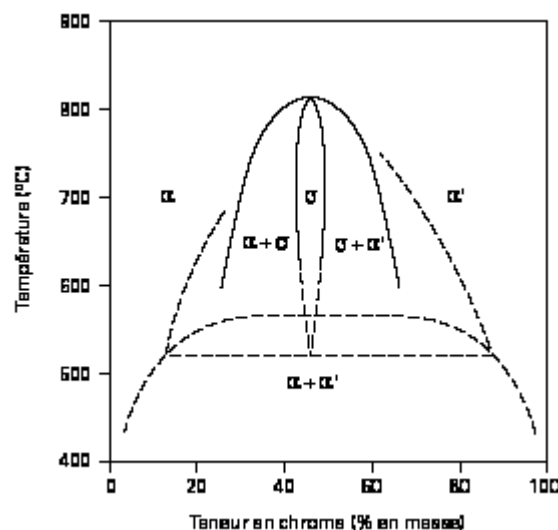
**Figure I.1** Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [3].

Le détail de la boucle  $\gamma$  (figure I.3), montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation  $\alpha$  vers  $\gamma$  et inversement au refroidissement. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine  $\alpha$  existe.

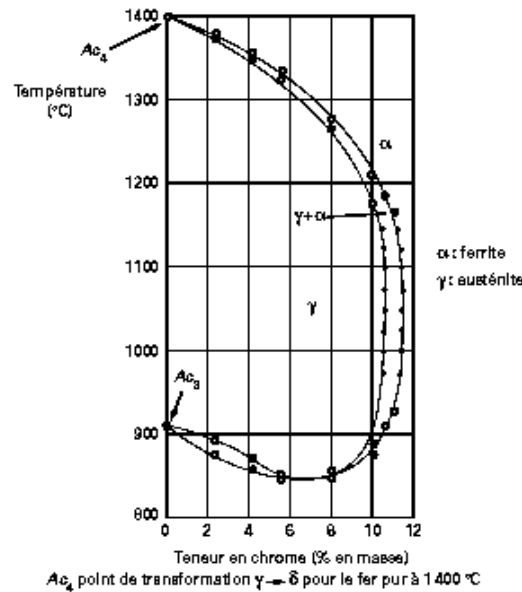
L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase  $\alpha$ ). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée  $\alpha + \gamma$ . L'étendue du domaine  $\gamma$  va être très fortement influencée par d'autres éléments d'addition. Certains auront tendance à

favoriser l'existence de la phase  $\alpha$  (structure ferritique) ; ce sont les éléments dits alphagènes. D'autres, à l'opposé, auront tendance à favoriser l'existence de la phase  $\gamma$  (structure austénitique) ; ce sont les éléments dits gamma gènes parmi lesquels le carbone et l'azote. Suivant l'équilibre entre ces différents éléments, les alliages Fer Chrome Carbone peuvent avoir les structures suivantes :

- **martensitique**, après trempe (c'est-à-dire chauffage et maintien au-dessus de 950 °C suivi d'un refroidissement rapide) d'un alliage se situant à l'intérieur de la boucle  $\gamma$ . L'alliage à 13 % de chrome et 0,3 % de carbone (X30Cr13/1.4028) est représentatif de cette famille ;
- **semi ferritique**, après chauffage puis refroidissement d'un alliage se situant dans la zone biphasée ( $\alpha + \gamma$ ). L'alliage à 17 % de chrome et 0,06 % de carbone (X6Cr17/1.4016) est le plus représentatif de cette famille ;
- **ferritique**, après traitement thermique d'un alliage se situant à droite de la boucle. Il peut s'agir soit d'un alliage à teneurs élevées en chrome et en molybdène du type X2CrMoTi29-4/1.4592 (29 % Cr, 4 % Mo, 0,02 % C) ou le plus souvent un alliage à 17 % de chrome du type X3CrTi17/1.4510 (17 % Cr, 0,03 % C) stabiliser par une addition de titane. Pour obtenir cette structure ferritique il est indispensable non seulement d'avoir une teneur en carbone faible mais également de prévenir le risque de précipitation de carbures de chrome en utilisant un élément stabilisant (titane, niobium, vanadium, zirconium) qui a une plus grande affinité pour le carbone que le chrome.



**Figure I.2** Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer chrome à des températures inférieures à 850 °C [3]



**Figure I.3** Détail de la boucle g du diagramme fer-chrome pour des Alliages contenant environ 0,004 % de carbone et 0,002 % d'azote, [3]

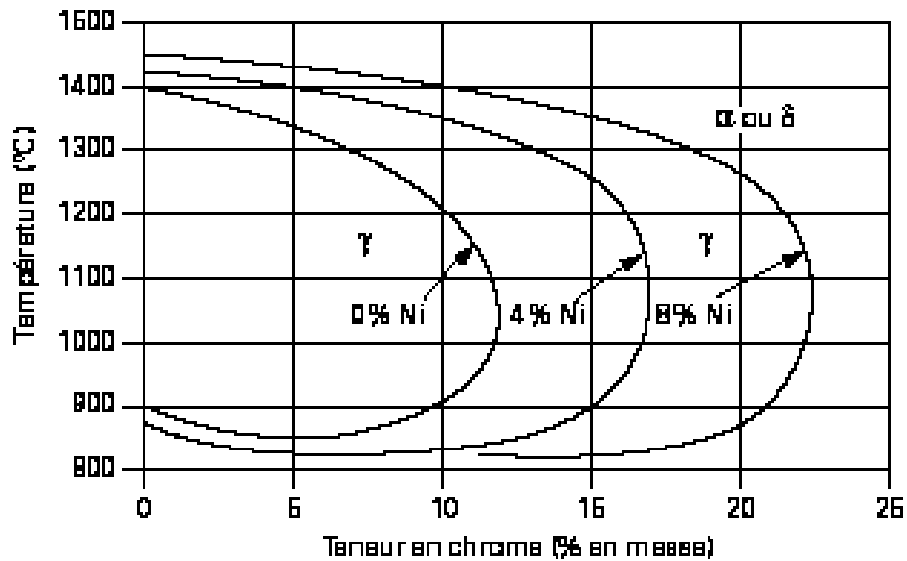
Pour être complet, il faut noter que les alliages fer-chrome peuvent former une phase intermétallique dite sigma qui se développe en dessous de 820 °C (figure I.1). Les alliages à très haute teneur en chrome ( $Cr > 30 \%$ ) sont particulièrement sensibles à ce phénomène [3].

Cependant, son domaine d'existence peut également être rencontré dans des nuances à 17 % de chrome ayant subi un long maintien en température dans l'intervalle 550 à 850 °C. Cette situation est rare et elle ne peut se présenter que, soit lors du refroidissement de pièces moulées présentant une très grande inertie thermique, soit lors du soudage multi passe à l'arc d'assemblages de forte section[3].

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure I.2). Il s'agit d'une démixtion de la phase  $\alpha$  en deux phases Ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase  $\alpha'$ . Elle se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice  $\alpha$ . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage.

### I.2.3 Système fer-chrome-nickel

Le nickel, élément gammagène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure 1.4 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle  $\gamma$  vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel. L'effet gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Si, par convention, l'effet gammagène du nickel est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30.



**Figure I.4** Coupe du diagramme ternaire fer-chrome nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle  $\gamma$ . [3]

### I.3 Les différentes familles d'aciers inoxydables

On distingue quatre types d'aciers inoxydables : ferritique, martensitique, austénitique, austéno-ferritique. Chaque famille possède ses caractéristiques propres :

Familles	Traitement de référence	Caractéristiques principales
Aciers Ferritiques	Trempe à l'air depuis 800°C	Bonne à très bonne résistance à la corrosion. Insensibilité à la corrosion sous tension. Fragilité et fragilisation à chaud (250 à 300°C).
Aciers Martensitiques	Trempe et revenu	Bonnes caractéristiques mécaniques. Ductilité limitée. Résistance à la corrosion moyenne à bonne. Sensibilité à la corrosion sous tension et à la fragilisation par l'hydrogène
Aciers Austénitiques	Hypertrempe (1050 à 1150°C)	Grande ductilité à chaud et à froid. Bonne soudabilité. Très large plage de résistance à la corrosion. Sensibilité à la corrosion sous contrainte. Propriétés mécaniques faibles à moyennes



Familles	Traitement de référence	Caractéristiques principales
Aciers Austéno-ferritiques (duplex)	Hypertrempe (1050 à 1150°C)	Propriétés mécaniques intéressantes. Très large plage de résistance à la corrosion. Insensibilité à la corrosion intergranulaire. Résistance améliorée à la corrosion sous tension. Fragilisation à chaud (250 à 300°C).

**Tableau I.2** Principales caractéristiques des différentes familles d'aciers inoxydables [4]

### I.3.1 Les aciers inoxydables Ferritiques

Ces aciers contiennent de 12 à 30 % de chrome. La teneur en carbone ne dépasse pas 0,1 %, ce qui n'autorise pas la trempe martensitique. Leurs éléments d'alliages sont le molybdène qui améliore la résistance à la corrosion localisée dans les milieux chlorés, et l'aluminium qui apporte une meilleure résistance à l'oxydation à chaud. Les aciers à 17 % de chrome résistent bien à l'oxydation mais sont difficilement soudables. Ceux contenant plus de 20 % de chrome ont une excellente résistance à l'oxydation et au fluage à haute température et sont dits réfractaires. La nuance ferritique la plus connue est le 430 (ASTM), qui contient à peu près 17 % de chrome. On l'utilise surtout pour des applications domestiques peu coûteuses et pour des revêtements.

#### - Propriétés mécaniques.

Les aciers inoxydables Ferritiques sont le plus souvent livrés à l'état adouci, c'est-à-dire après traitement thermique final de recuit entre 800 et 950 °C suivi ou pas d'un skin-pass pour les produits plats. Compte tenu de leur équilibre analytique, les aciers inoxydables Ferritiques sont caractérisés par l'absence, ou par une forte réduction, de la transformation ferrite austénite. De ce fait, ils ne sont pas durcissables par un traitement thermique mais uniquement par écrouissage. Leur courbe de traction présente une forte similitude avec celle des aciers doux dont la première partie est une droite (elle représente le domaine élastique) et dont la suite est une partie curviligne (elle représente le domaine plastique). Entre le domaine élastique et le domaine plastique, il existe une zone de transition, caractéristique d'une certaine instabilité qui est représentée par la limite d'élasticité  $R_p$  (N/mm<sup>2</sup>).

Nuance	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (N / mm <sup>2</sup> )	Résistance à la rupture $R_m$ (N / mm <sup>2</sup> )	Allongement à rupture A (%)
Aciers inoxydables Ferritiques	370	500	26

**Tableau I.3** principales propriétés mécaniques des aciers Ferritiques [5]

**- Propriétés physiques.**

Masse volumique  (Kg / dm <sup>3</sup> )	Module d'Young  (N / mm <sup>2</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 (nΩm)
7.7	220 000	10	460	0.6

**Tableau I.4** principales propriétés physiques des aciers Ferritiques [5]

### I.3.2 Les aciers inoxydables martensitiques

Les aciers inoxydables martensitiques contiennent une teneur en chrome de 12 % à 18 %. Leur teneur en carbone est comprise entre 0,05 % et 1,2 % ce qui permet d'effectuer des traitements thermiques mettant en jeu la diffusion du carbone. Ils possèdent une résistance mécanique et une dureté élevées, mais leur résistance à la corrosion est la moins bonne des aciers inox du fait de leur faible teneur en chrome et de leur teneur élevée en carbone. Du molybdène peut être ajouté à ces aciers pour améliorer la trempabilité et la résistance à la corrosion localisée, en particulier en milieux chlorurés. L'ajout de nickel permet d'augmenter la ténacité et les caractéristiques mécaniques par effet de durcissement. Les aciers martensitiques sont utilisés pour la fabrication d'arbres de pompes, de couteaux, d'instruments chirurgicaux et plus généralement pour les pièces mécaniques travaillant en milieu agressif. Suivant la composition chimique, les aciers inoxydables martensitiques sont divisés en quatre groupes :

Groupe	Composition chimique (% en masse)			
	Carbone	Chrome	Nickel	Molybdène
1	≤0.15	11.5 à 13.5	≤1.0	≤ 0.60
2	0.15 à 0.50	12 à 14.5	≤ 1.0	≤ 0.80
3	0.60 à 1.20	14.0 à 18.0	≤ 1.0	≤ 0.80
4	≤ 0.22	12.0 à 18.0	1.5 à 6.0	≤ 1.50

**Tableau I.5** classification des aciers inoxydables martensitiques [3].

**- Propriétés mécaniques.**

La ductilité des aciers martensitiques est relativement basse. Ils sont caractérisés par une haute dureté et elle est affectée fortement par le traitement. Les aciers inoxydables martensitiques sont pratiquement toujours utilisés à l'état trempé et revenu

structure	A l'état	Limite d'élasticité (MPa)	Charge à la rupture (MPa)	Ductilité (%)
martensitique	Recuit	$R_{p0.2} > 280$	$450 < R_m < 800$	$A(\%) > 12$
	Trempé	$R_{p0.2} > 850$	$950 < R_m < 2000$	$A(\%) > 5$

**Tableau I.6** principales propriétés mécaniques des aciers martensitiques [5].

**- Propriétés physiques.**

Masse volumique (Kg / dm <sup>3</sup> )	Module d'Young (N / mm <sup>2</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 (μ.Ω.m)
7.7	215000	10.5	460	0.55

**Tableau I.7** principales propriétés physiques des aciers martensitiques [5].

### I.3.3 Les aciers inoxydables austénitiques

C'est la famille la plus importante des aciers inoxydables. Ils contiennent comme principaux éléments d'alliage du chrome (de 16 % à 35 %) et du nickel (de 7 % à 26 %). La

teneur en carbone est inférieure à 0,12 %. Ces aciers sont ductiles, résistants aux chocs et amagnétiques. La présence de nickel améliore la résistance à la corrosion générale et l'usinabilité. A partir de 20 % de nickel, on obtient une augmentation de la résistance à la corrosion sous tension. Leur résistance à la corrosion est excellente même à haute température.

Ces aciers sont utilisés dans les industries chimiques, alimentaires, pharmaceutiques, automobiles et papetières. La nuance la plus connue est le 18/8 (ou 304) utilisé dans la plupart des applications alimentaires. Pour des applications plus nobles, on a généralement recours au 316L dopé à l'azote.

#### - Propriétés mécaniques

Ils ont un haut allongement et sont très dur. Ils présentent une très grande ductilité. La dureté augmente avec la teneur en carbone et l'azote. Ces aciers sont exempts de transformation structurale et par conséquent non durcissables par traitement thermique. Les aciers austénitiques dont la nuance X5CrNi18-10/1.4301 est la plus représentative présentent, après hypertrempe, à la température ambiante une structure austénitique métastable. Suivant son degré de stabilité, fonction de sa composition chimique, l'austénite va se transformer partiellement en martensite  $\alpha'$  lorsque le matériau est soumis à un écrouissage suffisant ou à un abaissement de la température. La formation de la martensite  $\alpha'$  (structure cubique centrée) ne se fait pas, en général, directement à partir de l'austénite  $\gamma$  mais par l'intermédiaire d'une phase constituée par une martensite  $\varepsilon$  à structure hexagonale compacte qui, contrairement à la martensite  $\alpha'$ , n'est pas ferromagnétique. L'équilibre entre les différentes phases : austénite  $\gamma$ , martensite  $\varepsilon$  et martensite  $\alpha'$  est fonction de la déformation ou de l'écrouissage. Lorsque la déformation croît, la quantité de martensite  $\varepsilon$  diminue rapidement. La vitesse de formation de la martensite  $\alpha'$  pendant la déformation du matériau joue un rôle fondamental dans le phénomène de consolidation qui se manifeste notamment lors de l'essai de traction.

