

République Algérienne Démocratique et Populaire

**Ministère de l'Enseignement
Supérieur et de la Recherche
Scientifique**

Ecole nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

وزارة التعليم العالي
و البحث العلمي
المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

Département de métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

Thème

**CINETIQUE DE PRECIPITATION
DE LA PHASE SIGMA DANS LES
ACIERS INOXYDABLES DUPLEX**

Réalisé par :
BOUCHAIR FARES

Codirigé par :
R.BADJI

Proposé et dirigé par :
Pr M. BOUABDALLAH

Juin 2008.

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تشخيص ظاهرة ترسب الطور سيغما (σ) في الفولاذ الغير قابل للتأكسد الاستينوفيريكي 2205. لأجل ذلك قمنا بتحضير عدة عينات من هذا الحديد التي تعرضت إلى معالجة حرارية تتمثل في التسخين إلى درجتين حراريتين مختلفتين (1050°C , 1150°C) ثم تمت سقايتها بالماء ثم إعادة تسخينها من جديد عند درجة حرارة 750°C .

بعدها تعرض هذه العينات إلى إعادة التسخين عند درجة حرارة 750°C م ولأزمنة مختلفة تتبعنا التغيرات التي طرأت على كمية سيغما (σ) التي تتربص بتغير نسبة الطور ديلتا و بدلالة الزمن, ومدى تأثير ظاهرة الترسب هذه على صلابة الفولاذ الغير قابل للتأكسد 2205. كلمات مفتاحيه: الطور سيغما, الحديد الغير قابل للتأكسد الاوستينوفيريكي, الطور ديلتا, صلابة, معالجة حرارية.

Résumé

L'objectif de ce travail est l'étude de la cinétique de précipitation de la phase sigma dans les aciers inoxydables austénoferritique 2205. Pour cela on a préparé plusieurs échantillons hypereffortés à 1050°C et 1150°C puis revenus à 750°C .

Après le revenu de ces échantillons à 750°C pendant des différentes durées, on suivra donc le taux de la phase sigma qui se précipite en fonction de l'évolution du taux de la ferrite et en fonction du temps, et l'effet de cette précipitation sur la microdureté .

Mots clefs: phase sigma, aciers inoxydable austénoferritique, phase delta, dureté, traitement thermique.

Abstract

The objective of this work is the study of the kinetics of precipitation of the sigma phase in duplex stainless steels 2205. For that we prepared several samples of this steel quenching from 1050°C and 1150°C , then tempered at 750°C .

After tempering these samples with 750°C and in the different duration, we follow the evolution of the sigma phase that precipitate depending on the evolution of ferrite and according to time, and the effect of this precipitation on the micro hardness.

Key words: sigma phase, duplex stainless steels, delta phase, hardness, heat treatment.

DEDICACES

Je dédie ce travail :

A mon père et ma mère.

A mes frères et sœurs

A toute ma famille

A tous mes amis.

Remerciements

Je remercie tout d'abord le Dieu le tout puissant de m'avoir donné la foi, la volonté et le courage afin d'arriver à faire ce modeste travail.

J'exprime toute ma gratitude à mon directeur de projet, Monsieur Pr. Mabrouk BOUABDALLAH pour avoir encadré et dirigé mon projet de fin d'études.

Je remercie mon copromoteur Mr Rjad BADJI chargé de recherche au CSC qui m'accueilli dans le centre.

Je remercie Mr T.DIB qui m'accueilli dans le centre de recherche. C.R.E.D.E.G.

Je remercie le président et les membres de jury pour l'évaluation de ce travail.

Je voudrais aussi remercier tous les enseignants du département de métallurgie.

Enfin, nous remercions tous nos amis, sans exception et sans distinction, pour leur présence et leur soutien.

Merci à tous.

Sommaire

| | |
|---|----|
| Introduction générale | 1 |
| Chapitre. I: Les aciers inoxydables | 4 |
| I.1 Introduction | 4 |
| I.2 Les éléments d'alliage | 5 |
| I.2.1 Influence des éléments d'addition sur les propriétés des aciers inoxydables..... | 6 |
| I.3 Diagramme d'équilibre des phases..... | 7 |
| I.3.1 Système Fe-Cr. | 7 |
| I.3.2 Système Fe-Ni. | 8 |
| I.3.3 Système Fe-Cr-Ni..... | 9 |
| I.3.4 Les équivalents en chrome et au nickel..... | 10 |
| I.5 Aciers inoxydables austéno-ferritiques..... | 10 |
| I.5.1 Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-Ni..... | 11 |
| I.5.2 Composition chimique des aciers inoxydables duplex..... | 12 |
| I.5.3 Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex..... | 12 |
| I.5.4 Propriétés physique des aciers inoxydables duplex..... | 13 |
| I.6 Sensibilité à la corrosion..... | 13 |
| I.6.1 Corrosion intergranulaire..... | 14 |
| I.6.2 Corrosion sous tension..... | 14 |
| I.6.3 Corrosion par piqûre..... | 14 |
| Chapitre. II :phénomène de précipitation | 16 |
| II.1 Introduction..... | 17 |
| II.2 Evolution structurales des aciers inoxydables duplex | 17 |
| II.2.1 Transformation à température supérieure à 1050°C | 18 |
| II.2.2 Transformation à température entre 600 et 1050°C..... | 18 |
| II.2.2.1 Précipitation des carbures et des nitrures : | 19 |
| II.2.2.2 formation des composés intermétallique | 20 |
| II.2.2.2.1 la phase sigma | 21 |
| II.2.2.2.2 la phase laves | 22 |
| II.2.3 Transformation à température inférieure à 600°C..... | 22 |
| II.3 Le soudage des aciers inoxydables duplex 23 II.3.1 La précipitations au niveau la zone affectée thermiquement..... | 24 |

| | |
|---|-----------|
| Chapitre III: La germination et la croissance..... | 27 |
| III.1 Introduction..... | 28 |
| III.2 La germination dans les solides..... | 28 |
| III.2.1 La germination homogène..... | 28 |
| III.2.2 La germination hétérogène..... | 29 |
| III.2.3 Germination hétérogène aux joints de grains..... | 29 |
| III.2.4 Germination dans les dislocations..... | 31 |
| III.3 Croissance des précipités..... | 31 |
| III.4 Modification des équations de JOHNSON-MEHL-AVRAMI..... | 35 |
| III.4.1 Détermination des paramètres de la transformation..... | 36 |
| Chapitre Techniques expérimentales IV..... | 37 |
| IV.1 Introduction..... | 38 |
| IV.2 La composition chimique..... | 38 |
| IV.3 Traitement thermique | 38 |
| IV.3.1 Trempe..... | 39 |
| IV.3.2 Le revenu..... | 40 |
| IV.4 La métallographie..... | 41 |
| IV.5 Observation microscopique..... | 43 |
| IV.6 Traitement d'image..... | 44 |
| IV.7 Teste de la dureté..... | 46 |
| Chapitre V : Résultats et interprétation. | 47 |
| V.1 Evolution structurale de l'acier lors des traitements thermiques..... | 48 |
| V.1.1 Hypertrempe | 48 |
| V.1.2 Les traitements de revenus..... | 49 |
| V.1.3 Interprétation des résultats obtenus par l'analyse d'image | 51 |
| V.2 Cinétique de précipitation de la phase sigma..... | 52 |
| V.2.1 Etude de la cinétique de la phase sigma par analyse métallographique..... | 52 |
| V.2.2 Etude de la cinétique de la phase sigma par évolution de la micro dureté Vickers..... | 55 |
| V.3 Modification des équations de J.M.A..... | 56 |
| V.3.1 les courbes d'évolution modifiant pour les méthodes d'identification..... | 56 |
| V.3.2 Evolution de la vitesse de précipitation de la phase sigma par les deux méthodes..... | 59 |
| V.3.3 Effet de la température d'hypertrempe sur les courbes d'évolution..... | 60 |

Introduction générale

La propriété principale qui définit les aciers inoxydables est leur résistance à la corrosion qui en fait des matériaux de choix pour les industries de la chimie, de la pétrochimie, de la pâte et du papier, de la production d'énergie, de l'agro-alimentaire, de l'eau, de la construction et du génie civil. Cette résistance à la corrosion est liée à leur teneur élevée en chrome (de 10 à 30 %) et renforcée par des additions de molybdène (jusqu'à 7 %) et d'autres éléments d'alliage comme le tungstène, le cuivre, le nickel, l'azote... Le nickel et l'azote sont utilisés pour renforcer la structure des aciers inoxydables austénitiques car ils jouent souvent un rôle positif sur leur tenue à la corrosion, à la différence du carbone.

Les aciers inoxydables duplex présentent des très bonnes propriétés, une bonne résistance à la corrosion, une ténacité très intéressante, une très bonne soudabilité. Ces propriétés sont dues à la double structure austénitique et ferritique avec des fractions équivalentes. Ils ont des propriétés intermédiaires entre les aciers austénitiques et les aciers ferritiques. Malgré ces propriétés intéressantes des aciers inoxydables duplex, ils présentent un problème de fragilisation quand ils sont exposés à l'intervalle de température comprise entre 600 et 1000°C, à cause de la précipitation des phases secondaires qui font détruire ces propriétés.

Nous avons étudié ces phénomènes de précipitation et nous sommes basés particulièrement sur la phase intermétallique sigma. Cette phase précipite dans les aciers inoxydables duplex lorsqu'ils sont dans l'intervalle de température comprise entre 600 et 1000°C. On a utilisé dans notre étude l'acier inoxydable austéno-ferritique 2205, qui a subi des traitements thermiques. Après on a préparé les échantillons pour étudier la cinétique de précipitation et en tirer des images. Ces images sont traitées par un logiciel de traitement d'image **IMAGE J** pour calculer le taux de la phase sigma.

Pour réaliser ce travail on a adapté un plan de travail qui contient une recherche bibliographique et une partie expérimentale.

- Le premier chapitre présente les aciers inoxydables en générale et leurs additions et les aciers inoxydables duplex en particulier et leurs propriétés intéressantes.
- Dans le deuxième chapitre nous avons présenté les changements structuraux des aciers inoxydables duplex pendant les traitements thermiques et pendant l'opération de soudage.