Structure	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (N / mm <sup>2</sup> )	Résistance à la rupture $R_m$ (N / mm <sup>2</sup> )	Allongement à rupture A (%)
Austénitique	270	620	56

**Tableau I.8** principales propriétés mécaniques des aciers austénitiques [5].

**- propriétés physiques**

Masse volumique (Kg / dm <sup>3</sup> )	Module de Young ( N / mm <sup>2</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 ( μ.Ω.m )
7.9	220 000	16,0	500	0.73

**Tableau I.9** principales propriétés physiques des aciers austénitiques [5].

#### **I.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)**

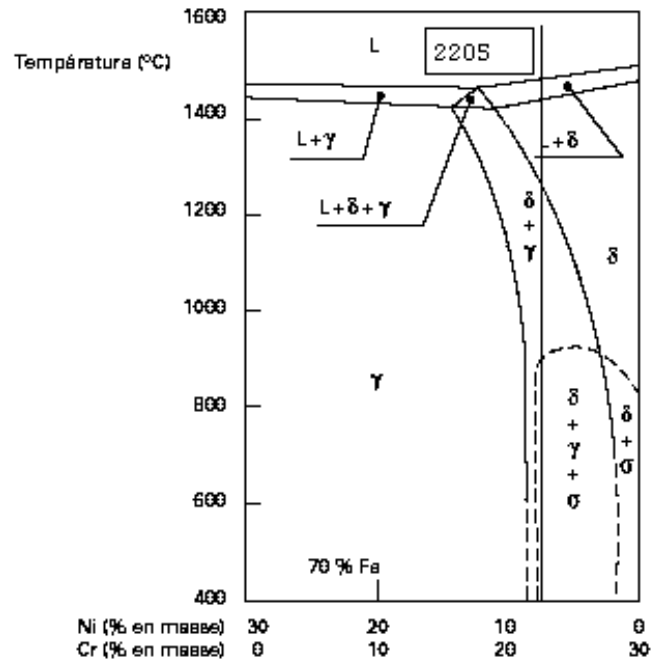
Ces aciers ont une structure mixte. Ils sont dérivés des aciers austénitiques par diminution de la teneur en nickel et augmentation de la teneur en chrome. Ils contiennent de 22 % à 27 % de chrome et de 4 % à 8 % de nickel. Ces aciers peuvent également contenir du molybdène, du cuivre et de l'azote comme éléments d'addition, pour améliorer les propriétés de tenue à la corrosion généralisée et localisée. Ils sont un compromis entre les austénitiques et les Ferritiques : leur limite d'élasticité est très supérieure à celle des austénitiques et ils n'ont pas la fragilité des Ferritiques. Les aciers austéno-ferritiques ont connu un essor important ces dernières années. Ils peuvent être utilisés pour la construction d'appareils chimiques, dans l'industrie pétrolière lors du transport de pétrole brut et des gaz naturels, ainsi que dans la construction de plates-formes de forage. Leur coût reste toutefois élevé.

##### **I.4.1 Composition et structure**

C [pd %]	Cr [pd %]	Ni [pd %]	Mo [pd %]	W [pd %]	Cu [pd %]	N [pd %]
Max. 0.03	22 - 25	4 – 7	0 - 4	0 - 2	0 – 1.5	0.1 – 0.35

**Tableau I.10** Composition chimique des aciers duplex [6].

Les bases de la constitution de structures Austéno-ferritiques ainsi que la possibilité de modifier les répartitions des quantités entre les deux phases structurales sont indiquées dans la figure I.6 au moyen d'une coupe de diagramme quasi binaire FeCr Ni à 70 % de fer.



**Figure I.5** le diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni à 70% de fer [3].

Les aciers contenant de 22 à 27 % de Cr et environ 4 à 8% de Ni, se situent d'après ce diagramme et aux moyennes températures dans un domaine de phases hétérogène dans lequel coexistent l'austénite et la ferrite. Les limites de ce domaine de phases évoluent au dessus d'une zone de températures pour une concentration presque constante de telle sorte que par traitement de recuit en dessous de 1000°C, le rapport des phases ferritique et austénitique ne varie pas ou fort peu.

#### - propriétés mécaniques

Les bonnes propriétés mécaniques de cet acier sont dues à la double structure (duplex) de la ferrite plus l'austénite ou la ferrite est responsable de la dureté et l'austénite assure la ténacité de ce matériau. Les caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austéno-ferritique se distinguent principalement de celles des nuances austénitiques par une limite d'élasticité et une résistance à la rupture élevées. Par contre, leur allongement est nettement plus faible et leur domaine d'utilisation est limité à l'intervalle de température  $- 50 \text{ }^{\circ}\text{C}/ + 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . À une limite d'élasticité  $R_p 0,2$  de l'ordre de 620 N/mm<sup>2</sup> correspond une résistance à la rupture de 840 N/mm<sup>2</sup> et un allongement à rupture de 30 %. Bien qu'inférieure à celle des nuances austénitiques, leur ténacité à basse température demeure élevée.

Structure	Limite d'élasticité Rp0.2 (N / mm <sup>2</sup> )	Résistance à la rupture Rm (N / mm <sup>2</sup> )	Allongement à rupture A (%)
Austéno-ferritiques	620	840	30

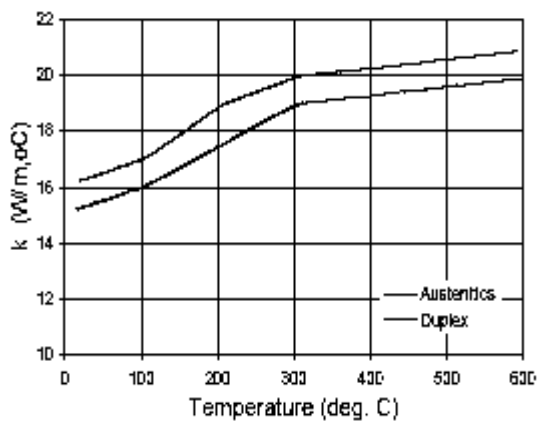
**Tableau I.11** principales propriétés mécaniques des aciers duplex [5].

**- propriétés physiques**

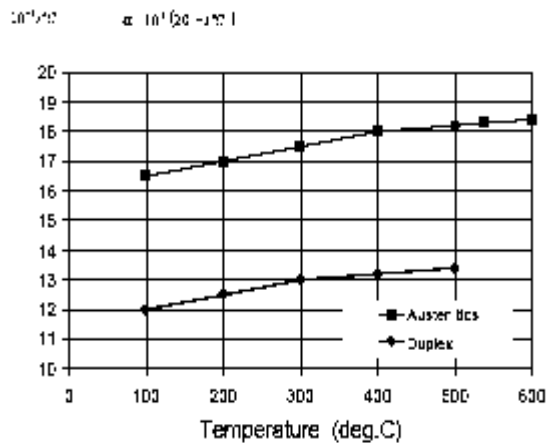
Les aciers inoxydables duplex ont un faible coefficient de dilatation thermique similaire aux aciers au carbone.

Masse volumique ( Kg / dm <sup>3</sup> )	Module deYoung (N / mm <sup>2</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 (μ.Ω.m)
7.8	220 000	13,0	500	0.8

**Tableau I.12** principales propriétés physiques des aciers duplex [5].



**Figure I.6** conductivité thermique  
Pour acier : austénitique, duplex [2].



**Figure I.7** coefficient de dilatation  
Thermique pour acier austénitique, duplex [2]

**I.4.2 Les différentes classes des aciers duplex**

Ces aciers contenant de 22 à 27 % de Cr et environ 4 à 8 % de Ni par suite Dans cette famille on distingue 4 groupes d'aciers duplex qui se différencie entre elle par la différence en teneur d'élément d'alliage et en outre par leur propriétés [4].

### **I.4.2.1 Groupe D-1**

Dans ce groupe il y a une seule nuance qui est 2304. bien qu'elle n'a pas une bonne résistance au corrosion mieux que les aciers inoxydables austénitiques , 2304 est inclus parmi les aciers inoxydables performant , parce que comme toute la deuxième génération de duplex utilise des bas quantité de carbone et haute pour l'azote pour donner une meilleure combinaison de fabrication et des propriétés de corrosion que le premier groupe de duplex il peut être soudé aisément et il offre une grande dureté et une meilleure résistance a la corrosion sous tension que de type 316L ou 317L [4] .

### **I.4.2.2 Groupe D-2**

Dans ce groupe spécialement 2205 est le plus utilisé de la famille des duplex car il combine la meilleure résistance au corrosion et la facilite de fabrication et encore les propriétés économiques. Il a une grande souplesse dans les deux il est supérieur au type 316 dans la résistance au corrosion sous tension [4].

### **I.4.2.3 Groupe D-3**

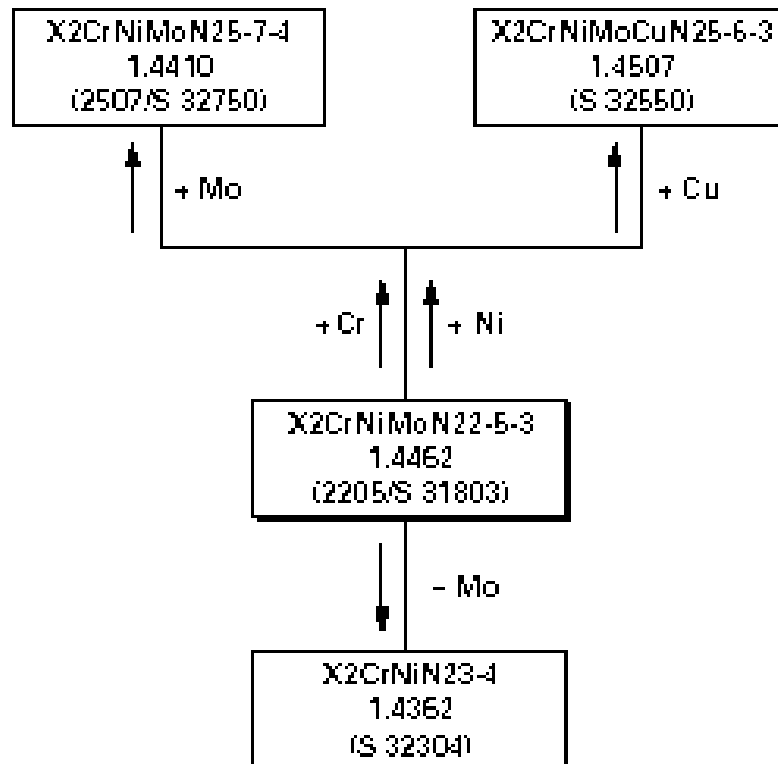
Ce type contient 25 Cr comme le ferralium 255, utilise des grandes teneur de chrome pour produire une meilleure résistance au corrosion localisé que du groupe D-2 mais il n'est pas considéré comme un bon résistant au l'eau de mer dans des applications critiques.

Le chrome prouve une très bonne résistance à l'oxydation dans les milieux acides il exige une quantité importante de nickel pour équilibrer la quantité de chrome lequel améliore la résistance au acides réducteurs ,la grande teneur en chrome à un inconvénient est quelle accélère la cinétique d'endommagement par précipitation des phases nuisibles pour cela il est indispensable de faire un traitement thermique adéquat la cinétique rapide de précipitation peut dans des cas limité les dimensions des sections utilisés [4].

### **I.4.2.4 Groupe D-4**

C'est le groupe le plus hautement allié dans toute la famille des duplex l'importante teneur en chrome, molybdène, nickel et azote, donne la meilleure résistance au corrosion que tout les autres aciers duplex et sa dureté supérieure pour ses raisons cet acier est appeler super duplex il résiste à la corrosion par piqûre [4].



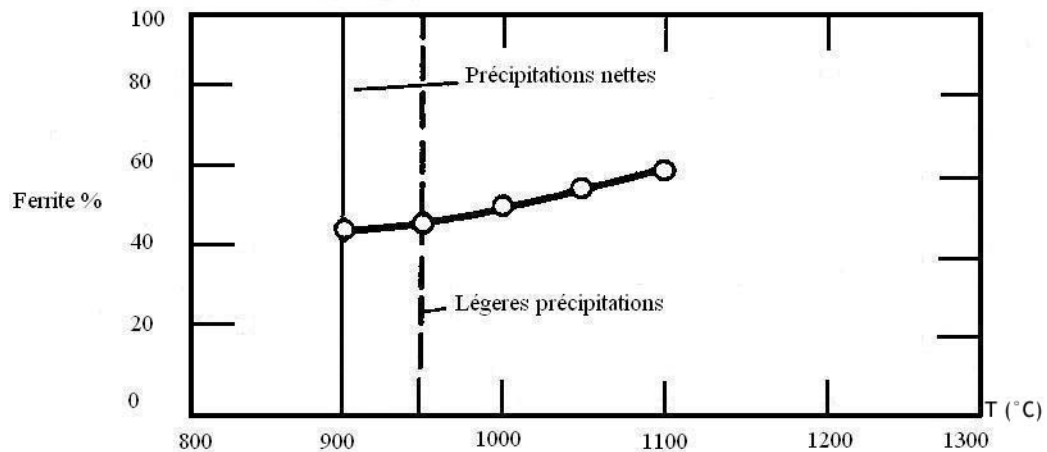


**Figure I.8** Principaux aciers inoxydables austéno-ferritiques dérivés de la nuance X2CrNiMoN22-5-3 (2205/S31803) [3].

## I.5 Traitements thermiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques

Les traitements thermiques des nuances austéno-ferritiques est une hypertrempe dont le but est d'obtenir, à la température ambiante, une structure composée de 50% de ferrite et 50% d'austénite, sans phases intermétalliques et/ou précipités. La ferrite des aciers austéno-ferritiques étant sensible au phénomène de fragilisation à 475°C et à la formation de phase  $\sigma$  entre 700 et 950°C en l'absence de molybdène et jusqu'à 1050°C en sa présence, il faut donc passer rapidement sur ces températures au cours du refroidissement. Pour cela, on emploiera une trempe à l'eau (surtout pour les pièces massives et les fortes épaisseurs). La température d'hypertrempe sera de l'ordre de 1050°C pour les nuances sans molybdène et de 1100°C pour les nuances avec molybdène. L'ajustement final de la température d'hypertrempe se fera en fonction de l'équilibre ferrite/austénite visé. Toutefois, il est recommandé d'atteindre les proportions ferrite/austénite en agissant sur la composition chimique, il est préférable de limiter la température d'hypertrempe, et donc de choisir celle imposée par la nécessité de dissolution complète des phases intermétallique.

La teneur en ferrite de l'acier duplex est entre 900 et 1200°C une fonction croissante de la température, cette évolution est illustrée dans la figure ci-dessous



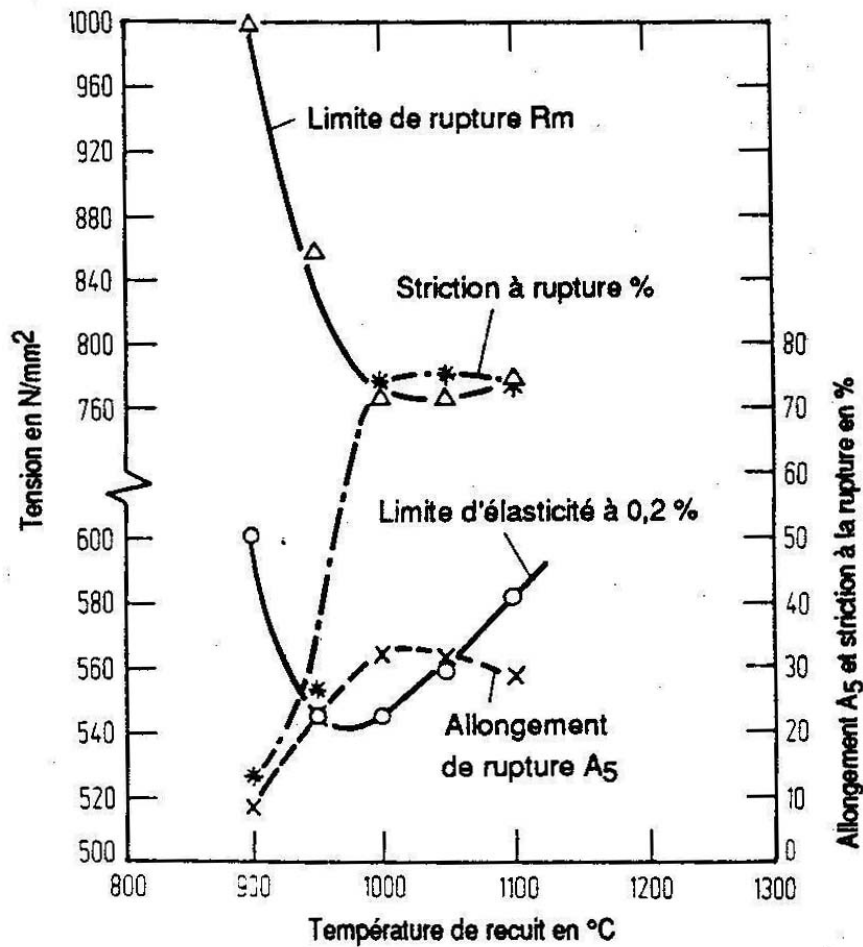
**Figure I.9** Influence du traitement thermique sur le taux de ferrite dans un acier 2205 [7].

Toutefois, les nuances à fort azote présentent une meilleure stabilité de la teneur en ferrite en fonction de la température. Lors d'une opération de soudage, cela peut éviter une ferritisation inopportune de la zone affectée thermiquement.

La teneur de la ferrite d'un acier austéno-ferritique en éléments alphas (Cr, Mo, Si), qui aggravent la cinétique de fragilisation de la phase, est supérieure à la teneur nominale de l'acier en ces éléments, car les éléments alphas tendent à ségréger dans la ferrite. Ainsi, le rapport entre la teneur de la ferrite et la teneur de l'austénite en l'élément considéré, appelé coefficient de partition peut aller de 1.1 à 1.2 pour le chrome et le silicium, et de 1.3 à 1.8 pour le molybdène .

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases  $\alpha$  et  $\gamma$  s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des phases. On constate une réduction des coefficients de partage entre phases après hypertrempe à température plus élevée. La ferrite en particulier, en fraction volumique supérieure après traitement à 1200°C, contient proportionnellement moins de molybdène et de chrome tandis que probablement simultanément l'austénite s'enrichie en azote.

### I.5.1 Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques de l'acier 2205



**Figure I.10** influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques de l'acier 2205 [1].

#### I.5.1.1 Transformation à température supérieure à 1050°C

L'acier duplex solidifie complètement dans le champ de la ferrite pour les nuances standard et les vitesses du refroidissement normaux. Cela est suivi par transformation de l'austénite dans l'état solide, lequel est naturellement réversible. Afin que toute grande augmentation de la température c.à.d de 1050°C à 1300°C soit le rôle principal de l'augmentation du contenu de la ferrite, plus loin comme les augmentations de la température il y a une réduction dans la répartition des éléments substitutionnel entre les phases, (k tend vers unité) de plus la ferrite est enrichi par les éléments interstitiels tel que le carbone et l'azote. C'est particulièrement vrai pour les additions de l'azote avec grandes concentrations [0.25-0.4%] qui augmentent clairement la stabilité de la structure des deux phase [6].

À 1250°C les fractions du volume de la ferrite et l'austénite dans ces alliages restent approximativement équivalentes alors que les nuances avec moins que 0.2%N contiennent 80% à 85% de ferrite. Le chauffage dans la gamme de température 1100-1200°C peut avoir une influence dramatique sur la microstructure d'un produit forgé. Les grains peuvent être faits équiaxial par traitement prolongé à haute température ou peuvent être rendus aciculaire avec une structure du type widmannstätten en refroidissant à des vitesses intermédiaires une structure double qui consiste en grains d'austénite grossiers et fins peut être obtenue par trempe étagé avec ou sans contrainte mécanique simultanément [6].

### **I.5.1.2 Transformation à températures entre 600 et 1050°C.**

L'alliage 2205/ (S31803) est plus sensible à la précipitation que la nuance S32304 dû au contenu du molybdène. Cet élément pas seulement augmente la vitesses de précipitation de la phase intermétallique, mais aussi étend la gamme de la stabilité aux plus hautes températures.

Pour cette raison le traitement de mise en solution au dessus de 1000°C est nécessaire. Les super duplex montrent la plus grande proportion pour la précipitation intermétallique du a leur hauts contenu en Cr, Mo et W. cependant il devrait être accentué que la cinétique de la précipitation dans ces super alliages est à plus mauvais équivalent au superaustenitique ou superferritique aciers inoxydables. Précipites dissoudre pendant une solution recuit lequel pour les nuances du super duplex doit être exécuté à 1050°C ou au dessus [6].

Le haut contenu en Ni encourage le haut contenu d'austénite pendant le recuit et résulte un enrichissement de Cr et Mo dans la ferrite restante, ce fait, combiné avec une haute teneur en Si et le Mn augmente la stabilité des phases intermétalliques.

### **I.5.1.3 Transformation à températures entre 300 et 600 °C.**

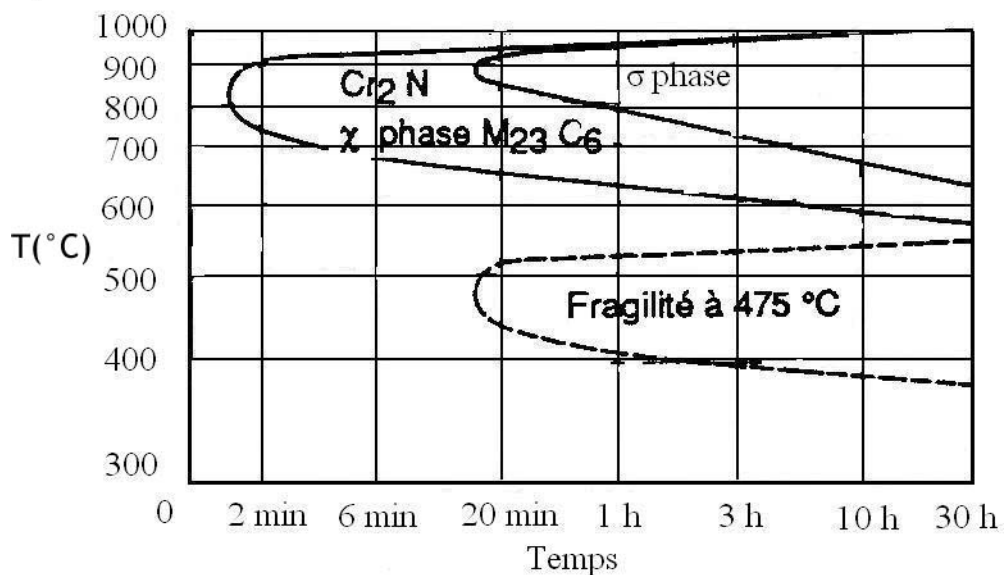
Un temps d'incubation beaucoup plus court est trouvé pour les nuances 2205 et S32205 qui contiennent molybdène qui paraîtrait accélérer le durcissement. Les alliages à 25% Cr et les super duplex montrent la gamme des températures la plus large pour durcir et temps d'incubation le plus court. C'est le résultat de la haute teneur en Cr et Mo et si l'addition du cuivre est présente [6].

### I.5.1.4 Caractéristiques et morphologie des précipités.

Différents composés intermétalliques sont susceptibles d'apparaître dans la ferrite entre 300 et 1000°C, ils dépendent de la composition chimique de l'alliage ainsi que du traitement thermique appliqué. Ils sont classés dans le tableau suivant :

Phases	Structure	Composition chimique
Sigma $\sigma$	Tétragonale $a = 8.79, c = 4.54$	FeCrMo
Laves	Trigonale $a = 10.903, c = 19.34$	Fe <sub>2</sub> Mo
Chi $\chi$	Cubique centrée $a = 8.92$	Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub>
R	Trigonale $a = 10.903, c = 19.34$	FeCrMo
$\epsilon$ epsilon	Non définie	Riche en Cu
Pi ( $\pi$ )	Cubique $a = 6.47$	Fe <sub>7</sub> Mo <sub>13</sub> N <sub>4</sub>
Tau ( $\tau$ )	Orthorhombique $a = 4.05, b = 4.84, c = 2.86$	
Carbures	Cubique face centrée $a = 10.56-10.65$ $a = 4.52, b = 6.99, c = 12.11$	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>
Nitrides de chrome	Cubique $a = 4.13-4.47$ $a = 4.795, c = 4.469$	CrN Cr <sub>2</sub> N

**Tableau I.13** Classification des phases intermétalliques [6].



**Figure I.13** Diagramme temps température de précipitation de l'acier duplex 2205 [8].

### - Alpha prime ( $\alpha'$ ) et la phase G

Les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter un phénomène de fragilisation à température inférieure à 600°C. Il s'agit d'un phénomène de durcissement secondaire dû à la formation de fins précipités  $\alpha'$  dans la matrice ferritique  $\alpha$  qui sera le siège de formations alternées de plages très enrichies ou appauvries en chrome. Il est suggéré que la formation de alpha prime est une conséquence de l'intervalle de miscibilité dans le système de Fe-Cr par lequel la ferrite subit la décomposition en ferrite riche en fer ( $\delta$  ferrite) et alpha prime riche en Cr [6].

Alpha prime est souvent associée avec une co-précipitation de  $\text{Cr}_2\text{N}$  dans la forme de réseaux des sous grains d'aiguilles  $\text{Cr}_2\text{N}$ . plus loin la phase G se développe aux interfaces de  $\alpha/\alpha'$  entre 300 et 400°C après plusieurs heures d'exposition à la chaleur, dû à l'enrichissement de Ni et Si à ces emplacements

### - Austénite secondaire $\gamma_2$

L'austénite secondaire peut être former relativement rapide et par mécanismes différents selon la température, au-dessous approximativement 650°C  $\gamma_2$  a une composition semblable au ferrite entourant qui suggère une transformation diffusionnelle avec les caractéristiques semblable à la formation du martensite. À des températures entre 650 et 850°C où la diffusion est plus rapide beaucoup d'austénite de forme widmanstatten peut précipiter. Dans cette plage de température  $\gamma_2$  obéit au loi du kurdjumov-sachs, sa formation implique la diffusion comme il est enrichi en Ni comparé à la matrice du ferrite. Bien qu'il y ait quelque enrichissement d'azote dans  $\gamma_2$  comparé à la matrice de la ferrite, la teneur du Cr et N dans  $\gamma_2$  est substantiellement au-dessous de celle d'austénite primaire [6].

### - Sigma ( $\sigma$ )

L'enrichissement nuisible de la phase sigma en Cr, Mo n'est qu'une dure fragilisation par précipitation [6]. Sa formation entre 650 et 1000°C est souvent associée avec une réduction dans l'impact de propriétés et la résistance à la corrosion. Aux températures maximales d'autour 900°C la décomposition de la ferrite en sigma peut prendre aussi petit que deux minutes dans les alliages super duplex. Certainement la phase sigma été trouvée qu'elle nucléé au-dessus de la température 750°C en association avec certaine particules dans les aciers duplex avec l'ordre de préférence suivant : l'interface des phases  $\delta/\gamma$ , les joints des sous grains austéniser de  $\delta/\delta$  et la haute énergie des joints des grains de  $\delta/\delta$ . ces nucléons

peuvent devenir des plaques grossières, des eutectoïdes lamellaires  $\sigma + \gamma_2$  ou des agrégats lamellaires  $\sigma + \delta$ .

Dans le dernier cas dans la région ferritique inter lamellaire il y a une haute densité de dislocation probablement attribué à la dilatation volumique de  $\sigma/\delta$ . il est noté que les éléments Cr, Mo, Si et Mn encourage la formation de  $\sigma$ . de plus le nickel aussi rehausse la formation de  $\sigma$  mais réduit la fraction volumique de l'équilibre. Cela se produit comme le nickel induit la formation de  $\gamma$  et donc concentre les éléments encourageant la formation de  $\sigma$  dans la ferrite résiduelle. Finalement 10% de la tension plastique baisse le temps exigé pour former sigma par un ordre de magnitude et un haut traitement thermique augmentant le contenu de  $\delta$  et réduit le contenu des éléments favorisant sigma ; ainsi retard sa formation [6].

#### - **chi ( $\chi$ )**

Comme la phase sigma, la phase chi se forme entre 700 et 900 °C et bien que dans beaucoup de plus petites quantités [6]. Cependant, l'enrichissement de la ferrite par les éléments forment les phases intermétalliques et pendant une longue exposition aux températures relativement basses ,700°C favorise la précipitation de la phase chi. Comme sigma la phase  $\chi$  se forme souvent dans les interfaces  $\delta/\gamma$  et se croître à l'intérieur de la ferrite. La phase sigma et la phase chi coexistent souvent d'où il est difficile d'étudier leurs effets individuellement [6].

#### - **R, $\pi$ et $\tau$**

La phase laves ou R précipita dans petites quantités entre 550 et 650°C après plusieurs heures d'exposition à la température. Ils forment dans les deux sites : intra et intergranulaire ils sont riche en molybdène et ils réduit la résistance a la corrosion par piqûre. Le nitrure  $\pi$  a été identifié dans les sites intergranulaires dans la soudure du duplex après traitement isothermique à 600 °C pour plusieurs heures [6]. Il est riche en Cr et Mo d'où il a été précédemment confondu avec la phase sigma. Un traitement thermique pour plusieurs heures dans la plage de températures suivante, 550 à 650°C peut mener à la formation des aiguilles comme la phase  $\tau$  dans les interfaces  $\delta/\delta$  [6].

#### - **Nitrures $\text{Cr}_2\text{N}$ et $\text{CrN}$**

La solubilité d'azote est considérablement plus haute dans l'austénite que dans la ferrite. Au-dessus juste de la température approximativement 1040°C la fraction volumique

de la ferrite augmente, juste au-dessous du solidus la microstructure ferritique peut être présent complètement mais dans les super duplex quelques austénites peuvent rester [6].

À ces températures la solubilité de l'azote dans la ferrite est haute mais en refroidissant la solubilité baisse et la ferrite devient supersaturer par l'azote qui mène à la précipitation intergranulaire d'aiguilles comme  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Dans une manière semblable  $\text{Cr}_2\text{N}$  est plus possible de former rapidement même après traitement à des hautes températures et forme même si il est trempé à partir de telles températures. L'exposition isothermique à la gamme de températures 700-950 °C produit des précipitations intergranulaire  $\text{Cr}_2\text{N}$  aux joints des grains  $\delta/\delta$  comme plaques minces dans les joints des sous grains, triple points et des inclusions et le long de dislocations. Cette dernière forme de  $\text{Cr}_2\text{N}$  a été notée pour affecter la corrosion par piqûre [6].

#### - Carbures $\text{M}_{23}\text{C}_6$ et $\text{M}_7\text{C}_3$

$\text{M}_7\text{C}_3$  forme entre 950 et 1050°C dans les joints des grains de  $\delta/\gamma$  [6]. Cependant, comme sa formation prend 10 minutes, il peut être évité par les techniques normales de trempé. Plus loin comme les duplex modernes contiennent moins de 0.02% de C, les carbures sont rarement vu. Dans les duplex avec modérément haut niveau de carbone d'au sujet de 0.03 %C qui exige moins qu'une minute à former à 800°C. La précipitation se produit d'une manière prédominant aux joints des grains  $\delta/\gamma$  où la ferrite est riche en Cr croise avec l'austénite riche en carbone. Cependant  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  a aussi été trouvé aux interfaces  $\delta/\delta$  et de  $\gamma/\gamma$  et à un degré moindre à l'intérieur du ferrite et grains de l'austénite. Plusieurs morphologies de précipité ont été enregistrées y compris cuboïdal et particules aciculaires aussi bien qu'une forme cellulaire bien que chaque type ait un Cr associé épuisé la zone dans son voisinage. Cette zone a été rapportée comme un site pour interface d'attaque qui par la suite propage dans l'austénite maigre en Cr et Mo [6].

#### - La phase ( $\epsilon$ ) epsilon (riche en Cu)

Dans les alliages qui contiennent le cuivre et/ou tungstène, autres mécanismes de durcissement peuvent avoir lieu [6]. Dans le cas de cuivre, la sursaturation du ferrite dû à la baisse dans la solubilité à des températures inférieurs favorise la précipitation de la phase  $\epsilon$  extrêmement fin riche en Cu après 100 heures à 500°C lesquels étendent considérablement la gamme de températures basses qui durcit les aciers inoxydables duplex. Bien que la gamme de la température rapportée pour leur formation varie, il paraîtrait que toute se forme dans le même régime de la température comme  $\gamma_2$  et c'est été mépris pour tel [6].