- Le troisième chapitre est réservé pour les cinétiques de précipitation des phases, la germination hétérogène et les équations de JOHNSON MIHL-AVRAMI.

Pour la partie expérimentale :

- Le premier chapitre présente les techniques expérimentales, la préparation des échantillons les traitements de vieillissement et l'analyse d'image et la dureté
- Dans le dernier chapitre nous avons regroupé les résultats et leurs interprétations.

Chapitre. I

Les aciers inoxydables.

1-Introduction.

2-Les éléments d'alliage.

3-les aciers inoxydables duplex

I.1 Introduction

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer (alliage : fer-carbone) qui doivent contenir au moins 10,5 % de chrome et des éléments d'alliage comme : le nickel, le molybdène, le silicium, Titane, Niobium, le vanadium ...etc. Ces éléments d'alliage ont pour but d'améliorer les propriétés de l'acier en générale. Selon les teneurs en éléments d'alliage on obtient différents types d'aciers inoxydables. La principale propriété des aciers inoxydables est leur excellente résistance à la corrosion. Cette propriété donne au matériau une durée de vie quasi exceptionnelle dans la très grande majorité des milieux. A cette propriété fondamentale, s'ajoutent les caractéristiques mécaniques intéressantes comme la résistance mécanique, la ductilité et la ténacité. L'acier inoxydable est donc considéré comme le matériau de choix dans les domaines pétrolier, alimentaire, médical, ménager et nucléaire [1].

I.2 Les éléments d'alliage

Le chrome est l'élément d'alliage le plus important pour les aciers inoxydables. Au-delà de 12%, il confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion. De plus, il existe un certain nombre d'autres éléments d'alliage ayant une certaine importance. Ils influent plus au moins sur la structure de l'acier selon leur nature et quantité. Cette structure effectue deux formes différentes. Le fer non allié est constitué à la température ambiante (20°C) de fer cubique centré (α) qui se transforme en fer cubique à faces centrées (γ) au dessus de 906°. A partir de 1390°C jusqu'à 1539 il se transforme en fer delta (δ). La figure I.1 présente le diagramme d'équilibre Fe-C [1].

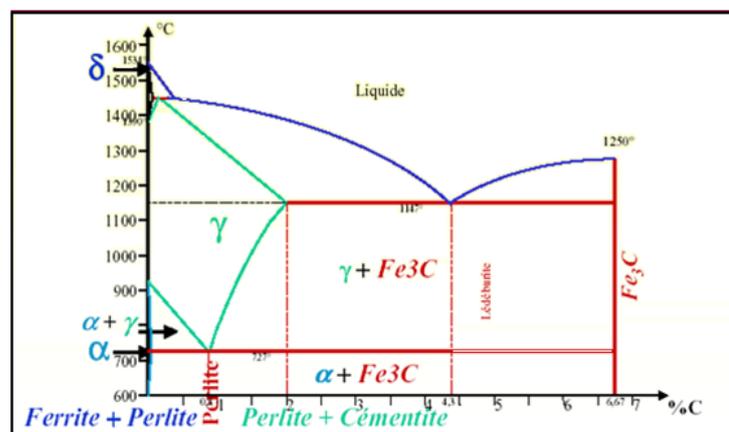


Figure I.1. Diagramme d'équilibre Fe-C.

La figure I.2 représente l'influence du chrome sur la quantité de matière perdue. D'après le digramme (figure I.2), la quantité de matière perdue tend vers zéro quand le taux du chrome attend 12%.

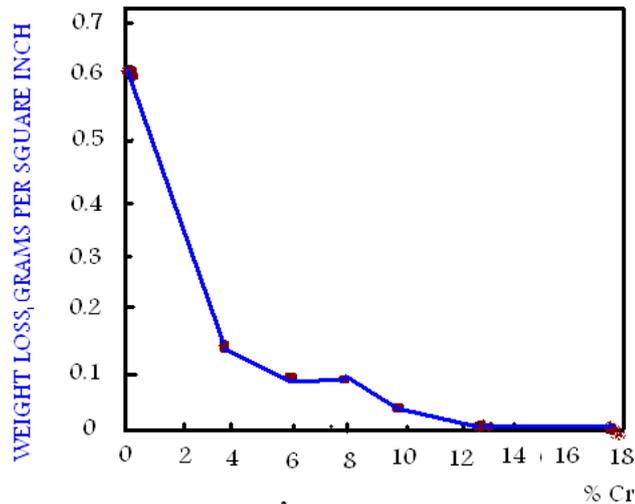


Figure I.2 : Influence du chrome sur la corrosion atmosphérique de l'acier [2].

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-carbone. Ils peuvent être regroupés en deux familles :

La première est la famille des éléments alphagènes. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique centrée. Ce sont notamment : le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.

La seconde est la famille des éléments gammagènes. Ils favorisent à la température ambiante la structure cristallographique cubique à faces centrées. Ce sont notamment : le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt et le manganèse.

I.2.1 Influence des éléments d'addition sur les propriétés des aciers inoxydables.

Tableau I.1 : les éléments d'alliages et leurs effets sur les propriétés des aciers inoxydables [3].

| Eléments | Teneur (%massique) | Effets sur les propriétés d'emploi |
|-------------------|--------------------|--|
| Chrome | 10-30 | Alphagène. Essentiel à la tenue à la corrosion générale et localisée dans la plupart des milieux. Améliore la tenue à l'oxydation à haute température. |
| Molybdène | ≤ 7 | Alphagène. Améliore la tenue à la corrosion localisée. Augmente la résistance au fluage. Augmente la résistance à la fissuration à chaud du soudage. |
| Titane Niobium | ≤ 1 | Alphagènes. Accroissent la résistance à la corrosion intercrystalline en piégeant le carbone libre. Parfois utilisés comme éléments durcissant. Le niobium accroît le risque de fissuration à chaud au soudage. |
| Nickel | 0-50 | Gammagène. À teneur élevée, augmente la résistance à la corrosion sous contrainte. Améliore la résilience à basse température. |
| Azote | < 0.5 | Gammagène. Améliore les propriétés mécaniques. Retarde la précipitation de phases intermétalliques dans les aciers à haute teneur en chrome et molybdène. Stabilise la structure austénitique lors de cycles thermiques courts. Améliore la résistance à la corrosion localisée. |
| Cuivre | < 3 | Gammagène. Diminue l'écrouissabilité. Améliore la tenue en milieu sulfurique. |

I.3 Diagramme d'équilibre des phases.

I.3.1 Système Fe-Cr.

Le diagramme d'équilibre fer- chrome montre que le chrome favorise le domaine α et réduit le domaine γ . L'existence du domaine γ est limitée à l'intérieur d'une boucle, dont l'intervalle du chrome est de 0 jusqu'à 13%. Comme le montre dans la figure I.3.

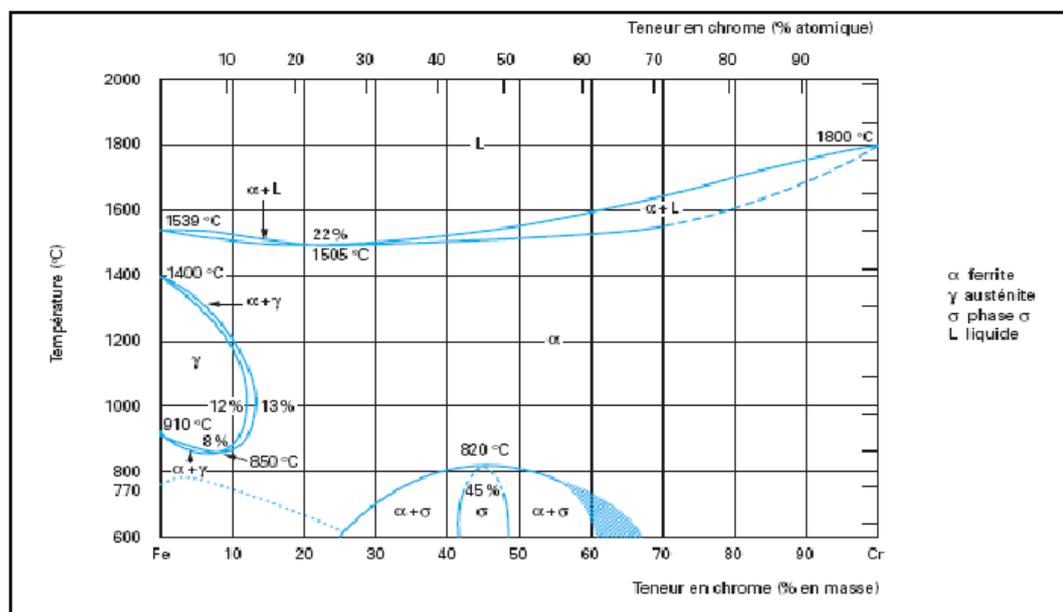


Figure I.3 : diagramme Fe-Cr [3].

I.3.2 Système Fe-Ni.

Le Nickel est de structure cubique à faces centrées, donc il favorise le domaine austénitique (figure I.4). Pour les fortes teneurs en Nickel, la structure est monophasée (austénitique) à température ambiante, tandis que pour des teneurs faibles (< 5 à 6%) la structure peut être ferritique. Entre ces deux teneurs, la structure est biphasée austéno-ferritique suite à un refroidissement lent à partir du domaine austénitique.

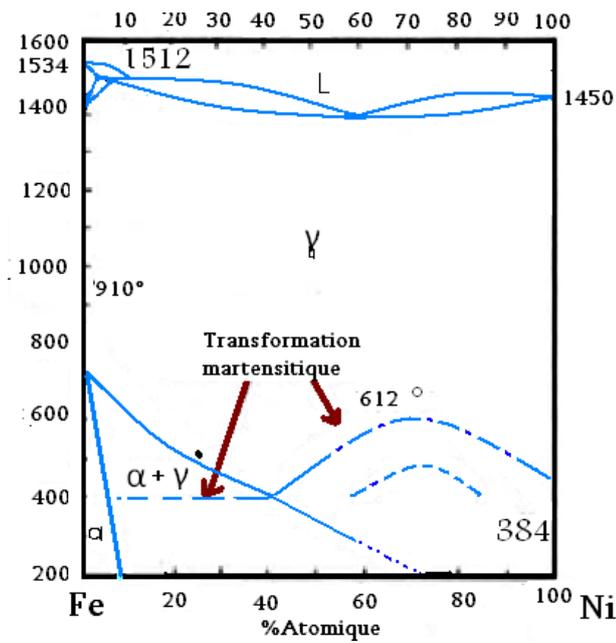


Figure I 4: Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni [12].

I.3.3 Système Fe-Cr-Ni.

Une coupe du diagramme de phase ternaire Fe-Cr-Ni peut montrer l'évolution du domaine austénitique γ en fonction de la teneur en nickel. Le nickel est à l'opposé du chrome est un élément gammagène. Il ouvre le domaine austénitique. L'addition de nickel augmente la taille de la boucle gamma. Comme le montre la figure I.5.

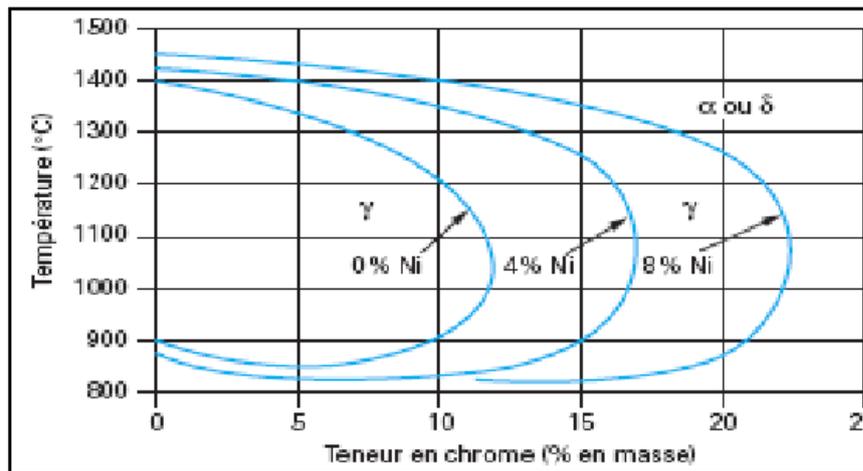


Figure I.5 : système Fe-Cr-Ni [3].

I.3.4 Les équivalents en chrome et au nickel.

Il est commode d'évaluer le pouvoir alphagène ou gammagène en se référant au chrome et au nickel. Ces équivalents sont déterminés par des formules suivantes en fonction des différents éléments d'alliage :

Équivalent chrome : $Eq\ Cr = \% Cr + \% Mo + 1,5 (\% Si) + 0,5 (\% Nb)$.

Équivalent nickel : $Eq\ Ni = \% Ni + 30 (\% C) + 0,5 (\% Mn)$.

Ces équivalents permettent de déterminer à la température ambiante la structure d'un acier inoxydable à l'aide du diagramme de Schaeffler, qui détermine les domaines de l'austénite, de la ferrite ou de la martensite (voir la figure I.5) d'un alliage Fe-Cr-Ni.

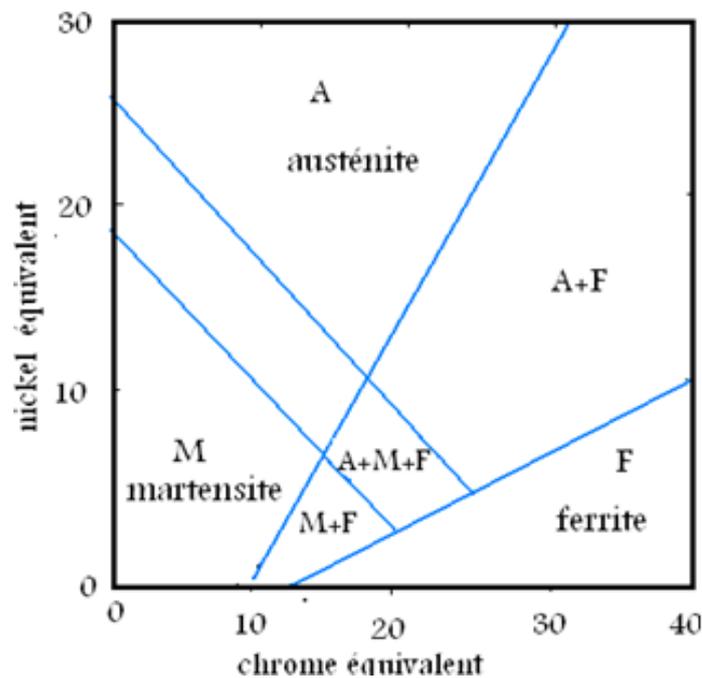


Figure I.6 : diagramme de Schaeffler [2].

I.5 Aciers inoxydables austéno-ferritiques.

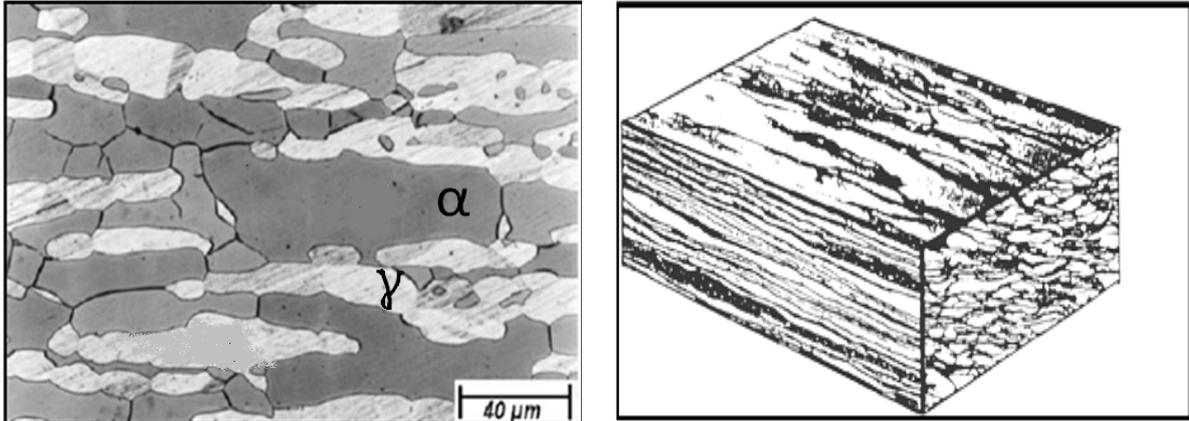


Figure I.7 : structure de l'acier inoxydable duplex [4].

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques possèdent une structure biphasée austénitique (γ) et ferritique (α) à température ambiante (figure I.7). La teneur en austénite est comprise entre 40 et 60%. Ils sont caractérisés par des bonnes propriétés mécaniques et bonne résistance à la corrosion, et bonne soudabilité aussi. Ces propriétés sont dues à la double structure austéno-ferritique. Les proportions recherchées pour ces aciers sont 50% de ferrite (α) et 50% d'austénite (γ). Ces fractions dépendent de la composition chimique (influence des éléments d'alliage) et du traitement thermique. Mais quand ils sont exposés à un intervalle de température compris entre 600 et 900°C ils présentent des changements structuraux. Ces changements vont perturber leurs propriétés.

Les aciers inoxydables duplex sont caractérisés par :

- ✓ Résistance élevée à la corrosion par piqûre et corrosion crevasse.
- ✓ Résistance élevée à la corrosion sous tension et fatigue par corrosion.
- ✓ Résistance élevée à la corrosion uniforme.
- ✓ Bonne résistance d'érosion.
- ✓ Bonne résistance de fatigue.
- ✓ Absorption d'énergie élevée.

I.5.1 Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-Ni.

Diagramme pseudo-binaire de Fe-Cr-Ni présente dans la figure I.8 montre les proportions des phases existantes et leur évolution en fonction de la teneur en Chrome et en Nickel et en fonction de température.

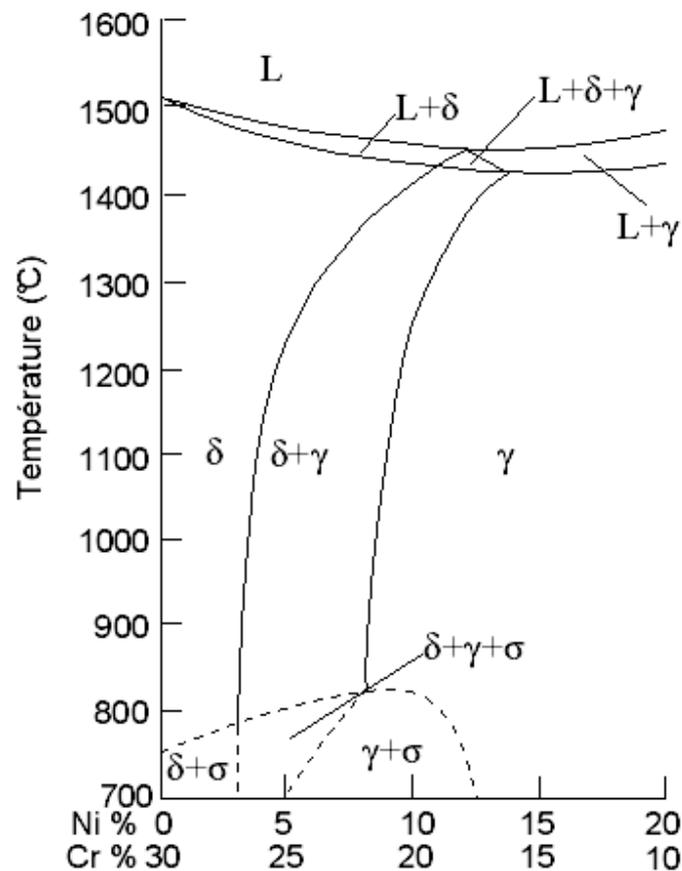


Figure I.8 : Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-Ni à 70% Fe [8].

II.5.2 Composition chimique des aciers inoxydables duplex.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont caractérisés par un taux de carbone plus faible et un taux de chrome et de nickel élevé, et un peu du molybdène, tungstène, cuivre et azote. Le tableau i2 présente la composition chimique des aciers inoxydable duplex.

Tableau I.2 Composition chimique des aciers inoxydables duplex [8].

| 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 |

I.5.3 Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex.