## I.6 Affinement des grains

En cas général l'affinement des grains peut se faire par deux mécanismes; traitement thermomécanique (la recristallisation), traitement thermique.

### I.6.1 Affinement des grains par traitement thermomécanique

Lorsque le métal a subi une déformation plastique, il est dit écroui. Sa structure a été altérée ; ses propriétés physiques et mécaniques ont été modifiées; il n'est plus dans un état d'équilibre. L'écrouissage se fait généralement à froid (au dessous de la température de recristallisation du duplex).

La recristallisation est caractérisée par le développement de nouveaux grains aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait [11]. Au cours du recuit des germes apparaissent; ce sont de nouveaux cristaux d'orientation différente de la matrice ou ils sont nés. Ces germes ne sont visibles au microscope optique qu'à un stade assez avancé de leur développement [9]. Ils croissent en mangeant la matrice écrouie qui les entoure et, ce faisant, affectent des formes plus ou moins régulières dues à des anisotropies de leur vitesse de croissance, jusqu'à ce qu'ils arrivent au contact les uns des autres; à ce moment, le stade dit de recristallisation primaire est achevé et l'on entre dans le stade appelé croissance des grains (recristallisation secondaire). La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale; dite écrouissage critique.

On décompose habituellement la recristallisation en deux stades: germination et croissance, et la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) s'écrit:

$$v = N * G$$

Où N est le nombre de germes nouveaux par unité de temps et G leur vitesse de croissance. Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps. Pour exprimer la fraction de volume recristallisé; on utilise souvent l'équation:

$$V = 1 - \exp(-bt^n)$$

Où  $n \sim 1$  à 2. Le problème expérimental est la mesure séparée de N et G.

### I.6.2 Affinement des grains par traitement thermique

Une technologie a été conçue pour affiner les grains des aciers inoxydables duplex en utilisant la transformation sigma ( $\sigma$ ) ( $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ ) et sa transformation inverse ( $\sigma + \gamma \rightarrow \delta$ ). Les résultats expérimentaux ont indiqué que la phase  $\sigma$  germe et se développe à l'interface

$\delta/\gamma$  et à l'intérieur de la phase  $\delta$  où la température était plus haute. La décomposition des grains de la phase  $\delta$  en fins grains de  $\sigma$  et  $\gamma$  dans la plage des températures suivantes 650°C-1000°C et l'obtention des fins grains de  $\delta$  (ferrite delta) après transformation inverse ( $\sigma + \gamma \rightarrow \delta$ ) améliore la ténacité [10].

Cette technique consiste à régénérer complètement les grains ferritiques en passant par la transformation sigma et ensuite la dissoudre pour avoir des nouveaux grains fins sous l'influence du temps de chauffage et la température.

L'avantage de cette technique est qu'elle ne produise pas des défauts ponctuels et des dislocations le contraire du traitement thermomécanique (laminage à froid) ; le métal déformé est caractérisé par une haute densité de dislocations, ainsi que par une concentration notable de lacunes. Par cette méthode on peut contrôler la taille des grains.



## Techniques expérimentales

### II.1 Identification du métal de base

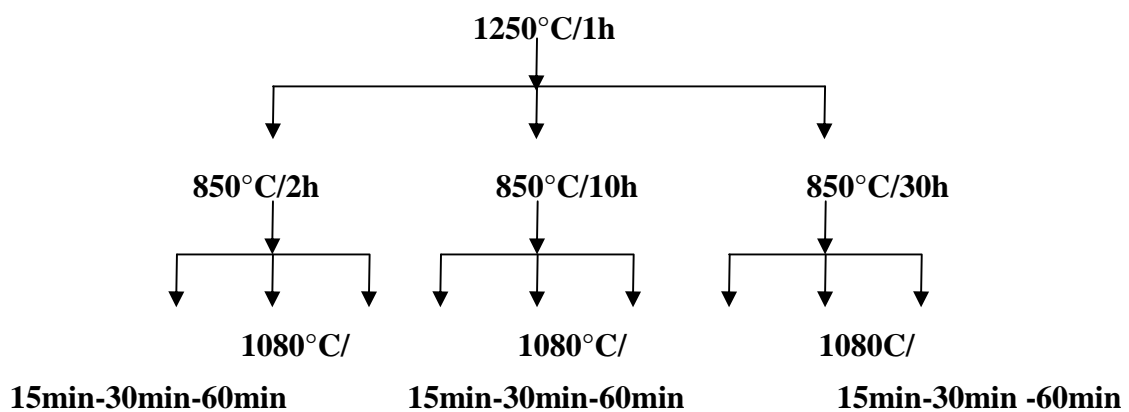
Le matériaux utilisé est un acier austéno-ferritique type (2205) dont la teneur en élément d'alliage est comme suit :

Elément	C	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	P	S	V	Cu	N
% en masse	0.03	0.36	1.77	5.70	2.58	22.05	0.018	0.015	0.10	0.20	0.13

**Tableau II.1** Composition chimique du métal de base acier duplex (2205)

### II.2 Traitement thermique effectué

- 1) Réaliser des traitements de mise en solution à haute température 1250°C/1h
- 2) Réaliser des traitements de vieillissements 10h, 2h, 30h à 850°C.
- 3) faire une mise en solution à 1080°C/15 min, 30 min, 60min maintien optimal permettant l'affinement des grains et l'équilibrage des phases.



**Figure II.1** le traitement thermique appliqué

### II.3 Préparation métallographique de l'échantillon

L'obtention de la surface d'examen nécessite une suite d'opérations allant du prélèvement à l'attaque micrographique.

#### A- Prélèvement des échantillons

Des précautions devront être prises pour éviter une modification de la structure du métal, résultant soit d'un échauffement, soit d'une déformation du métal entraînant un écrouissage.

### **B- Préparation de la surface d'examen**

L'échantillon est découpé de façon à obtenir une surface d'examen, généralement comprise entre 1 et 10cm<sup>2</sup>. Le polissage se fait généralement en 2 étapes :

- pré polissage ;
- polissage de finition.

Afin d'obtenir une surface plane et d'éviter un arrondissement des bords, on peut insérer l'échantillon dans un montage ou l'enrober.

#### **B.1- L'enrobage**

En raison de la bonne manipulation des échantillons tout au cours du travail en à enrober l'échantillon à l'aide d'une résine thermodurcissable qui se solidifie sous une température de 180°C et pression de 25kn on un temps d'environ 5 min.

#### **B.2- Pré polissage**

Il se fait par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Le polissage se fait habituellement sous eau (ou avec arrosage) pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.

Granulométries utilisées (dans l'ordre de l'emploi).

- Echantillon brut de tronçonnage : 240-400-800-1000-1200.
- Echantillon passé à la bande abrasive : 400-800-1000-1200.
- Echantillon rectifié : 800-1000-1200.

#### **B. 3- Polissage de finition**

Trois principaux modes de finition sont généralement utilisés :

- polissage électrolytique,
- polissage à l'alumine,
- polissage à la suspension diamantée.

Polissage à l'alumine : C'est ce polissage qu'on a utilisés dans notre travaille. Ce polissage consiste à frotter l'échantillon sur des disques de feutre ou drap, imbibés d'une suspension d'alumine. La granulométrie de l'alumine est caractérisée par le temps nécessaire ou dépôt de l'alumine en suspension, après agitation.

### C- Attaque chimique

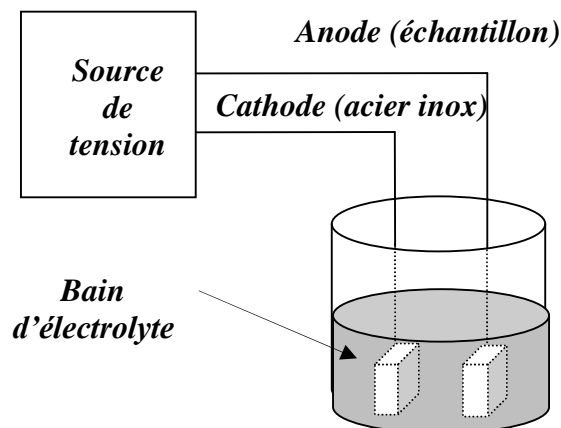
Il y a attaque préférentielle ou coloration de certains constituants par rapport à d'autres. L'attaque micrographique donne des différences de relief ou de coloration, entre les différents constituants ou entre les cristaux différemment orientés d'une même phase, ce qui permet de les observer. Elle peut dans certains cas révéler des inégalités de concentration des solutions solides.

#### C.1- Attaque électrolytique

La dissolution électrochimique est du même type que la dissolution chimique, mais elle bénéficie d'un paramètre supplémentaire : le facteur électrique.

Solution aqueuse d'acide oxalique.	-10 g d'acide oxalique -100ml d'eau Durée d'attaque : électrolytique de 10 à 45 s une tension de 10 v	Mettre en évidence la structure, les grains et les joints de grains
Solution aqueuse de base KOH	Durée d'attaque : électrolytique de 10 s et une tension de 10 v	Mettre en évidence la phase sigma et des carbures alliés

**Tableau II.2** réactif d'attaque électrolytique



**Figure II.2** Dispositif d'attaque électrolytique

### C.2- Attaque classique

Elle se fait à température ambiante avec eau régale glycinée.

Eau régale glycinée	-1 volume d'acide nitrique ( $\rho_{20}=1,33$ g/ml) -2 à 3 volumes d'acide chlorhydrique -2 à 3 volumes de glycérine (à utiliser fraîchement préparée) Durée d'attaque : 30 s à 5 min ( $\theta$ ambiante)	Examen de structures très semblables
---------------------	--	--------------------------------------

**Tableau II.3** réactif d'attaque classique

## II.4 Méthodes d'examens métallographiques

### II.4.1 Microscopie optique

L'examen micrographique a pour but principal la mise en évidence de la structure de l'échantillon et des inclusions non métalliques lors de l'observation au microscope optique.

Le microscope est équipé d'un appareil photo numérique avec logiciels d'acquisition et de traitement d'image. Et pour plus de détails on a pris des micrographies avec différents grossissements (x200, x500,).

### II.4.2 Analyse d'image

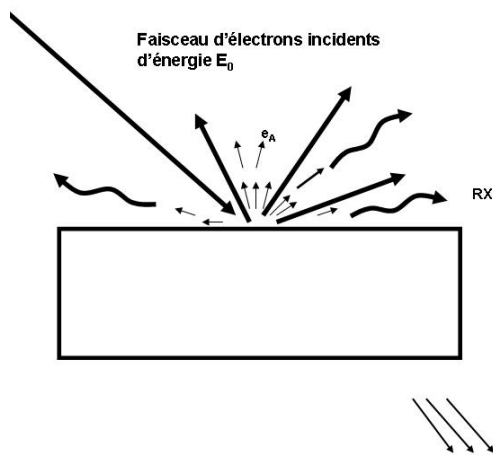
Dans cette partie on calcule les proportions des phases constituant l'échantillon à partir des micrographies prises par microscopie optique et à l'aide d'un logiciel de traitement d'image. Le principe de la méthode est basé sur le contraste créé par la différence du pouvoir réflecteur des constituants. Cette technique nécessite des attaques métallographiques chimiques appropriées, dans notre cas nous avons utilisé la solution KOH (Attaque électrolytique). Le logiciel utilisé s'appelle ATLAS.

### II.4.3 Microscopie électronique à balayage

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image en microscopie électronique à balayage (MEB), sont entièrement différents de ceux du microscope optique. Pour les comprendre il faut nécessairement connaître les différents phénomènes qui se produisent quand un objet est bombardé par un faisceau d'électrons. Bombarder par un

faisceau d'électrons un point sur une surface réémet plusieurs signaux caractéristiques dont les principaux sont :

- Des électrons rétro diffusés  $e_r$  qui proviennent d'interactions élastiques entre les électrons incidents et les atomes sous la surface ; leur énergie est voisine de celle des électrons incidents,  $e_0$ , et ils sont engendrés jusqu'à une profondeur de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$  sous la surface. L'intensité de l'émission des électrons rétrodiffusés est fonction de l'orientation de la surface par rapport au faisceau incident et du numéro atomique des éléments qui la composent.



**Figure II.3** représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon

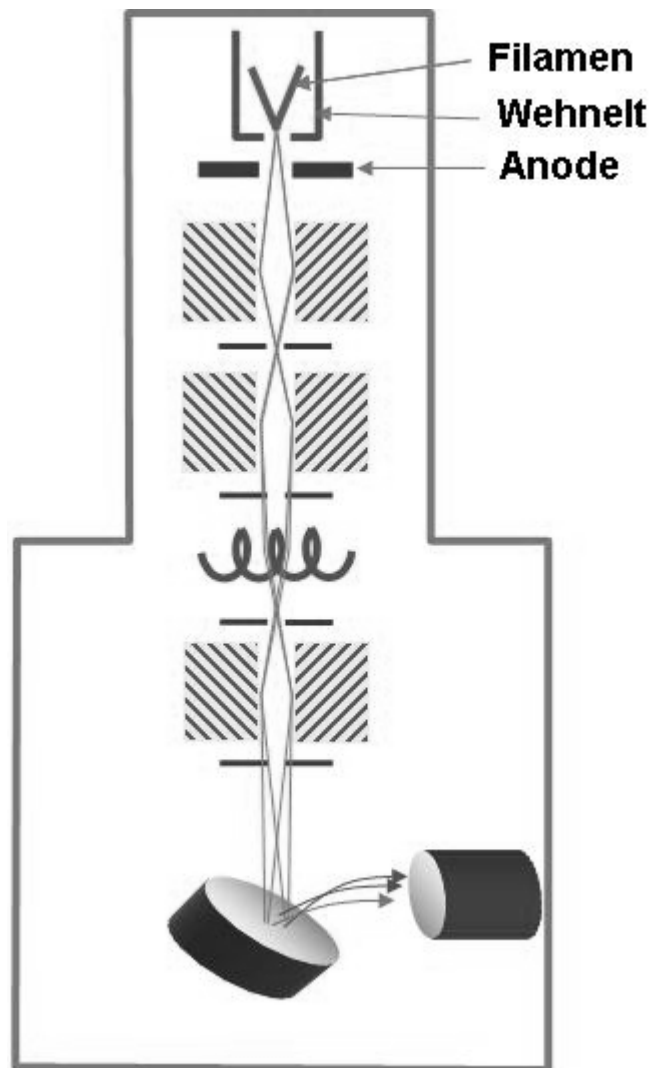
- des électrons secondaires,  $e_s$ , produits par des chocs inélastiques entre les électrons incidents et les atomes de l'échantillon ; leur énergie est inférieure à  $50\text{eV}$ , et ils proviennent d'une zone située à moins de  $0,1\mu\text{m}$  de la surface ; l'intensité des électrons secondaires est principalement fonction de l'orientation de la surface ;

- des électrons Auger créés par l'interaction des électrons incidents et des électrons des sous-couches électroniques des atomes. Leur distribution spectrale est fonction des éléments qui composent la surface ; ils proviennent des toutes premières couches atomiques de la surface (à moins de  $1\text{nm}$ ) et sont utilisés pour faire des analyses chimiques superficielles (spectroscopie Auger)

- des rayons X, dont la distribution spectrale dépend des éléments présents sous la surface. Tout comme les électrons rétrodiffusés, les rayons X proviennent d'une zone de quelques micromètres d'épaisseur.

Dans un MEB, un faisceau d'électrons, d'un diamètre inférieur à 10 nm, est focalisé sur l'échantillon à l'aide de lentilles électromagnétiques. L'intensité des électrons réémis par la surface dépend de l'orientation et de la composition de celle-ci les électrons réémis (rétrodiffusés ou secondaires) sont captés par un détecteur d'électrons, et le signal électrique ainsi obtenu est amplifié et sert à moduler l'intensité du faisceau d'électrons d'un écran cathodique. Des bobines de balayage permettent au faisceau incident de couvrir ligne par ligne la surface à étudier. Le faisceau d'électrons de l'écran cathodique se déplace de façon synchrone, ligne par ligne; à chaque position du faisceau incident sur l'échantillon correspond une position du spot sur l'écran cathodique.