Les aciers inoxydables ont de bonnes propriétés mécaniques à cause de la double structure austéno-ferritique. Les caractéristiques mécaniques en traction de ces aciers sont plus élevées que celles des aciers austénitiques. La résistance à la rupture et la limite d'élasticité sont plus élevées. Par contre leurs allongement est faible est leurs utilisation est limité à l'intervalle de température entre -50 à 300° C. La limite d'élasticité est d'ordre de 320 N/mm², correspond à une limite à la rupture de 840 N/mm², et un allongement à rupture de 30 %. La dureté est fonction de plusieurs paramètres parmi lesquels on peut citer: la taille des grains, la précipitation de phases durcissantes. Le tableau I.3 présente les principales propriétés mécaniques des aciers duplex [9].

Le tableau I.3 : les principales propriétés mécaniques des aciers duplex

| structure | R _p (N/mm ²) | R _m (N/mm ²) | A(%) | P(Kg/dm ³) | M. Young (N/mm ²) |
|--------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|------|------------------------|-------------------------------|
| Austéno-ferritique | 620 | 840 | 30 | 8.7 | 200 000 |

I.5.4 Propriétés physique des aciers inoxydables duplex.

Elles sont intermédiaires entre celles des nuances ferritiques et celles des nuances austénitiques. Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles, voisins de ceux des aciers au Carbone, ce qui les rend convenables aux conditions de cyclage thermique. Leur conductivité thermique est assez importante comparée à celle des aciers austénitiques [6].

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques présentent un certain degré de magnétisme à cause de la présence de la ferrite dans leur microstructure.

Tableau I.4 : propriété physique des aciers inoxydables duplex [6].

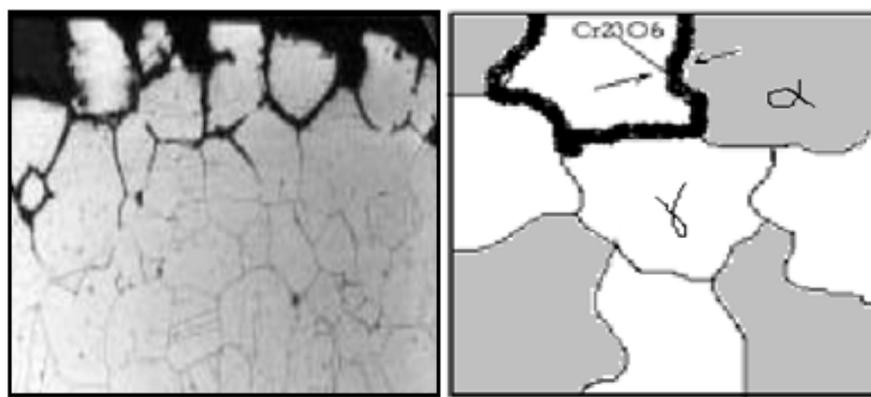
| ρ (Kg/dm ³) | M. de Young E (N/mm ²) | c. de dilatation λ (10 ⁻⁶ .K ⁻¹) | C. thermique K (J.Kg ⁻¹ .K ⁻¹) | R. électrique. R à 20°C ($\mu\Omega$.m) |
|------------------------------|---------------------------------------|--|--|--|
| 7.8 | 220000 | 13.0 | 500 | 0.8 |

I.6 Sensibilité à la corrosion.

Les aciers duplex contiennent une couche passive protectrice sur la surface extérieure. Cette couche protège l'acier contre la corrosion. Cependant, le film passif peut être rompu localement, soit mécaniquement (coups d'outils, rainures, érosion) soit chimiquement. Par conséquent, la couche passive ne peut plus constituer une barrière protectrice pour la surface et la corrosion localisée [7].

I.6.1 Corrosion intergranulaire.

Les aciers inoxydables duplex sont sensibles à la corrosion intergranulaire à cause de la précipitation des carbures de chrome au niveau des joints de grains quand l'acier expose à une température de 600 à 650° C. Le carbone se combine avec le chrome pour former des carbures de chrome de type Cr₂₃C₆ (figurI.9). Ces carbures provoquant un appauvrissement de la zone adjacente en chrome. Cette appauvrissement en chrome provoque la formation d'une micro-pile entre le joint de gain (anode) et le grain (cathode). Ce type de corrosion fait chuter les propriétés mécaniques de l'acier.

**Figure I.9:** corrosion intergranulaire.

I.6.2 Corrosion sous tension.

Ce type de corrosion est dû à l'action simultanée d'un milieu corrosif et d'un état de contrainte qui provoque localement la rupture de la couche passive. Cette corrosion produit la fissuration qui va se propager dans le métal après un temps d'incubation. Les aciers inoxydables duplex ont une excellente résistance à la corrosion sous contrainte dans un milieu chloruré [9].

I.6.3 Corrosion par piqûre.

La corrosion par piqûres se caractérise par un rapport très petit entre l'aire de la surface attaquée et celle de la surface non attaquée, et l'une des principales caractéristiques de ce type de corrosion est l'existence d'une valeur critique du potentiel alliage-solution E qui correspond à la germination des piqûres. La corrosion par piqûres se produit principalement dans les milieux neutres chlorurés. Elle peut s'observer dans des eaux de différentes natures : eaux de ville, eaux industrielles et surtout eau de mer. Si les chlorures constituent l'origine principale de la corrosion par piqûres, d'autres espèces agressives peuvent être mises en cause dans ce phénomène. Pour l'essentiel, il s'agit des autres halogénures, mais aussi d'espèces sulfurées [9]. La figure I.10 présente la corrosion par piqûre de l'acier duplex.

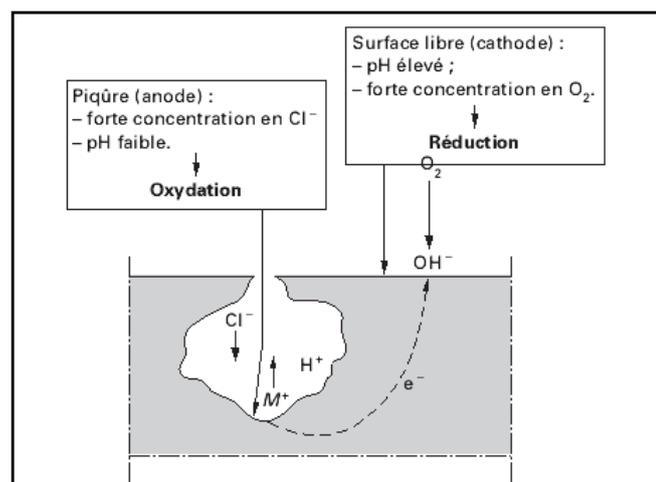


Figure I.10 Corrosion par piqûre de l'acier duplex [9].

Chapitre II

Le phénomène de précipitation

1-Introduction.

2-traitement thermique des aciers inoxydables.

3- soudage des aciers inoxydables duplex.

II.1 Introduction

Le traitement thermique des aciers austéno-ferritiques a pour but non seulement de mettre en solution des précipitations mais de rétablir la répartition des quantités des phases structurales [3]. Pour obtenir une structure austéno-ferritique il faut faire un traitement d'hypertrempe à une température de 1000 jusqu'à 1150°C. Il y a des changements structuraux qui se produisent pendant les traitements thermiques des aciers inoxydables duplex. La plupart de ces transformations concerne la ferrite parce que la vitesse de diffusion dans la ferrite est plus grande que celle dans l'austénite et la compacité de la structure cubique centrée (α) est moins que celle de la structure cubique à face centrée (γ). Aussi la ferrite riche en chrome et en molybdène (élément alphasgène) qui sont des éléments principaux des phases secondaires [10].

La figure II.1 présente le diagramme pseudo binaire de Fe-Cr-Ni à 70% Fe. Ce diagramme permet de déterminer les phases existantes dans l'alliage Fe.Cr.Ni à des déférentes teneures en chrome et en nickel (de 0 à 30%) et à différentes températures.

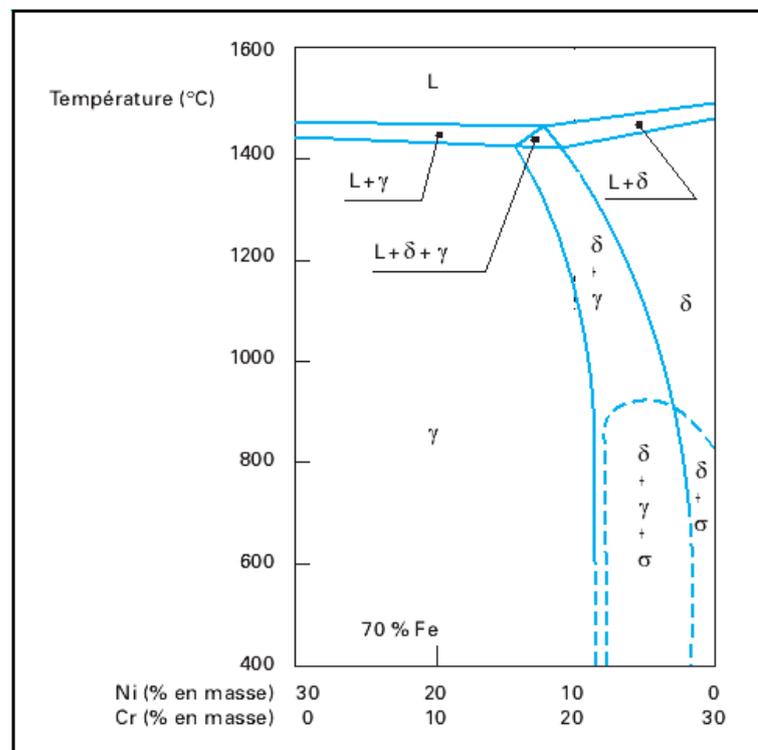


Figure II.1 : Coupe pseudobinaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer [3].

Les aciers contenant de 22 à 27 % de Cr et environ 4 à 8% de Ni, se situent d'après ce diagramme aux moyennes températures dans un domaine de phases hétérogène (la figure II.1)

I.2 Evolutions structurales des aciers inoxydables duplex

Il existe trois principales évolutions structurales rencontrées dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques :

- a) Transformation à température supérieure à 1050°C.
- b) Transformation à température entre 600 et 1050°C.
- c) Transformation à température inférieure à 600°C.