On obtient ainsi sur l'écran cathodique une image reconstituée de la surface de l'échantillon à partir des signaux fournis par chaque point de la surface.



**Figure II.4** Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage



## II.5 Diffraction des rayons X

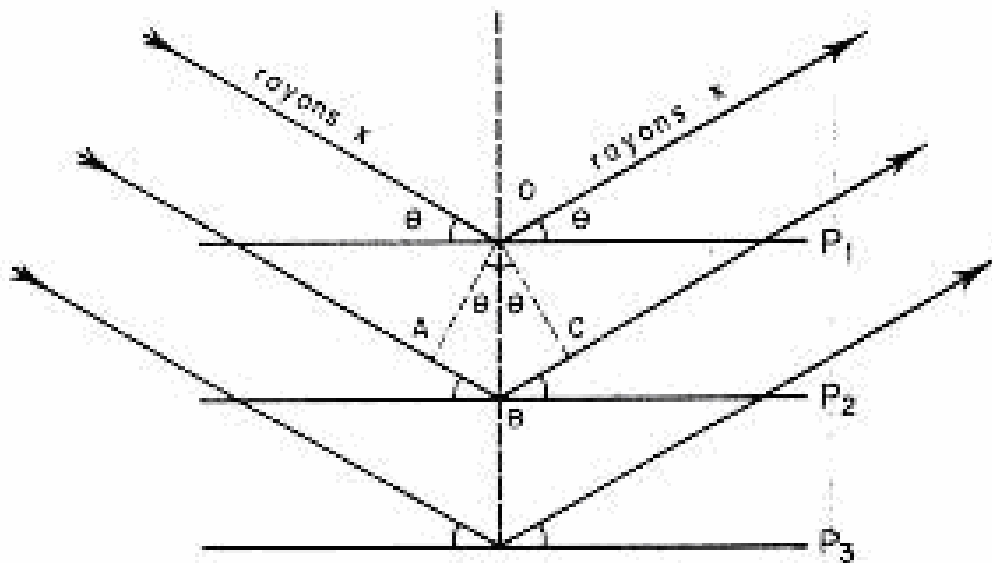
L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires  $\{h, k, l\}$ . Les distances inter réticulaires sont de l'ordre de  $0.15 \text{ \AA}$ - $15 \text{ \AA}$  et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X. Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de Bragg est réalisée :  $n\lambda = 2d \sin \theta$

$n$  : Ordre de diffraction.

$\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau de rayons X.

$d$  : Distance de deux plans réticulaires.

$\theta$  : Angle d'incidence des rayons X.



**Figure II.6** Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires.

$P_1, P_2, P_3$ , etc. ... sont les plans de cette famille;  $\theta$  est l'angle de Bragg.

## II.6 Essais Vickers

L'essai consiste à imprimer dans la pièce un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet  $136^\circ$  sous une charge  $F$ , et à mesurer les diagonales  $d_1$   $d_2$  sur la surface après enlèvement de la charge. La dureté Vickers est proportionnelle au rapport  $F/S$ .  $S$ = surface de l'empreinte considérée comme pyramide droite.

### Symboles et désignations.

- angle au sommet du pénétrateur :  $136^\circ$ .

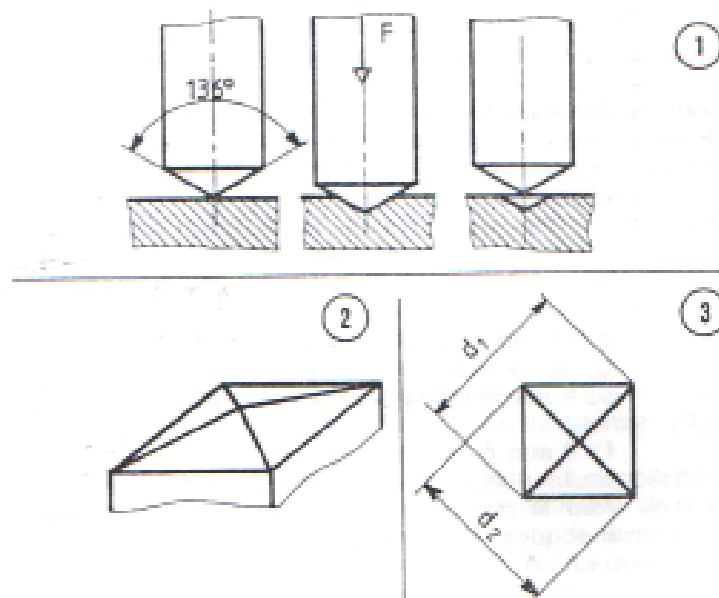
$F$  : charge d'essai en newtons à  $\pm 1\%$ .

$d$  : diagonale moyenne de l'empreinte en mm.

$$d = (d_1 + d_2) / 2 \quad \text{HV} = 0,189 F/d^2.$$

### Conditions d'essais.

- L'essai est effectué à température ambiante.
- La charge est appliquée progressivement sans chocs, ni vibrations et maintenue à sa valeur finale pendant 10 à 15 s.
- On a choisi **HV30**



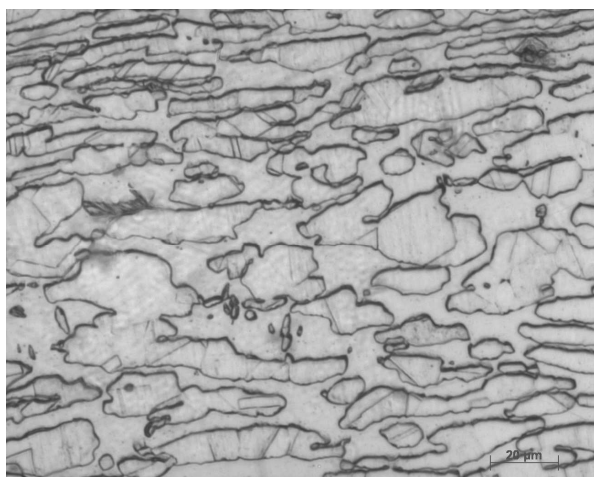
**Figure II.5** représentation schématique de l'essai de Vickers



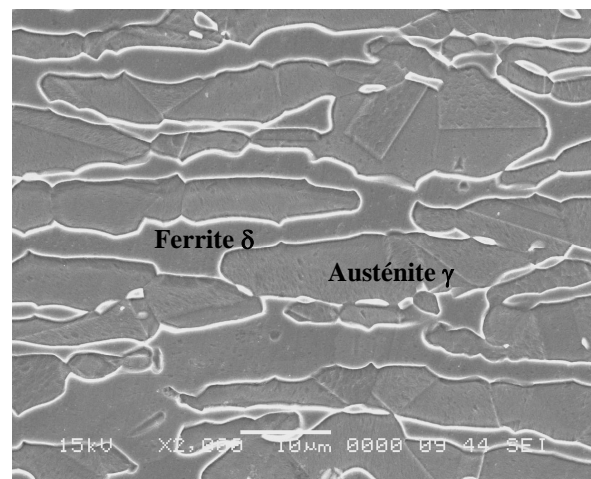
# Interprétation des résultats

## III.1 Matériau à l'état de réception

À l'état de réception la structure de l'acier inoxydable duplex (2205) est constituée par une mixture de deux phases : la ferrite et l'austénite de proportion relativement égale, environs 50% chacune fig. III.1. Ce type de structure est appelé structure en bande où l'austénite forme des îles isolées à l'intérieure de la matrice ferritique. On peut distinguer les grains austénitiques par le phénomène de maillage.



Micrographie optique (X 500)



Micrographie MEB (X 2000)

**Figure III.1** Structure du matériau à l'état reçu.

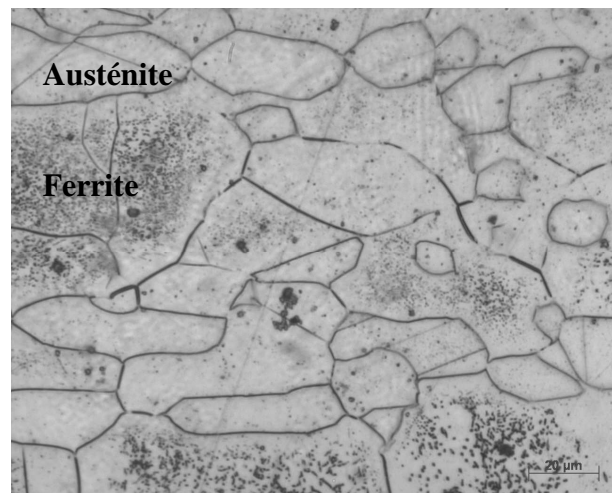
## III.2 Traitement thermique

Une succession de traitement thermique de mise en solution (hypertrempe) et de vieillissement a été effectués selon trois étapes.

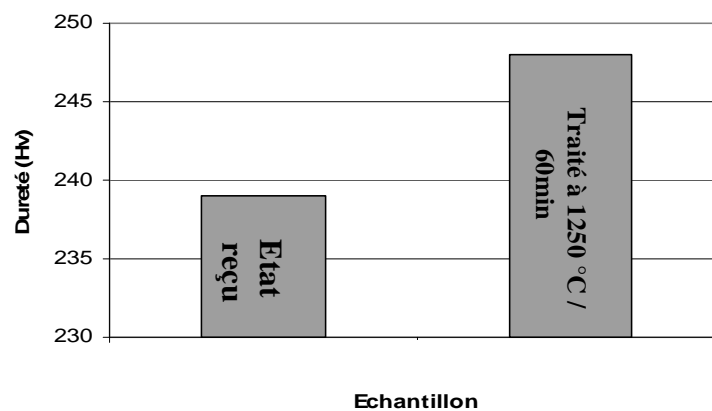
### III.2.1 1<sup>er</sup> Etape : Hypertrempe a partir de 1250 °C

Le premier traitement consiste à étendre les domaines ferritiques en dépend de ceux austénitiques, et grossir les grains ferritiques. Les paramètres choisis pour ce traitement sont une température de 1250 °C avec un temps de maintien 60 minutes. Ce traitement consiste en une mise en solution poussée. Il permet d'obtenir un réarrangement des grains austénitiques et ferritiques en changeant l'équilibre de ces phases et cela en favorisant la dominance de la

phase ferritique par une transformation à l'état solide de l'austénite en ferrite  $\delta$ . Ce traitement provoque aussi un grossissement des grains. La figure III.2 est une micrographie obtenue après ce traitement. Visiblement, la structure est très grossière avec une proportion de ferrite de 70 %. Ce changement structural se répercute par conséquent sur les propriétés mécanique du matériau. La figure III.3 montre une augmentation significative de la dureté. Cette augmentation est due à la proportion de ferrite qui a augmenté de 50% à 70%.



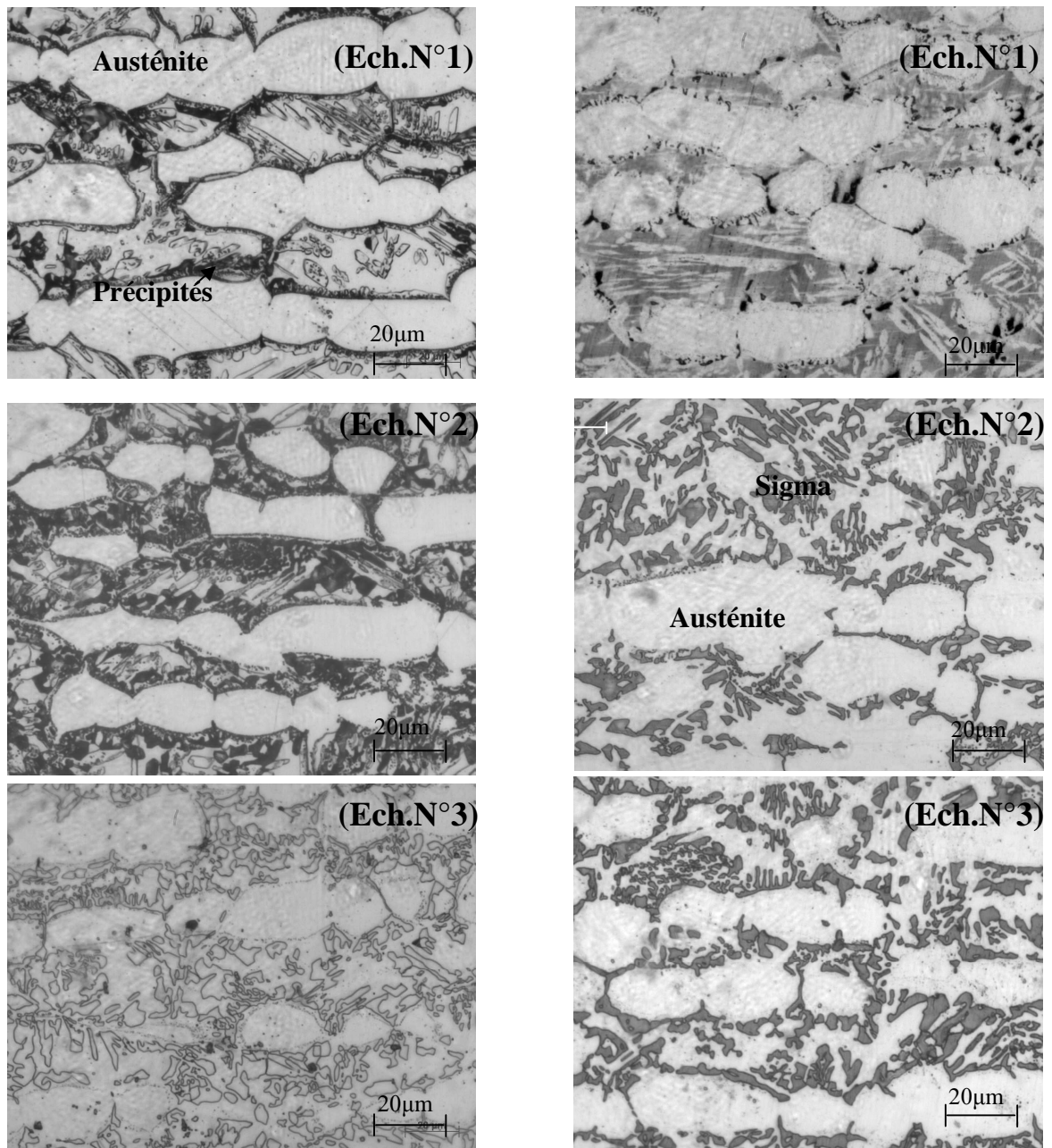
**Figure III.2** Micrographie de l'échantillon après hypertrempe.



**Figure III.3** Dureté du matériau à l'état reçu et après hypertrempe 1250 °C

### III.2.2 2<sup>ème</sup> Etape : Vieillissement à 850 °C

Le deuxième traitement a été choisi en prenant en considération l'aptitude de ces aciers à la précipitation par décomposition de la ferrite en carbures, phases intermétalliques et austénite secondaire. Le but de ce traitement donc d'avoir différents taux de précipités. Les micrographies de la figure III.4 montrent les résultats des traitements de vieillissement effectués à 850 °C pendant les temps de maintien 120, 600 et 1800 minutes. Nous remarquons une décomposition de la ferrite et une formation des précipités préférentiellement au niveau des joints des grains et à l'intérieur des grains ferritiques.



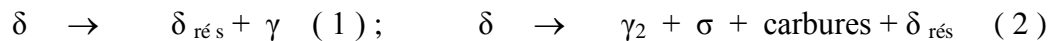
*Solution d'attaque chimique Acide oxalique*

*Solution d'attaque chimique KOH*

**Figure III.4** Micrographies des échantillons N°1, N°2 et N°3 traités à 850 ° pendant 120min, 600min et 1800min respectivement (X500)

Le traitement de vieillissement à 850 ° C a comme avantage la cinétique élevée de la formation de la phase intermétallique sigma et les carbures de Chrome. Les aciers inoxydables duplex sont connue par leur forte aptitude à la précipitation une fois exposée à des températures comprises entre 750 °C et 1000°C, et cela par une transformation structurale et décomposition de la ferrite, dans cette intervalle de température l'austénite ne subit aucune transformation tandis que la ferrite de part l'instabilité thermodynamique au dessous de

1000°C environs et a cause de sa richesse en éléments alphas et sigmagène, elle est le siège d'une transformation structurale et une décomposition selon les réactions suivantes [ 10]



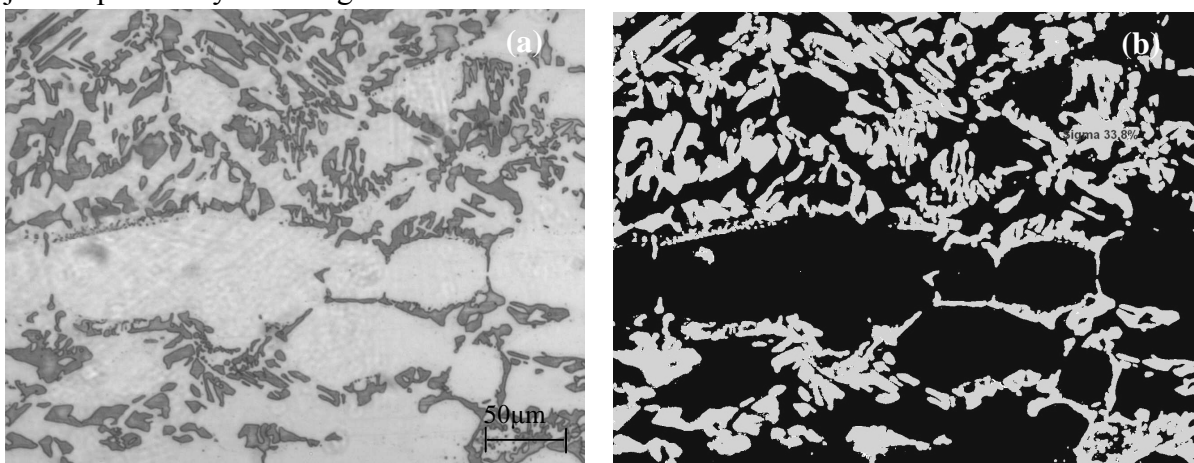
La première équation explique la transformation à l'état solide de la ferrite en austénite. La seconde équation représente le mode de décomposition partiel de la ferrite en donnant naissance aux carbures et aux phases intermétalliques principalement la phase sigma. Ce type de précipités est très riches en éléments alphas tel que le Chrome et Molybdène, comme le montre le tableau III.1. Leur formation entraîne un appauvrissement localisé des régions avoisinantes en ces éléments, ce qui conduit à une possibilité d'apparition d'une austénite secondaire.

	Cr	Ni	Mo	Si	Fe
Austénite	21.77	8.32	2.92	0.47	66.53
Ferrite	25.7	4	2.09	4	67.81
Sigma	29.42	4.21	8.94	0.93	56.51

**Tableau III.1.** Résultats des microanalyses par spectrométrie en dispersion d'énergie

### III.2.2.1 Calcul du taux du précipité sigma

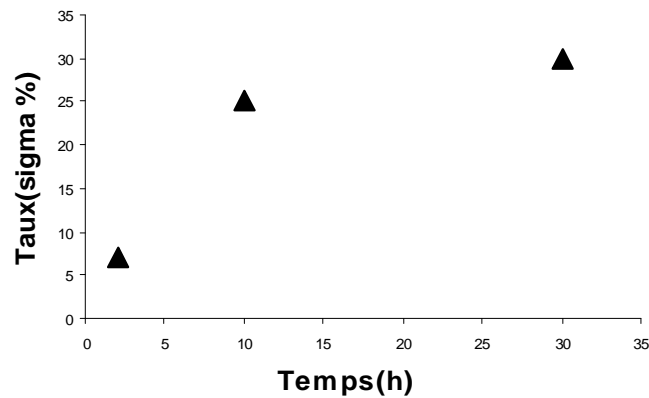
Pour le calcul du taux de phase sigma on a utilisé un logiciel de traitement d'image Atlas, on utilisant des attaques chimique électrolytique permettant une coloration des phases. La phase sigma se distingue par la couleur marron foncé, cette même phase est colorée en jaune après analyse d'image



**Figure III.5** analyse d'image (échantillon traité 1250/60min-850/600min) X200

Pour bien représenter l'évolution de la précipitation on a tracé le graphe suivant :

$$\% \text{ sigma} = f(\text{temps de vieillissement}).$$



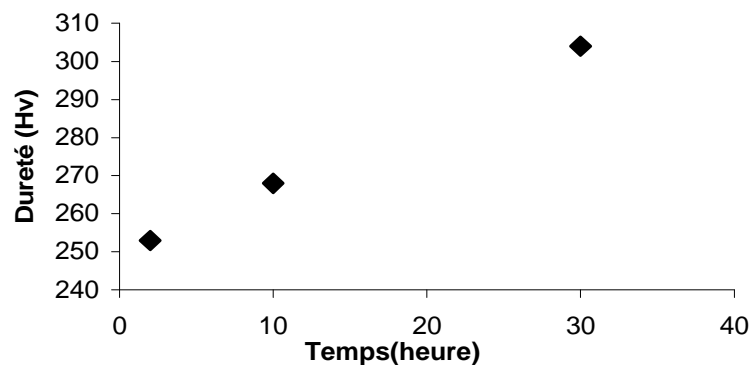
**Figure III.6** Taux de phase sigma en fonction du temps de vieillissement à  $T=850^{\circ}\text{C}$

Ce qui était observable lorsqu'on a augmenté le temps de maintien lors du traitement de vieillissement jusqu'à 30 heures, c'est la fraction volumique des précipités qui a évolué d'une façon rapide entre 2 h et 10 h, puis sa tendance à se stabiliser par la suite comme le montre la figure.

Pour les traitements 10h 30h on remarque que la totalité de la ferrite s'est transformée en précipités, tandis que l'échantillon traité pendant 2 heures (figure III.4 (Ech.N°1)) présente une précipitation au niveau des joints des grains, nous observons également dans la micrographie de la figure III.4 (Ech.N°2) Des grains sous forme de lamelles à l'intérieur de la ferrite il s'agit d'une austénite primaire résultante de l'équation (1).

### III.2.2.2 Essai de dureté

La courbe de la variation de dureté possède une allure similaire que celle de la cinétique de précipitation (figure III.6), l'augmentation de dureté est directement proportionnelle au taux de la phases intermétallique sigma, et cela est dû à l'effet durcissant de cette phase.



**Figure III.7** dureté de Vickers en fonction du temps de chauffage

### III.2.3 3<sup>ème</sup> Etape : Hypertrempe a partir de 1080 °C

C'est la troisième étape de la série des traitements effectués, elle consiste en une nouvelle mise en solution (hypertrempe) à une température qui est recommandée pour conférer à cet acier une meilleure répartition des phases ferrite/austénite avec des proportions optimales. La température de traitement est donc 1080 °C, avec des temps de maintien différents : 10 minutes, 30 minutes, 60 minutes. Le choix de plusieurs temps de maintien pour ce traitement a pour but d'estimer le temps optimal de la mise en solution ultérieure nécessaire.

La mise en solution ou l'hypertrempe à partir de 1080 °C provoque une dissolution des précipités et une transformation inverse des deux équations (1) et (2) citées précédemment. Cette nouvelle transformation suit l'équation (3) suivante : précipité (carbures + sigma) → ferrite  $\delta$  + austénite  $\gamma$ , et elle engendre une nucléation simultanée des deux phases ferritique et austénitique, favorisant une présence ultérieure d'une densité de joints de grains plus importante.

Dans cette partie on repérera les échantillons traités comme suit :

Echantillon N°1: vieillissement 850°C/120min

Echantillon N°2 : vieillissement 850°C/600min

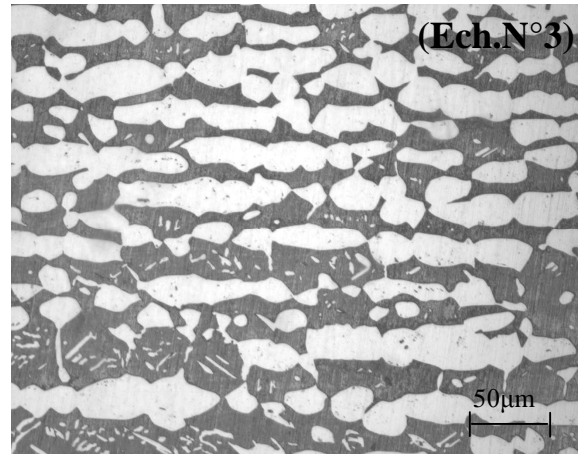
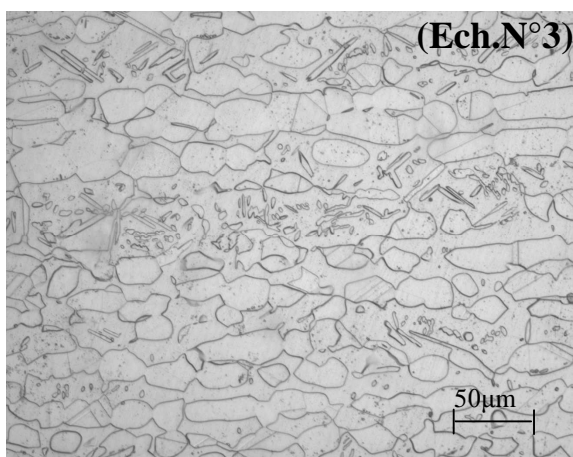
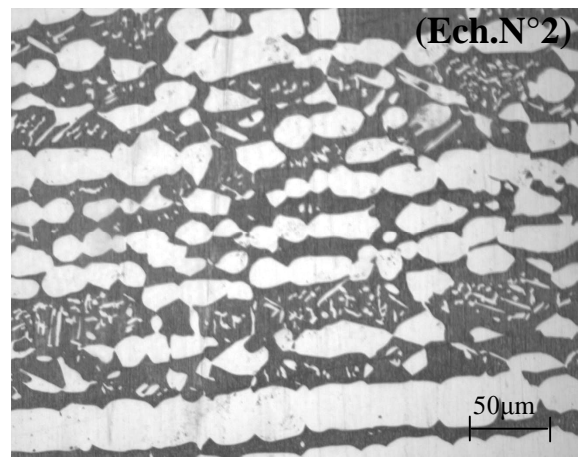
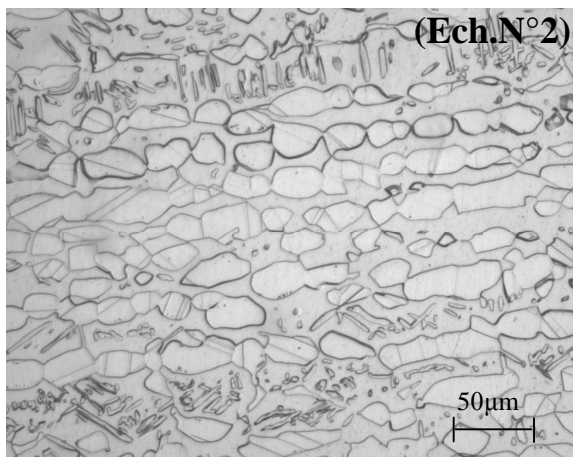
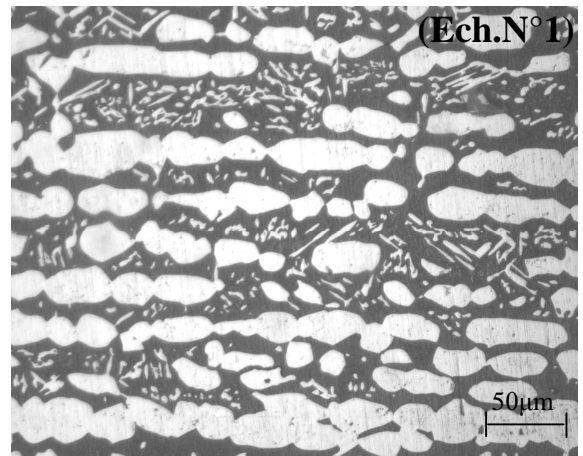
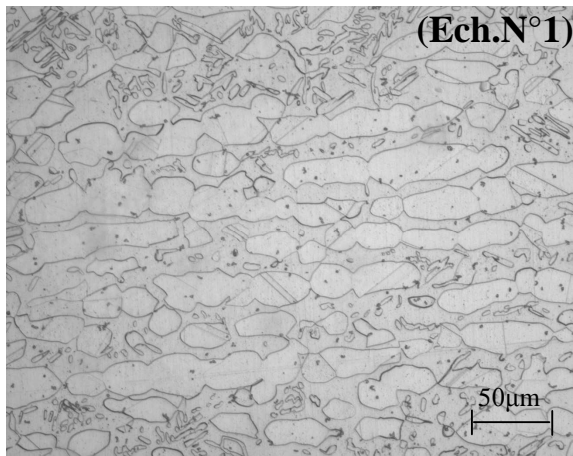
Echantillon N°3: vieillissement 850°C/1800min

Ci-dessous sont montrés les micrographies des échantillons après les traitements d'hypertrempe effectués à 1080 °C. Ce traitement est considéré comme une remise en solution de la structure.

Nous observons l'apparition de nouveau de la phase ferritique après sa disparition presque totale due à sa décomposition lors des traitements de vieillissement. Nous observons également la présence de grain fin austénitique à l'intérieur des bandes de la phase ferritique.