II.2.1 Transformation à température supérieure à 1050°C

Les aciers inoxydables duplex se solidifient complètement en ferrite δ . La transformation en phase solide $\delta \rightarrow \gamma$ se produit au cours du refroidissement. Si les vitesses de refroidissement sont trop élevées, cette transformation n'est pas complète. Il faut noter l'influence de la composition chimique, en particulier, l'action stabilisatrice des additions d'azote sur la structure biphasée en reportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ [10].

II.2.2 Transformation à température entre 600 et 1050°C

D'après le diagramme TTT des aciers inoxydables duplex : Figure II.2, on constate que la plupart des phases secondaires, des carbures et des nitrures précipitent dans cet intervalle de température.

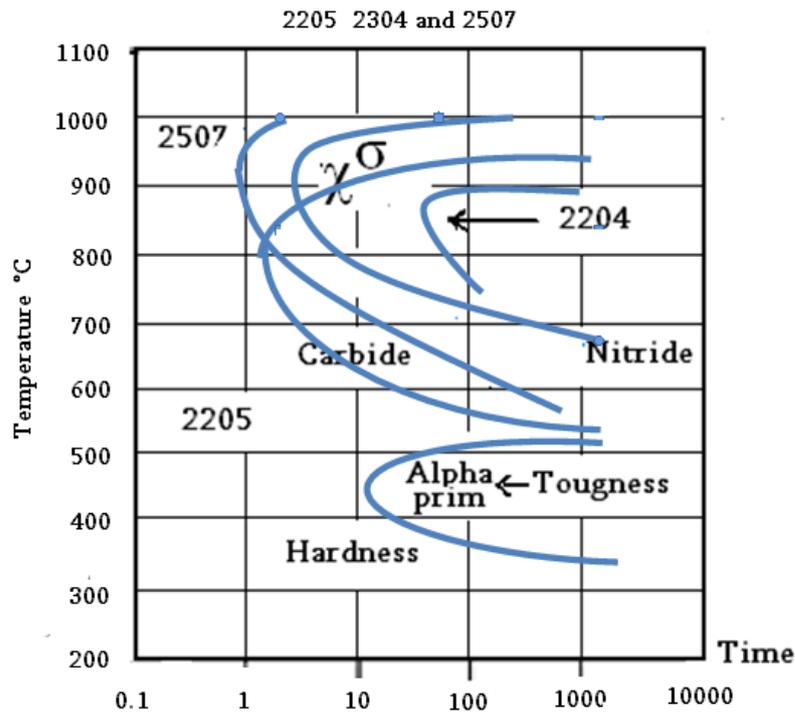


Figure II.2 : Cinétiques de précipitation des phases secondaires dans les aciers inoxydables duplex 2205 et 2507 [11].

II.2.2.1 Précipitation des carbures et des nitrures :

Les carbures de chrome se précipitent principalement au niveau du joint de grain γ/α parce que la ferrite riche en chrome (alphanène) tandis que l'austénite riche en carbone donc à l'interface austéno-ferritique le chrome et en contact avec le carbone. Le carbone va combiner avec le chrome pour former des carbures de chrome. Les carbures de chromes peuvent aussi précipiter à l'interface γ/γ ou δ/δ mais avec un taux négligeable. La figure II.3 présente la précipitation des carbures de chrome type $Cr_{23}C_6$ au niveau des joints de grains.

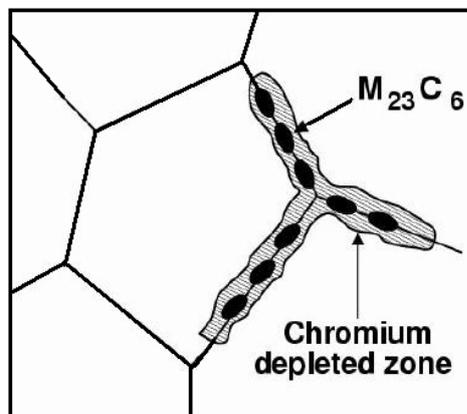


Figure II.4: précipitation des carbures de chrome aux joints de grains [8].

Pour les nuances avec additions maîtrisées d'azote, une précipitation de type (Cr_2N) peut apparaître [12]. Dans le domaine de températures comprises entre 950 et 1050°C peut apparaître des précipités de type M_7C_3 dans les aciers contenant peu d'azote.

II.2.2.2 Formation de l'austénite secondaire

L'austénite secondaire peut se former par différents mécanismes selon la température. Au dessous de 650 °C, la composition de γ_2 est semblable à celle de la ferrite qui l'entoure, ce qui implique une transformation sans diffusion dont les caractéristiques sont similaires à celles de la transformation martensitique. La vitesse de diffusion est plus importante à l'intervalle de température comprise entre 650 et 800°C, donc il y a une précipitation de l'austénite type Widmanstätten [10].

II.2.2.3 Formation de composés intermétalliques :

Les composés intermétalliques dont les propriétés physiques sont résumées dans le tableau II.1 apparaissent à certains intervalles de températures. Ces phases provoquent souvent la réduction de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion. Elles provoquent la corrosion intergranulaire. On distingue notamment les phases suivantes :

- ✓ La phase sigma σ .
- ✓ La phase de Laves η .
- ✓ La phase chi (χ).

Le tableau II.1 les propriétés des chaque phase intermétallique [3].

| Composé intermétallique | Composition chimique | Structure cristalline | Intervalle d'existence |
|-------------------------|--|---|------------------------|
| Sigma σ | FeCr | Tertagonale a=8.79 Å C=4.54 Å | 550-1050 |
| Laves η | Fe ₂ Mo | Hexagonale a= 8.86-4.82 Å c=7.26-7.85 Å | 550-900 |
| Chi χ | Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀ | Cubique centrée (CC) a=8.86-8.92 Å | 600-900 |

II.2.2.3.1 La phase sigma

La phase sigma est une phase intermétallique non magnétique, elle se compose principalement de fer et de chrome et de molybdène, dure et fragile de structure tertagonale (30 atomes par maille) comme le montre la figure II.4. Cette phase précipite dans les aciers inoxydables duplex à un intervalle de température comprise entre 600 et 900°C, elle provoque une baisse de la résistance à la corrosion et aussi engendre une perte dynamique de la ténacité des aciers inoxydables duplex. La précipitation de la phase sigma dépend de la composition chimique et de la taille des grains (plus la taille est grande, plus la possibilité de la formation de la phase sigma est petite), il se forme facilement dans les régions de faible énergie (les joints de grains et les interfaces) [10].

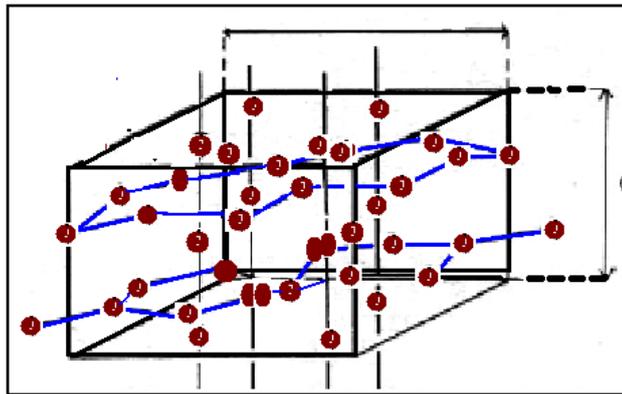


Figure II.4: Maille élémentaire de la phase sigma [1].

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

Des températures de mise en solution élevées provoquent le grossissement des grains, ce qui réduit le taux de la phase sigma formée, parce que la densité des joints de grains diminue lorsque la taille des grains augmente et la phase sigma commence à se former aux joints de grains. D'autre part, aux hautes températures, on assiste à une croissance de la teneur en ferrite, ce qui favorise la précipitation de la phase sigma durant les traitements de vieillissement.

La phase sigma précipite préférentiellement dans les joints de grains γ/δ comme le montre la figure II.6, mais elle peut aussi apparaître dans les joints de grains δ/δ et γ/γ . Après germination, la phase sigma croît sous différentes formes : plaquettes, forme eutectoïdale lamellaire ($\sigma + \gamma_2$) ou agrégat lamellaire ($\sigma + \delta$). La formation de la phase sigma dans les aciers

inoxydables austéno-ferritiques peut être décrite par la transformation de la ferrite en $\sigma + \gamma$ 2. Elle germe dans les interfaces δ/γ , puis croît à l'intérieur des grains ferritiques [3]. La figure II.7 montre la germination de la phase sigma dans les aciers duplex.

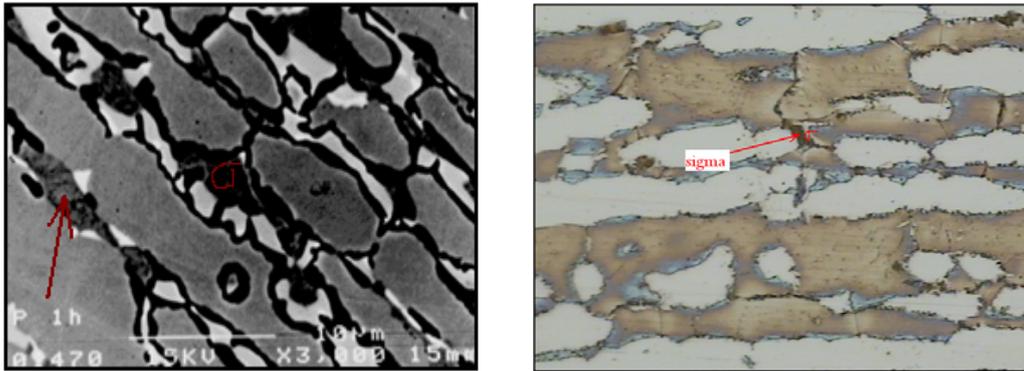


Figure II.5 : germination de la phase sigma au niveau de l'interface austéno-ferritique.

Variation de la phase sigma en fonction de la vitesse de refroidissement :

Le taux de la phase sigma augmente lorsque la vitesse de refroidissement diminue, du fait que la vitesse de refroidissement est rapide, on n'a pas le temps pour former cette phase qui se forme dans un intervalle de température comprise entre 600 et 900°C et au cours de refroidissement en passant par cet intervalle [11].

II.2.2.3.1 La phase chi (χ)

La phase chi se précipite dans l'intervalle de température comprise entre 700 et 900 °C, mais à des taux plus faibles. La phase chi précipite souvent dans l'interface δ/γ et croît à l'intérieur du grain ferritique. La phase chi influe sur la résistance à la corrosion par piqûres et la ténacité des aciers inoxydables duplex de manière semblable à celle de la phase sigma, et comme ces deux phases précipitent souvent simultanément (en fait, la phase chi précipite relativement en retard par rapport à la phase sigma et est plus stable aux basses températures) [4].

II.2.3 Transformation à température inférieure à 600°C.

La phase ferritique est sensible aux fragilisations à 475°C, cette fragilisation est essentiellement liée à la teneur en chrome : sa cinétique est d'autant plus rapide que la teneur en chrome de l'alliage est élevée. Les éléments alphagènes, comme le molybdène et l'aluminium, sont aussi susceptibles d'augmenter la cinétique de fragilisation [8].

Dans cet intervalle de température on assiste à la formation d'autres phases secondaires, entre autres, la phase alpha prime (α'), la phase γ et la phase ε .

II.3 Le soudage des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex présentent une meilleure aptitude au soudage. Ils se prêtent bien à tous les procédés de soudage et permettent des assemblages d'excellente qualité. Les soudures sont faites correctement, en tenant compte de leurs propriétés particulières.

Le risque de précipitation de phases intermétalliques vers 800 °C est lié à la composition du métal de base et du métal fondu, en particulier leur teneur en chrome et molybdène. Ainsi, les aciers duplex économiques (2304) sont nettement moins sensibles aux précipitations (σ , χ) que les aciers duplex (2205) alors que le soudage des aciers superduplex (2507) doit être conduit de façon à limiter soigneusement ce risque [13]. Le tableau II.2 présente les durées d'apparition des phases intermétallique à 800°C.

Tableau II.2 – Risque de précipitation à 800 °C pour le métal de base [13].

| Type | Durée d'apparition des phases intermétalliques (après maintien à 800 °C) |
|-------------|--|
| 2304 | 10 h |
| 2205 | 0.3h |
| 2503 | 0.1h |

Les zones de soudure

La figure II.8 présente les différentes zones de soudure.

- ✓ **Zone fondue** : C'est la région qui se fond effectivement pendant l'exécution de la soudure.
- ✓ **Zone de liaison** : Cette zone correspond à la limite jusqu'à ce que le métal de base soit porté à la fusion.
- ✓ **Zone affectée thermiquement**

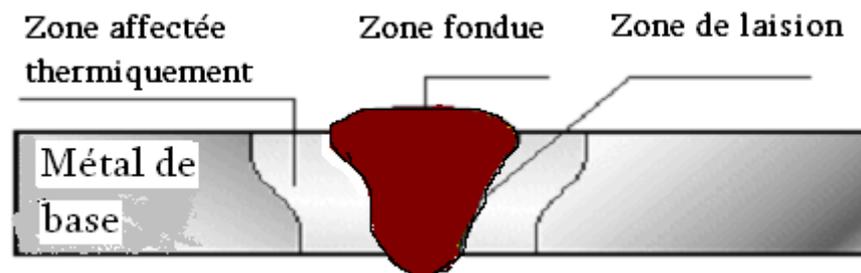


Figure II.6 : les différentes zones de soudure [11].

Le cycle thermique de soudage provoque au sein de cette zone, plusieurs transformations à l'état solide intervenant à l'échauffement. Chaque transformation étant caractérisée par une température minimale [11].

II.3.1 La précipitations au niveau de la zone affectée thermiquement

Lors du soudage, il s'établit dans le métal un gradient de température allant de la température de fusion à l'ambiante (figure II.7). On trouve donc au voisinage de zone fondue une zone à une température comprise entre 425-800°C pour ces aciers le carbone tend à se combiner au chrome pour former des carbures de chrome qui précipitent aux joints des grains [14].

D'après la figure V.7 :

ZF : zone fondue.

Zone A : zone exposée au grossissement des grains remise en solution des précipitations des composés intermétalliques (sigma, chi...) et des carbures (de chrome) ou autre (nitrures).

Zone B : recristallisation partielle sans remise en solution des composés intermétalliques.

Zone C : zone non recristallisée ; précipitation possible des carbures ou autre.

Zone D : métal de base.

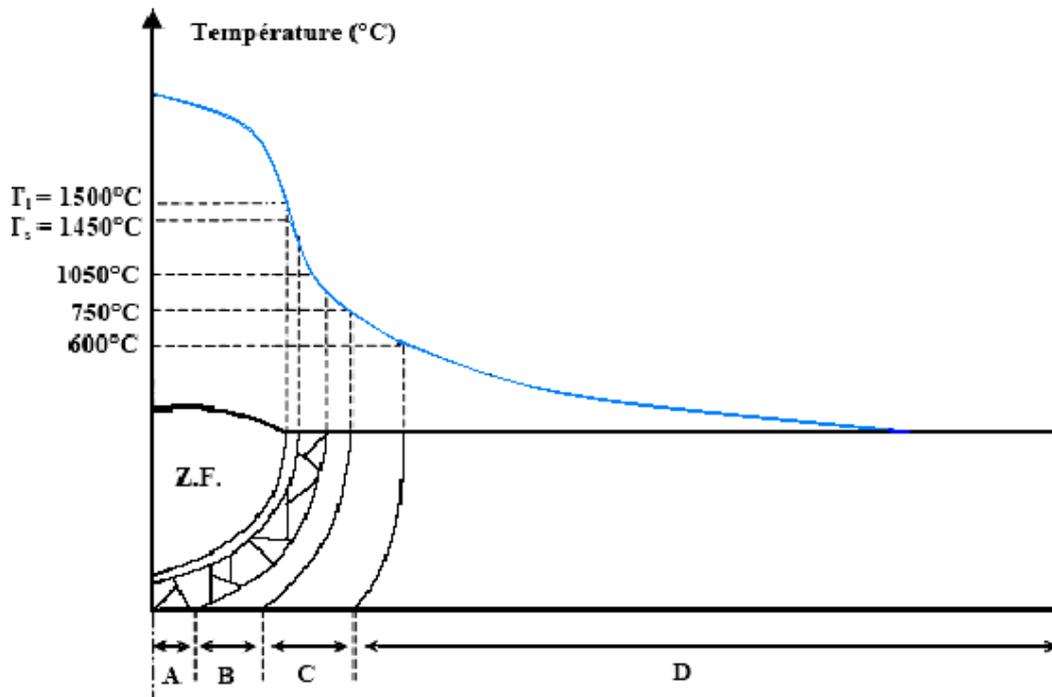


Figure II.7 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique [11].

La zone affectée thermiquement : (nommée ZAT) zone se trouvant en bordure de la zone fondue sur une étendue plus ou moins large ayant été soumise à l'élévation de température sans être portée à la fusion. Le chauffage, la composition chimique et la vitesse de refroidissement de cette zone génèrent des modifications plus ou moins importantes de la structure métallurgique. Pendant le processus de soudage des aciers inoxydables duplex.

D'après la figure II.7 la zone **A** : Température entre 750 et 1050°C ; zone recristallisée exposée au grossissement des grains remise en solution des précipités (carbure ou autre) ou des composés intermétalliques.

Dans cet intervalle de température il y a des changements structuraux mis en jeu. Donc la zone affectée thermiquement présente un risque de précipitation des phases intermétalliques. Pour éviter ou réduire ce risque de précipitation, il faut assurer l'association d'un cycle thermique de soudage et d'une analyse chimique du métal déposé spécifique [10].

Chapitre III

La germination et la croissance

1-Introduction

2-Germination dans les solides

3-Croissance des précipités

4- Modification des équations de JOHNSON-
MEHL-AVRAMI.

III.1 Introduction

Les transformations de phase dans les solides se développent par un processus de mouvement atomique thermiquement activées. La solution solide initiale se trouvant dans un état instable thermodynamiquement, donne naissance à de nouvelles phases. Cette instabilité est à l'origine de l'état de sursaturation de la matrice. L'état métastable est obtenu après hypertrempe depuis une température élevée. La réaction peut s'écrire sous la forme $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$; donc la phase mère se compose en deux phases. La phase α de la même structure et la phase β d'une structure différente mais plus stable que la phase mère. Après la formation des nouveaux germes à partir de la phase mère, ces germes croissent jusqu'à la fin de transformation et on obtient des nouvelles phases.

III.2 La germination dans les solides :

III.2.1 La germination homogène :

La germination qui apparaît complètement au hasard à travers un système est dite homogène. Pour qu'on puisse dire une telle germination est homogène il faut que les petits éléments de volume de la phase mère soient identiques, chimiquement, structuralement et énergétiquement. Ceci n'est possible que si l'échantillon est chimiquement homogène [16].

L'énergie libre de formation d'un germe de rayon r de la phase β à l'intérieur de la phase α est :

$$\Delta G_{\text{hom}} = -\frac{4}{3}\pi r^3 (\Delta G_v - \Delta G_s) + 4\pi r^2 \gamma \quad \text{III.2}$$

ΔG_v : est la différence entre les énergies libres de α et de β .

γ : est l'énergie interfaciale de l'interface α - β .

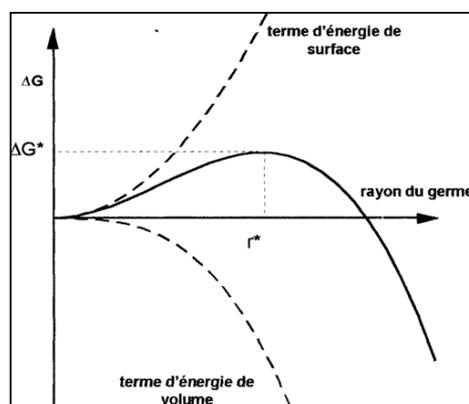


Figure III.1: la variation de l'énergie libre de formation d'un germe sphérique en fonction du rayon de germe r [15].