a) Maintien 60 minute à 1080°C

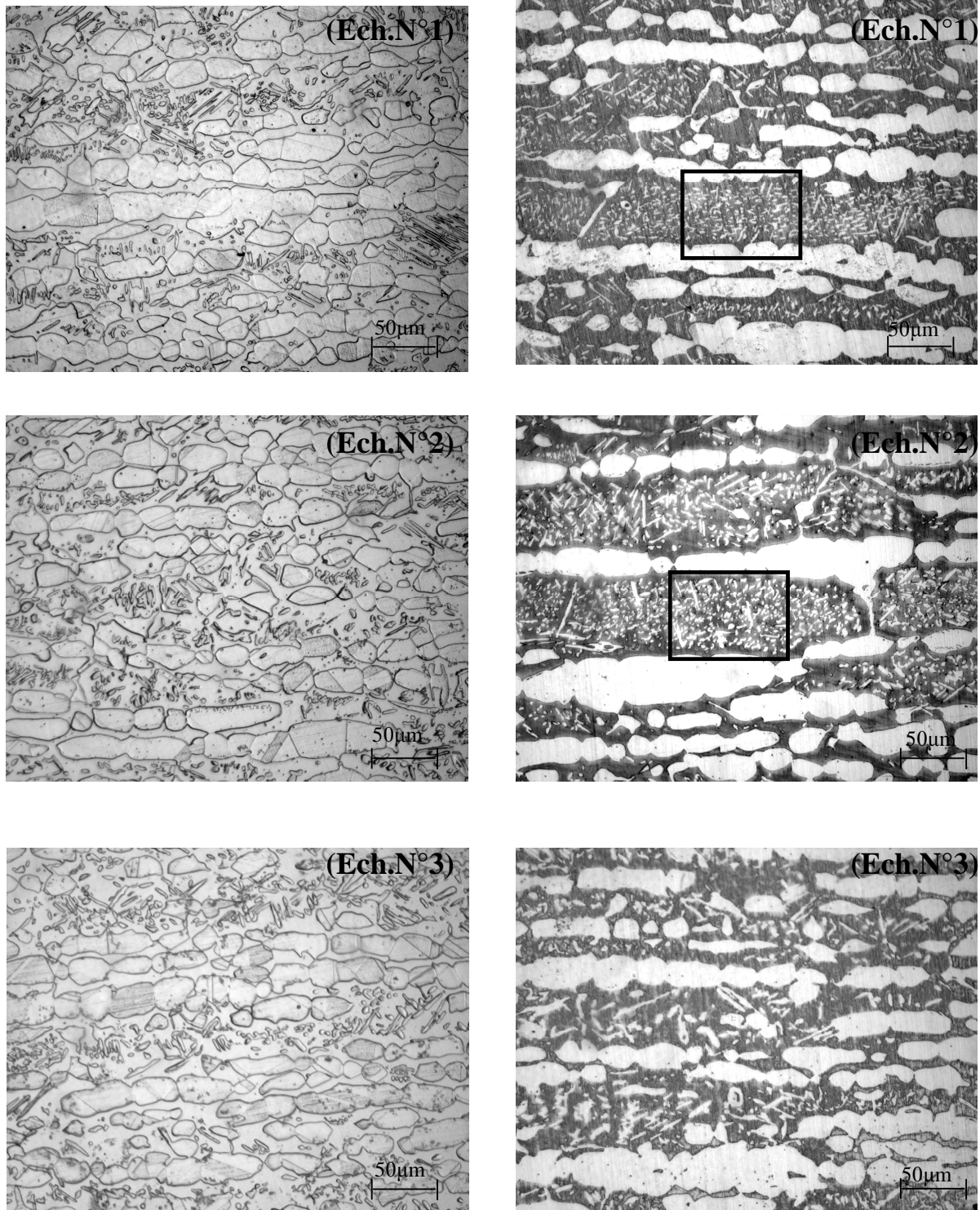


Solution d'attaque chimique Acide oxalique

solution d'attaque chimique KOH

**Figure III.8** Micrographie des échantillons N°1, N°2, N°3 (X200) après traitement à 1080°C/ 60min

## b) Maintien 30minutes à 1080 °C

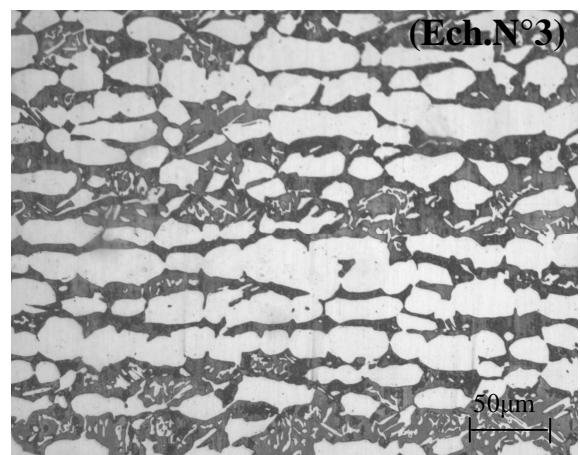
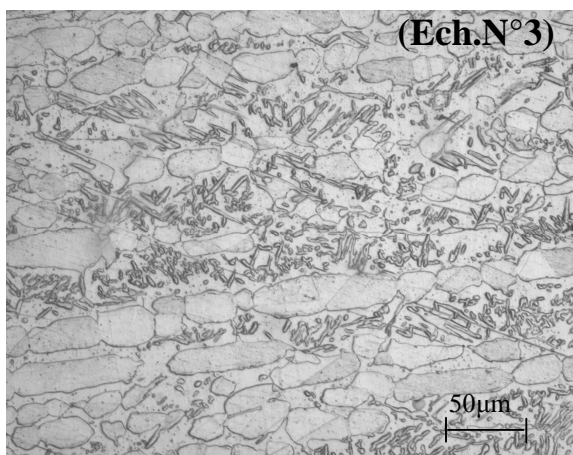
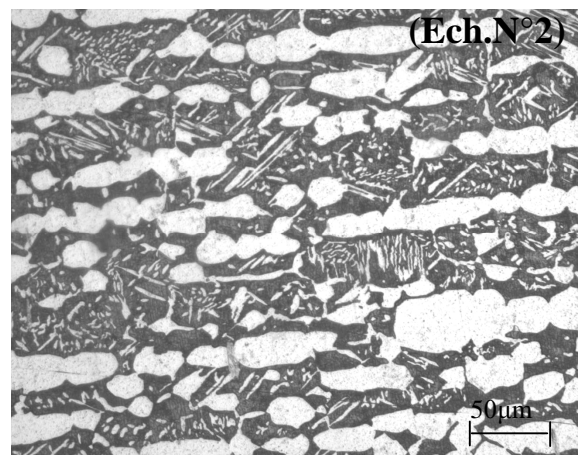
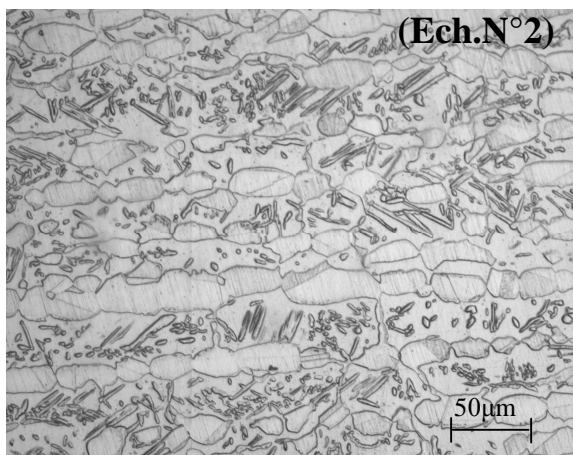
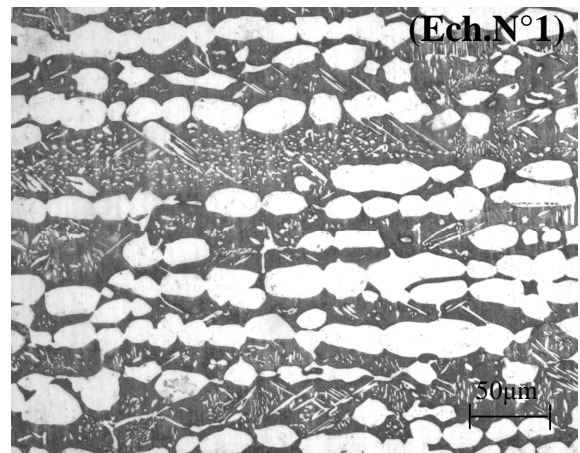
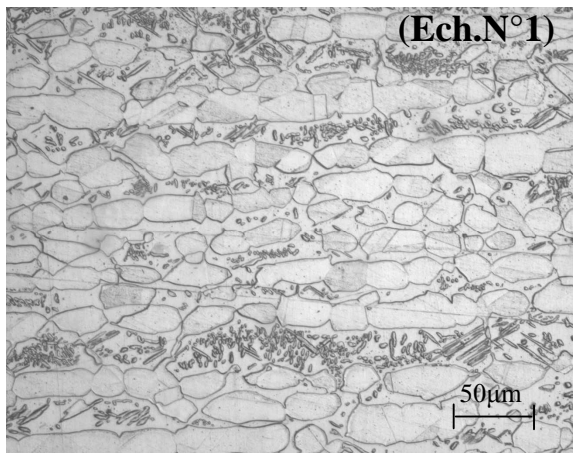


Solution d'attaque chimique Acide oxalique

solution d'attaque chimique KOH

**Figure III.9** Micrographie des échantillons N°1, N°2, N°3 (X200) après traitement à 1080°C/ 30min

## c) Maintien 10 minutes à 1080 °C



Solution d'attaque chimique Acide oxalique

solution d'attaque chimique KOH

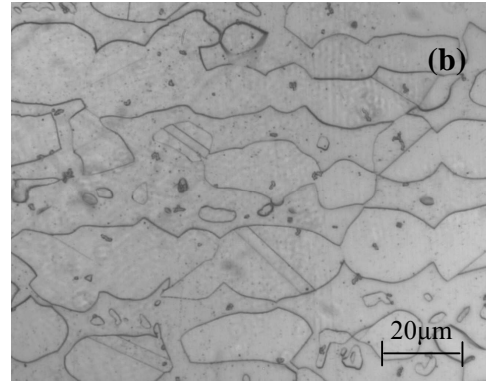
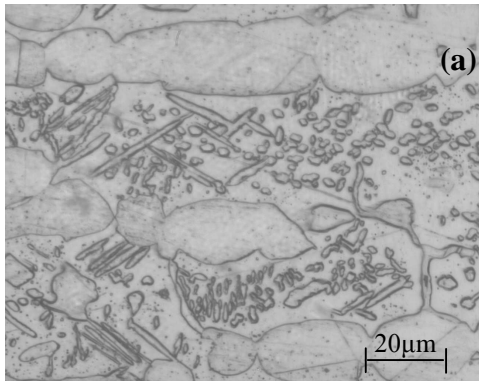
**Figure III.10** Micrographie des échantillons N°1, N°2, N°3 (X200) après traitement à 1080°C/ 10min

Comme mentionné précédemment, dans les aciers inoxydables duplex, c'est la phase ferritique qui est le siège des transformations structurales par traitement thermique. De ce fait un affinement de grains considérable peut être observé principalement dans ces régions. Sur les micrographies des figures III.1, nous observons clairement une répartition nouvelle des deux phases et un affinement des grains ferritique et austénitique localisé.

Si on examine l'effet du temps de maintien nous remarquons une densité des joints des grains ferrite / austénite plus importante pour les échantillons traités pendant 10 minutes et 30 minutes à 1080°C, nous expliquons cela comme suit : à haute température la cinétique de diffusion des éléments est plus rapide, le maintien pendant une durée de 60 minutes peut influencé la répartition des éléments d'additions au sein de la matrice austéno-ferritique.

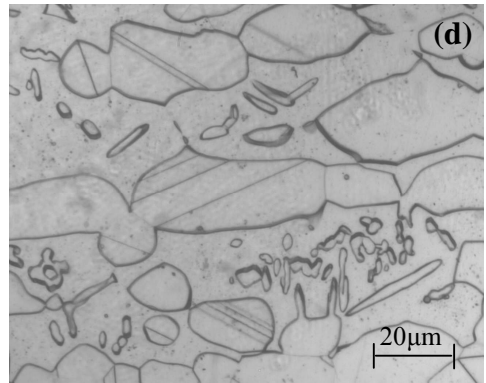
La transformation inverse se produit dans une matrice constituée au préalable d'un agrégat de grains ferritiques et austénitiques. La décomposition des précipités (Carbures et phases intermétalliques) produit de nouveaux grains en multipliant ainsi le nombre des grains et par conséquence densité des interfaces, c'est ainsi qu'on peut expliquer la forte densité de grains observés dans les figure III.9 (Ech.N°1 et Ech.N°2)

Sur les figures III.11 on constate bien les grains austénitiques primaires qui sont resté figé à l'intérieure de la ferrite.



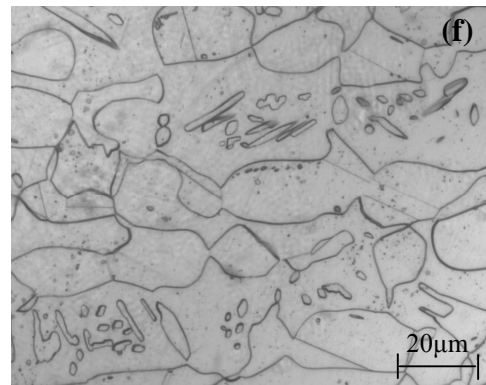
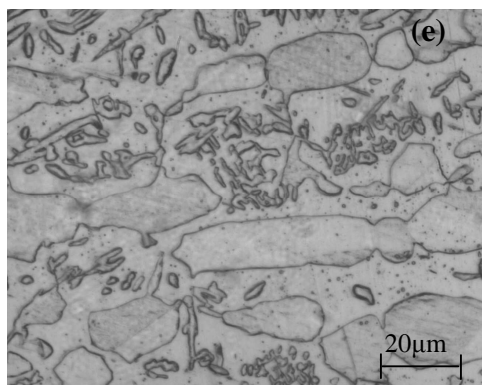
Echantillons N°1

- (a) Maintien 10 min à 1080 ° C
- (b) Maintien 60 min à 1080 ° C



Echantillons N°2

- (c) Maintien 10 min à 1080 ° C
- (d) Maintien 60 min à 1080 ° C

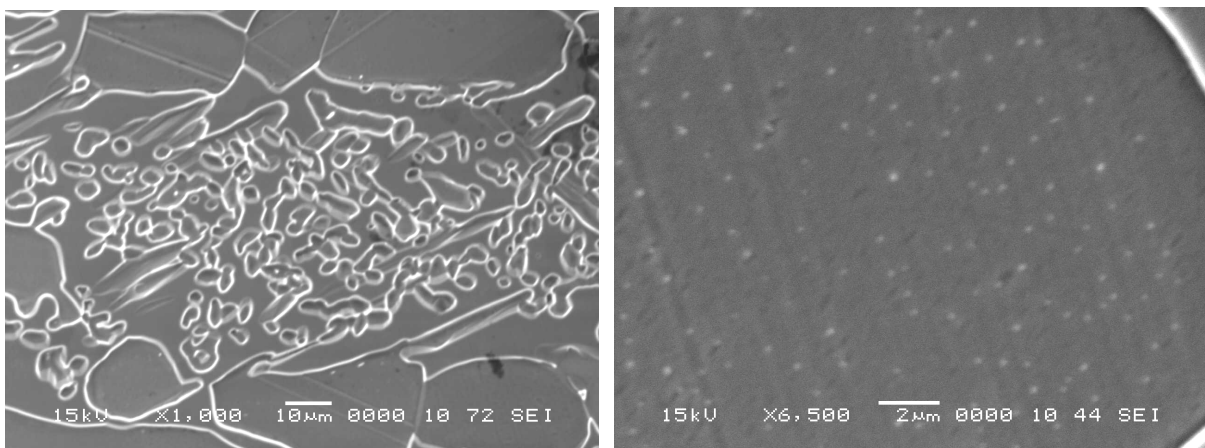


Echantillons N°3

- (e) Maintien 10 min à 1080 ° C
- (f) Maintien 60 min à 1080 ° C

**Figure III.11** Micrographie des échantillons après traitement à 1080 ° C (X500)

En examinant les micrographies MEB présentées ci-dessous, nous apercevons la nouvelle répartition de deux phases ferritique et austénitique figure III.12 (a), d'autre part nous remarquons une présence de particules réparties et dispersées uniformément à l'intérieur des grains figure III.12 (b), et en analysant les diffractogrammes relatifs aux échantillons traités 1080 ° C / 30 min nous déduisons qu'il peut s'agir d'une dissolution incomplète des précipités ; ces particules peuvent être des carbures de Chrome ou des phases intermétalliques non dissoutes, sachant bien que les carbures de Chrome nécessitent des mises en solution dont les températures sont assez élevées et les temps de maintien sont relativement lents.



(a)

(b)

**Figure III.12** Micrographie MEB de l'échantillon N° 3

Après traitement à 1080 ° C / 10 min

Donc pour les échantillons traités 10 et 30 minutes nous ne pouvons pas exclure une présence éventuelle des précipités en traces dans la matrice austéno-ferritique,

Ces faibles quantités des précipités sont considérées comme nuisibles, étant donné leur pouvoir dégradant des propriétés mécaniques et la tenue à la corrosion.

Pour les échantillons traités 60 min à 1080 ° C, la phase sigma a disparu complètement [Voir Diff.(E)], la durée de maintien 60 minutes peut donc être considérée comme suffisante pour accomplir la transformation inverse de la formation des précipités, avec des proportions de phase ferritique et austénitique pratiquement égales. Les rapports entre la proportion de ferrite et la proportion d'austénite ont été calculés après avoir appliqué la technique d'analyse d'image aux différents échantillons. Les résultats sont les suivants :

Echantillon N°1 :  $\% \delta / \% \gamma = 49.8 / 50.2 = 0.99$

Echantillon N°2 :  $\% \delta / \% \gamma = 50.4 / 49.6 = 1.01$

Echantillon N°3 :  $\% \delta / \% \gamma = 47.1 / 52.9 = 0.9$

### III.2.3.1 Diffraction des rayons X :

Sur les diffractogrammes ci-dessous, l'identification des pics a été faite en consultant les fiche ASTM présenté en annexe.