D'après l'équation III.2 le rayon critique : $r^* = \frac{2\gamma}{(\Delta G_v - \Delta G_s)}$ III.3

III.2.2 La germination hétérogène :

La germination hétérogène est plus rapide que la germination homogène parce que l'énergie nécessaire pour former un germe critique est plus faible dans une imperfection de structure que dans un réseau parfait. Donc les germes se forment facilement dans les imperfections cristallines. Il est évident que les changements de phases de toutes sortes débutent par germination hétérogène au voisinage des imperfections de structure [16]. La germination hétérogène a lieu préférentiellement dans les défauts structuraux tels que les joints de grain, les dislocations et les inclusions, les interfaces libres et les lacunes en sursaturation, ces sites sont dans un état hors d'équilibre. Il est facilement d'observer cette germination au microscope optique.

III.2.3 Germination hétérogène aux joints de grains.

La formation d'un germe de deuxième phase conduit à l'élimination d'un défaut. Alors l'énergie libre de l'ensemble du système diminue d'une quantité égale à celle du défaut défauts. L'expression de l'énergie libre associée à la formation d'un germe de volume V s'écrit comme suit :

$$\Delta G_{\text{hét}} = V (\Delta G_v - \Delta G_s) + A - \Delta G_d \quad (\text{III.3})$$

$\Delta G_{\text{hét}}$: Représente l'énergie nécessaire pour former un germe hétérogène de rayon r .

ΔG_v : Variation de l'énergie libre de formation de la nouvelle phase par unité de volume.

ΔG_s : Variation de l'énergie de contraintes d'accommodation par unité de volume.

A : Énergie interfaciale.

ΔG_d : Variation de l'énergie libre du défaut.

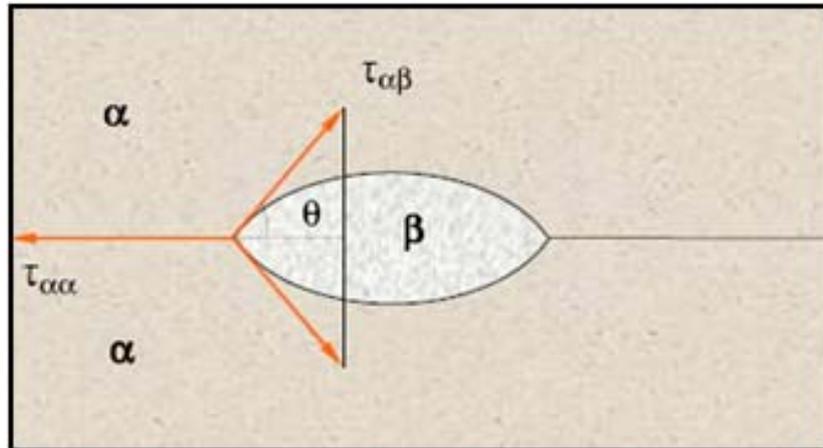


Figure III.2 : germination hétérogène de la phase β dans la phase α [15].

L'embryon qui se forme au niveau de joint comme le montre la figure III.2 Le grain est en équilibre sous l'action des forces de tension dues à la présence d'interfaces α/α et l'interface α/β . dont les énergies libres respectives sont $\gamma_{\alpha\alpha}$ et $\gamma_{\alpha\beta}$. Alors la condition d'équilibre :

$$2\tau_{\alpha\beta} \cdot \cos \theta = 2\tau_{\alpha\alpha} \quad (\text{III.4})$$

Donc la variation d'énergie pour la formation d'un embryon de volume V s'écrit :

$$\Delta G_{\text{hét}} = V\Delta G_v + A_{\alpha\beta} \gamma_{\alpha\beta} + A_{\alpha\alpha} \gamma_{\alpha\alpha} \quad (\text{III.5})$$

$\Delta G_{\text{hét}}(r)$ représente donc l'énergie nécessaire pour former un germe hétérogène de rayon r . Dans notre cas, on cherche ΔG^* la barrière d'énergie à passer pour former un germe de rayon critique r^* $\Delta G^*(r)$ est définie comme la valeur de G quand $dG/dr = 0$, soit quand $r = r^*$ On calcule alors facilement :
D'où l'énergie de formation d'un germe stable est :

$$\Delta G_{\text{hét}}(r^*) = \Delta G_{\text{hét}}(\text{crit}) = \frac{8}{3} \frac{\pi r^3 \gamma_{\alpha\beta}^3}{(\Delta G_v - \Delta G_s)^2} (2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2 \quad (\text{III.6})$$

$$\Delta G_{\text{hét}} = \Delta G_{\text{homo}} * f(\theta) \quad f(\theta) = \frac{1}{2} (2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2 \quad (\text{III.7})$$

III.2.4 Germination dans les dislocations :

Il est bien établi que les dislocations sont des sites préférés pour la précipitation dans les solutions solides. Un modèle simple de dislocation a été étudié par Cahn, qui a supposé un modèle élastique de dislocation. Selon Cahn l'énergie libre de formation d'un germe se compose de trois termes ; le terme énergie en volume ; le terme énergie de surface de caractéristiques semblable à celui de la théorie de la germination homogène et un terme de déformation qui est négatif en raison de la relaxation de l'énergie de déformation de la dislocation. La valeur de ΔG pour un germe cylindrique de longueur unitaire et de rayon r est :

$$\Delta G = -A \log r + 2\pi\gamma r + \pi r^2 \Delta G_v \quad (\text{III.8})$$

Où A est donnée par la théorie de la dislocation en fonction de constante élastique.

La barrière de germination est la différence entre ΔG pour r_c et r_0 .

Quand $2C|\Delta G| > \pi\gamma^2$, il n'y a ni maximum ni minimum donc pas de barrière de germination [16].

II.3 Croissance des précipités

Les réactions qui se produisent dans les systèmes hétérogènes, sont régies par la croissance d'une ou plusieurs phases qui constituent ce système. La croissance est définie comme étant la progression des frontières d'une phase après la germination. La cinétique de croissance dépend de la vitesse de germination, vitesse de croissance des domaines isolés et des influences mutuelles entre les domaines voisins.

La majorité des transformations dans lesquelles un germe de phase β croît dans une phase α de composition très différente, sont contrôlées par la diffusion atomique. La croissance du germe de phase β ne se poursuit que par le drainage des atomes B en solution sans les atomes A. Les distances effectives sur lesquelles cette diffusion s'opère, augmente avec la taille du précipité. C'est pourquoi durant les derniers stades de la transformation, les atomes B sont sous la compétition indirecte des différents précipités en croissance. Par conséquent la cinétique de transformation en générale se trouve considérablement réduite.

Dans certain cas où on envisage que la composition de la phase mère reste toujours uniforme durant toute la transformation, la cinétique de croissance est alors contrôlée par réaction de l'interface entre la phase mère et le précipité. Dans ce cas la vitesse de diffusion est plus rapide que la traversée de l'interface, parfois la diffusion et la réaction de l'interface ont des cinétiques voisines. La transformation est alors contrôlée à la fois par la diffusion et par la réaction de l'interface. Considérons une particule isolée sphérique de précipité de rayon r et de concentration C_β se développe dans une solution solide de concentration initiale C_0 . Les variations de concentration sont montrées schématiquement dans la figure III.3

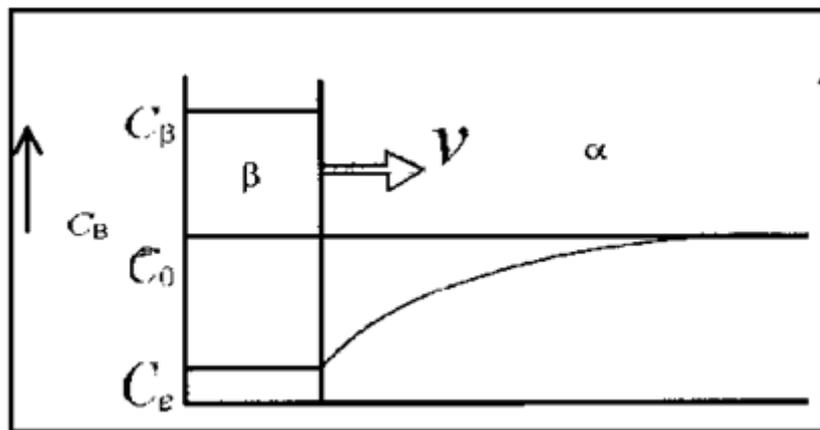


Figure III.3 : concentration à l'intérieur et à l'extérieur du précipité [15].

Le précipité capte $C_\beta dx$ atomes par unité de surface lorsque l'interface avance d'une distance dx alors la vitesse de croissance est :

$$v = \frac{dx}{dt} \quad \text{alors} \quad v = \frac{D}{C_\beta - C_e} \frac{dc}{dx} \quad \text{III.9}$$

$$\text{D'où} \quad x \frac{dx}{dt} = D \frac{c(x) - C_e}{C_\beta - C_e} \quad \text{III.10}$$

Donc la fraction transformée y est le rapport du nombre d'atomes transformés par le nombre d'atomes susceptible de se transformer :

$$y = \frac{c_0 - c(x)}{c_0 - c_e} \quad \text{Donc} \quad 1 - y = \frac{c(x) - c_e}{c_0 - c_e} \quad \text{III.11}$$

Donc la concentration dans la solution décroît lorsque le précipité augmente, et par conséquent la vitesse de croissance décroît de façon continue pendant la précipitation. En remplaçant dans l'expression III.11 on obtient

$$x \frac{dx}{dt} = D \frac{C_0 - C_E}{C_P - C_E} (1 - y) \quad \text{III.12}$$

Dans l'approximation de JOHNSON-MEHL-AVRAMI, le facteur (1-y) peut être négligé au début de la croissance. Cette hypothèse est justifiée par le fait qu'au début de la transformation, la quantité de soluté drainée par diffusion est faible. Dans ce cas, on montre que la vitesse de croissance d'un précipité peut s'écrire sous la forme :

$$v = \sqrt{\frac{D}{2t}} \left(\frac{C_0 - C_E}{C_P - C_E} \right)^{1/2} \quad \text{III.13}$$

En supposant qu'au moment de la croissance le nombre de germe stable est N, donc la fraction totale d'atomes qui sont captés par le précipité est: $VN(C_C - C_E)$

V : est le volume de précipité au temps t. Alors la fraction transformée s'écrit :

$$y = \frac{3}{4} \pi x^3 N \frac{C_0 - C_E}{C_P - C_E} \quad \text{III.14}$$

D'après l'équation III.14 et III.15 on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = 4\sqrt{2\pi}ND \left(\frac{C_0 - C_E}{C_P - C_E} \right)^{1/2} \sqrt{Dt} \quad \text{III.15}$$