2, 6 : Phase sigma

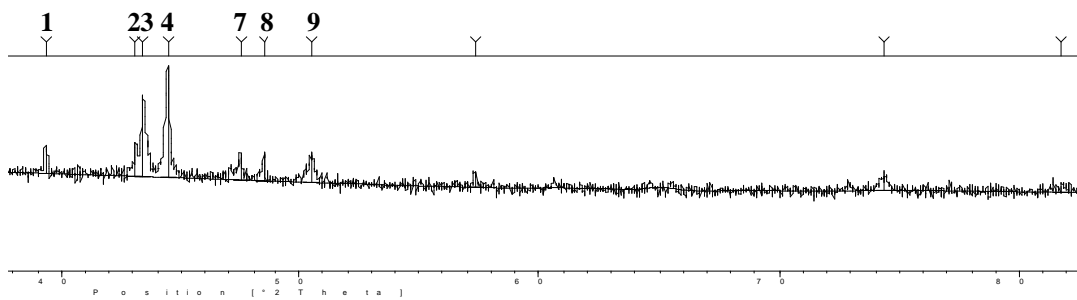
3, 9 : Austénite

4 : Ferrite

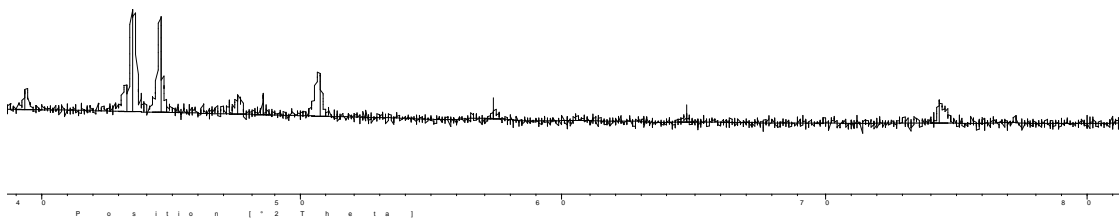
5 : Carbure de Chrome  $Cr_{23}C_6$

Avec l'augmentation du temps de maintien lors du vieillissement [Diff. (A), (B), (C)] il y'a diminution des pics ferrite (1, 4) et augmentation des pique d'austénite (3, 9) avec apparition d'autres piques relatives précipité (5, 6)

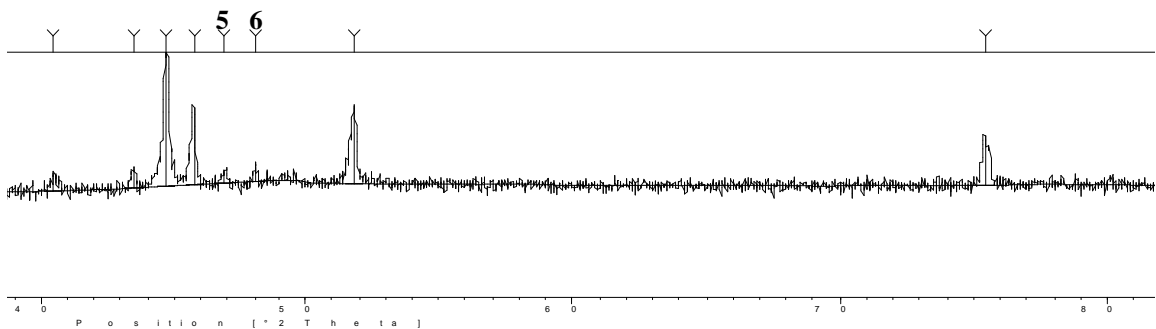
Le diffractogramme (E) montre une absence des piques des précipités et le rétablissement des deux phases ferrite / austénite



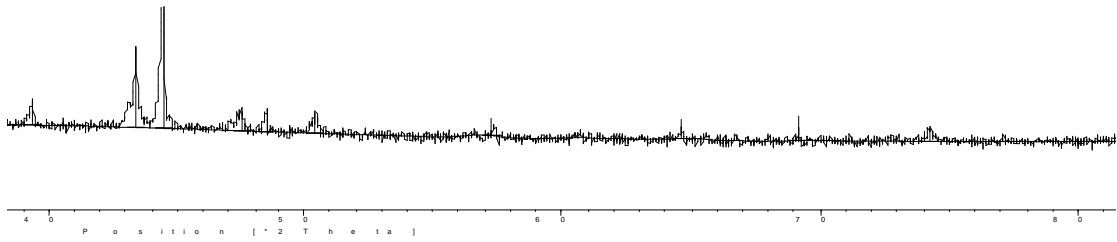
A) 1250 ° C/60minutes - 850 ° C/120 minutes



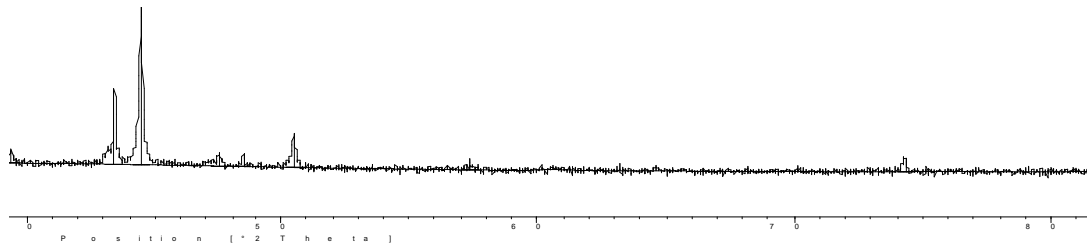
B) 1250 ° C/60 minutes - 850 ° C/600 minutes



C) 1250 ° C/60 minutes - 850 ° C/1800 minutes



D) 1250 ° C/60 minutes – 850 ° C/1800 minutes – 1080 ° C/30min



E) 1250 ° C/60 minutes – 850 ° C/1800 minutes – 1080 ° C/60min

### III.2.3.2 Essai de durezza

Les trois histogrammes représentés dans la figure III.12 Varient autour d'une valeur commune, environs 240 Hv. Et c'est la valeur de durezza du matériau à l'état reçu. Nous constatons que la propriété de durezza après la remise en solution à 1080°C est devenue identique et similaire dans tous les échantillons quelque soit le taux des précipités obtenus après vieillissement.

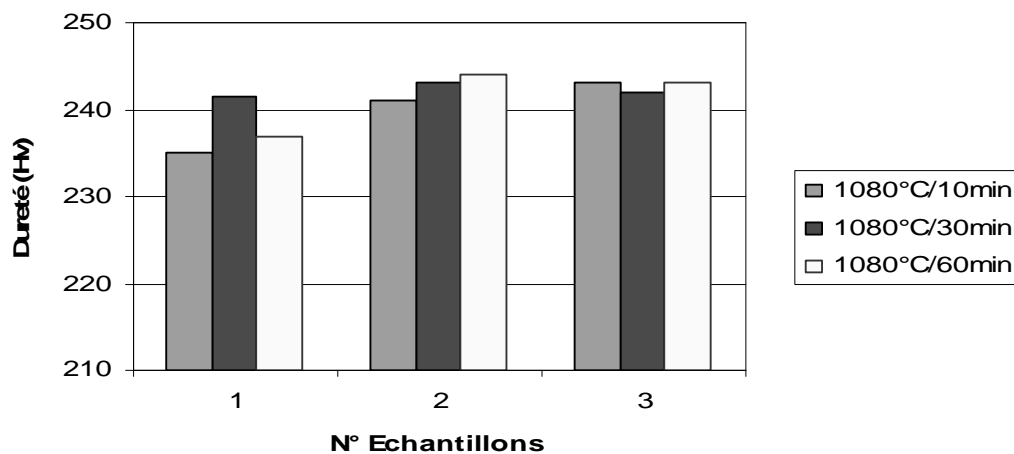


Figure III.12 Durezza des échantillons N°1, N°2 et N°3 après le traitement à 1080°C



## Conclusion

---

Dans cette étude nous avons réaliser une succession de traitement thermique de mise en solution et de vieillissement, permettant d'altérer l'équilibre structural de l'acier inoxydable duplex 2005, et de retrouver de nouveau ou de se rapprocher le plus possible des propriété structural de l'acier à l'état reçu.

En conclusion, après ses série des traitements réaliser dans ce projet et les résultats obtenus par les différentes méthodes de caractérisations on peut tirer les points suivants :

Il y a une transformation de phase à des températures supérieurs à 1050°C (à 1250°C), cette transformation est accompagné avec un changement de proportion de phase (déséquilibre des phases austénite/ferrite), où le taux de ferrite augmente et celui de l'austénite diminue car la ferrite est la plus stable dans cette gamme de températures (l'austénite se transforme en ferrite), cette transformation à engendré un important grossissement des grains en particulier celles de la ferrite.

Une Aptitude a la précipitation et a la formation des phases intermétalliques à 850°C. La proportion de la phase sigma après 10 h de vieillissement est 30% ce qui correspond a un taux de transformation de 60% de la ferrite.

Pour La remise en solution à 1080°C, les résultats montrent toujours une présence des précipités après 10, 30minutes de maintien. Le temps qui est estimé meilleur est 60minutes.

L'affinement des grains à eu lieu principalement au niveau de la ferrite et c'est du à la germination simultanées de la ferrite et de l'austénite lors de la dissolution des intermétallique.

Pour des études ultérieures on propose de faire des traitements de mise en solution et de vieillissement à d'autres températures et pour d'autre temps de maintien.

## Références

---

- [1] GUY DAVID, les aciers inoxydables, 1990
- [2] Curtis W. Kovach, High-performance stainless steels p 9-15
- [3] P-Jean CUNAT technique de l'ingénieur M4540 p1-17 2005.
- [4] B. LEFFLER, STAINLESS-stainless steels and their properties p 1-45
- [5] P-Jean CUNAT, technique de l'ingénieur M4541 p24-31 2005
- [6] ROBERT N GUNN, duplex stainless steels, p24-79 1997
- [7] P. GUMPEL, G. CHILBEC, Thyssen Edest, Tech.Ber, Vol 11, p 3-8, 1985
- [8] P. SCHWAB, Sonderbande der Praktischen Metallography, Vol 14, p 435-444, 1985.
- [9] J.BÉNARD métallurgie general, 1969
- [10] Zh.L. JIANG, Grain refinement of Cr25Ni5Mo1.5 duplex stainless steel by heat treatment 2003
- [11] H. SASSOULAS technique de l'ingénieur M1160 p1-8 2005

# Annexe

## IDENTIFICATION (DOCUMENTS ASTM)

### Ferrite

<p>Fe</p> <p>Iron, sgn / Iron ferrite</p>	<p>Lattice : Body-centered cubic</p> <p>S.G. : Im3m (229)</p> <p>a = 2.86640</p>	<p>Mol. weight = 55.85</p> <p>Volume [C<sub>0</sub>] = 23.55</p> <p>Dx = 7.875</p>	<p>Z = 2</p>
<p>COLOR : Gray, light gray/metallic</p> <p>GENERAL COMMENTS : Total impurities of sample &lt;math&gt;\leq 0.0013\%&lt;/math&gt; each metals and non-metals.</p> <p>TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C.</p> <p>SAMPLE PREPARATION : The iron used was an exceptionally pure rolled sheet prepared at the NBS, Gaithersburg, MD, USA, [Moore, G. J., Met., 5 1443 (1953)]. It was annealed in an H<sub>2</sub> atmosphere for 3 days at 1100 C and slowly cooled in a He atmosphere.</p> <p>GENERAL COMMENTS : gamma-Fe (fcc) = (1390 C) delta-Fe (bcc).</p> <p>GENERAL COMMENTS : Opague mineral optical data on specimen from Meteorite: RR2Re= 57.7, Disp.=16, VHN=158 (mean at 100, 200, 300), Color values= 311, 316, 57.9, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF.</p>			

Z01	I	n	K	I
44.674	100	1	1	0
66.023	20	2	0	0
82.335	30	2	1	1
98.949	10	2	2	0
116.390	12	3	1	0
137.144	6	2	2	2

CAS: 7439-89-6

\*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 0, page 3, (1955) primary reference :

(Fe, C)

Iron austenite

<i>2ln</i>	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
43.473	100	1	1	1
50.674	80	2	0	0
74.679	50	2	2	0
90.676	80	3	1	1
95.944	50	2	2	2
117.716	30	4	0	0

Lattice : Face-centered cubic

Mol weight = 562.67

S.G. : Fm3m (225)

Volume [CD] = 46.66

a = 3.60000

Dx = 7.730

Z = 0

### Austénite

GENERAL COMMENTS : Density 8.0 was calculated for 0.75 wt. % C.  
 GENERAL COMMENTS : Material: 13/12 type of stainless steel.  
 GENERAL COMMENTS : The lattice-dimension allows for variations observed.  
 GENERAL COMMENTS : Approximately correct for austenite in most stainless steels.  
 ADDITIONAL PATTERN : To replace 23\_298.  
 DELETED AND REJECTED BY : Delete: 33-397 is better, WFM 11/98.

\*Metallurgia, volume 40, page 103, (1949) primary reference :  
 Goldschmidt:

Pattern : 5-708

Radiation = 1.540600.

Quality : Not indexed

Fe Cr  
Chromium Iron

Lattice : Tetragonal  
S.G. : P42/mmm (136)

a = 8.79950

c = 4.54420

Mol. weight = 107.84  
Volume [c.c.] = 351.86  
Dx = 7.634

Z = 15

FOOTNOTE FOR D-SPACINGS AND INTENSITIES : 1 A1-A2 doublet resolved.

2 $\theta$	I	h	k	l
39.838	10	0	0	2
42.444	100	4	1	0
43.849	80	3	0	0
44.950	60	2	3	0
46.184	80	4	2	0
47.098	100	4	1	1
48.459	80	3	2	1
49.786	10	4	2	0
52.070	10	4	3	2
55.151	1	3	2	1
56.103	1	4	3	1
57.129	1	5	1	0
67.307	1	6	2	2
70.969	1	5	2	2
75.515	10	5	3	0
76.517	10	5	5	0
77.103	40	4	1	3
78.001	20	3	3	2
79.157	40	7	5	0
79.950	10	5	2	1
81.007	10	6	4	2
81.757	10	5	4	2
82.438	40	7	2	1
85.202	40	5	1	3
100.212	20	8	3	1
102.027	5	8	5	0
103.187	20	8	4	3
106.399	10	5	5	3
111.123	5	7	6	1
121.936	1	6	2	4
132.990	1	9	5	1
136.618	80	10	3	1
139.518	20	8	3	2
141.068	10	10	4	0
142.896	20	9	6	0
148.171	40	9	6	1
150.255	40	11	1	0
156.351	60	10	5	0
157.789	60	4	5	5
162.858	80	5	5	5
167.373	40	5	5	5

Phase Sigma

\*Private Communication, primary reference :  
Bergman, G., California Institute of Technology, Pasadena, California, USA.

# Carbures de Chrome Cr<sub>23</sub> C<sub>6</sub>

Pattern : 35-733

Radiation = 1.540600

Quality : High

Cr<sub>23</sub> C<sub>6</sub>  
Chromium Carbide

Lattice : Face-centered cubic  
S.G. : Fm3m (225)  
a = 10.65990

Z = 4

Mol. weight = 1267.97  
Volume [c.c.] = 1211.32  
Dx = 6.953

SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : The sample was obtained from CERAC, Incorporated, Milwaukee, WI.  
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : USA.  
ANALYSIS : Spectrographic analysis (wt. %, CERAC, Incorporated): Al, Fe, Si 0.1; Mo 0.08; Mg 0.07; V 0.01;  
Ti 0.008; Ni 0.003; Ca, Cu 0.002.  
TEMP. OF DATA COLLECTION : The mean temperature of data collection was 24.0 C.  
ADDITIONAL PATTERN : To replace 14-407.  
COLOR : Gray

2θh	I	h	k	l
14.395	1	1	1	1
27.737	1	3	1	1
28.993	1	2	2	2
33.591	4	4	0	0
36.724	1	3	3	0
37.718	23	4	2	0
41.461	24	4	2	2
44.097	100	5	1	2
48.266	20	4	4	0
50.625	22	5	3	1
51.388	12	6	0	0
54.362	2	6	2	0
56.552	2	5	3	3
57.298	6	6	2	2
62.120	1	5	5	2
62.120	1	6	4	0
62.786	1	6	4	0
70.622	2	8	0	0
73.146	2	8	2	0
75.654	12	8	2	2
77.490	6	7	5	1
78.096	15	6	6	2
80.516	2	8	4	0
82.367	4	9	4	1
87.160	1	9	3	1
90.157	6	8	4	1
91.959	3	7	7	4
94.945	1	10	2	1
97.322	1	10	2	0

CAS : 12105-81-6

\*Nat'l. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 21, page 62, (1984) primary reference :