Cette expression n'est valable qu'aux tous premiers instants de transformation lorsque la composition entre particules voisines est faible. Pour corriger la relation lorsque le taux d'évolution de la transformation devient important, on multiplie l'expression III.16 par le facteur (1-y) on obtient :

$$\frac{dy}{1-y} = 4\sqrt{2\pi}ND \left(\frac{C_0 - C_E}{C_P - C_E} \right)^{1/2} \sqrt{Dt} dt \quad \text{III.16}$$

Donc

$$\frac{dy}{1-y} = K' t^{1/2} dt \quad \text{III.17}$$

Après l'intégration on obtient l'équation de JOHNSON-MEHL-AVRAMI avec un exposant $n=3/2$. Donc l'équation générale de JOHNSON-MEHL-AVRAMI s'exprime comme suit :

$$y = 1 - \exp(-(kt)^n) \quad \text{III.18 [15].}$$

L'exposant n et la constante k sont en général des paramètres empiriques qui assurent une description précise de la cinétique de la réaction isotherme quand cette dernière obéit à l'équation III.16. k peut prendre n'importe quelle valeur positive. Ainsi donc, la cinétique de transformation décroît lorsque k diminue (Figure III.4). A cet effet, k est appelée constante de vitesse de la réaction. n modifie l'allure de la courbe, il prend une valeur quelconque (Figure III.5). La Figure III.4 montre l'influence de la constante des vitesses K sur l'allure de la fraction transformée :

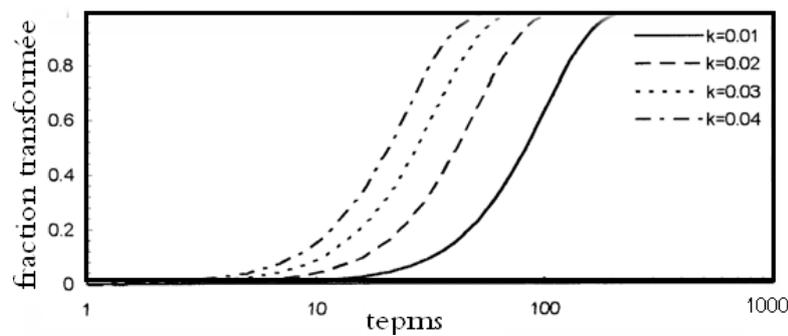


Figure III. 4: influence de la constante des vitesses K sur l'allure de la fraction transformée « y » [15].

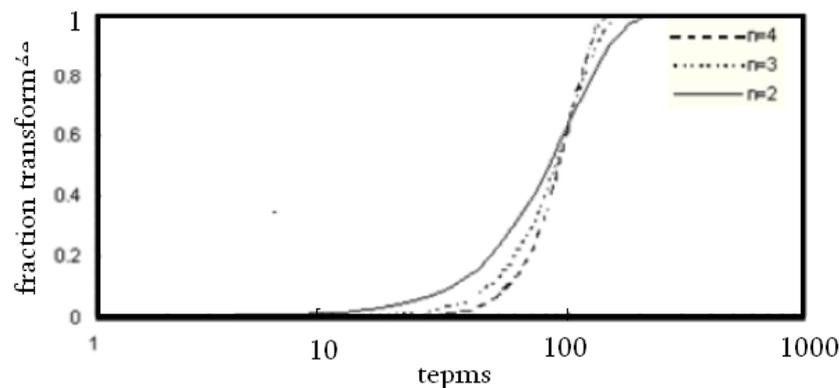


Figure III.5 : influence de l'exposant n sur l'allure de la fraction transformée « y » [15].

Détermination de l'exposant n et la constante k

Il est difficile dans la pratique de définir l'instant exact de départ de la réaction, Il est plus pratique de mesurer le temps t à partir d'une origine commune qui est, en général, l'instant où l'échantillon atteint la température de la réaction.

En prenant le log de l'équation III.19 on obtient : $\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right) = n \ln t + n \ln k$ III.21

Donc la courbe est une droite, la valeur de n est la pente de cette courbe. On peut calculer la constante k à l'aide du point d'intersection de la courbe avec l'axe yy' donc :

$k = e^{a/n}$ tel que a est le point d'intersection de la courbe avec l'axe yy'

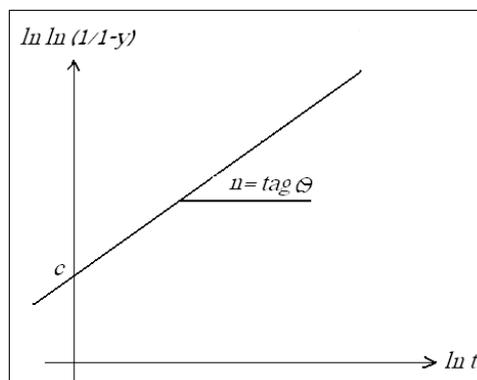


Figure III.6 : méthode de détermination de l'exposant n et la constante k graphiquement.

III.4 Modification des équations de JOHNSON-MEHL-AVRAMI

Les équations de Johnson-Mehl-Avrami étaient en bon accord avec l'expérience au début de la réaction. Cependant, vers la fin de la transformation, en raison de la compétition entre les grains en croissance, on assiste souvent à une dérive des courbes de Johnson-Mehl-Avrami [15]. Pour exprimer la cinétique de transformation, reprenons la relation générale de J.M.A.

Et on dérive par rapport au temps :

Donc
$$\frac{dy}{dt} = Kn(Kt)^{n-1} \exp [-(Kt)^n]$$
 III.22

D'après l'équation de J.M.A III.19 et l'équation III.21 on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = Kn(Kt)^{n-1}(1-y) \quad \text{III.23}$$

Les corrections apportées aux équations de Johnson-Mehl-Avrami portent sur le facteur d'empiétement $(1-y)$ en introduisant un exposant supplémentaire [1].

$$\frac{dy}{dt} = K^n t^{n-1} (1-y)^2 \quad \text{III.24}$$

On général

$$\frac{dy}{dt} = K^n t^{n-1} (1-y)^{c+1} \quad \text{III.25}$$

Après l'intégration de l'équation III.24

$$y = 1 - \left[\frac{1}{1+c(Kt)^n} \right]^{1/c} \quad \text{III.26}$$

III.4.1 Détermination des paramètres de la transformation

En reprenant l'Equation III.25 on pourra l'écrire comme suit :

$$(Kt)^n = \begin{cases} \ln \frac{1}{1-y} & c = 0 \\ \frac{1}{c} \left[\frac{1}{(1-y)^c} - 1 \right] & c \neq 0 \end{cases} \quad \text{III.27}$$

D'où

$$n \ln K + n \ln t = \begin{cases} \ln \ln \frac{1}{1-y} & c = 0 \\ \ln \left[\frac{1}{(1-y)^c} - 1 \right] & c \neq 0 \end{cases} \quad \text{III.28}$$

En choisissant une durée t_0 telle que le produit $Kt_0=1$, le taux d'évolution de la transformation correspond peut s'écrire sous la forme :

$$y_0 = \begin{cases} 1 - \frac{1}{e} = 0.632 & c = 0 \\ 1 - \left[\frac{1}{1+c} \right] & c \neq 0 \end{cases} \quad \text{III.29}$$

On peut déduire le paramètre de constante de vitesse k indépendamment de l'exposant n . On remarque, en effet, que y_0 ne dépend pas de l'exposant n et est constante quand $c=0$. Par contre, lorsque $c \neq 0$, y_0 diminue lorsque c diminue. Dans ce cas, il faut d'abord ajuster le paramètre c avant de déterminer la constante de vitesse [15].

Chapitre IV

Techniques expérimentales

1-Introduction.

2-Traitements thermiques.

3-Métallographie.

4-teste de dureté.

IV.1 Introduction

Nous avons étudié la cinétique de la précipitation de la phase sigma dans les aciers inoxydables duplex à l'intervalle de température comprise entre 600 à 1000°C, pour cela on a préparé plusieurs échantillons pour faire des traitements de revenu pour chaque échantillon à des durées différentes. Après le revenu on a fait la métallographie pour permettre d'observer la structure obtenue de chaque échantillon. L'observation métallographique se fait par un microscope optique muni d'une caméra et connecté avec un microordinateur. Les images obtenues sont analysés par le logiciel de traitement d'image Image J. On a aussi calculé la dureté Vickers pour les différents échantillons.

IV.2 La composition chimique :

Le matériau utilisé dans notre étude est l'acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) 2205 sous forme rectangulaire.

Le **tableau IV.1** présente La composition chimique de L'acier(2205).

| Eléments | C | Cr | Ni | Mo | Mn | Cu | N | Si |
|----------|------|----|-----|-----|------|------|------|------|
| [pd %] | 0.03 | 23 | 5.7 | 2.3 | 1.77 | 0.12 | 0.14 | 0.36 |

IV.3 Traitement thermique

Le traitement thermique a été fait dans un petit four éclectique dans le centre de recherche et de développement SONALGAZ (C.R.E.D.E.G).

Première pièce hypertrempe à 1050°C.

Deuxième pièce hypertrempe à 1150 °C.

- ✚Premier traitement de revenu à 750°C. Pour 11 échantillons. (hypertrempés à 1050°C).
- ✚deuxième traitement de revenu à 750°C. Pour 11 échantillons (hypertrempés à 1150°C).

Le but principal de ces traitements de vieillissement est de provoquer la précipitation de la phase sigma.

IV.3.1 Trempe

La trempe fondée sur la conservation d'une phase à basse température qu'est ne stable qu'à plus haute température et qui lors d'un refroidissement n'a pas le temps suffisant d'évoluer vers la structure d'équilibrer.

Dons notre cas le but de la trempe est d'obtention d'une structure austéno-ferritique avec 50% ferrite.

Le traitement d'hypertrempe à 1050°C pour l'acier duplex 2205 consiste à :

Chauffer l'acier à 1050°. Maintenir a cette température pendant une heure (pour transformer 50% d'austénite en ferrite). Refroidir jusqu'à la température ambiante par l'immersion dans l'eau.

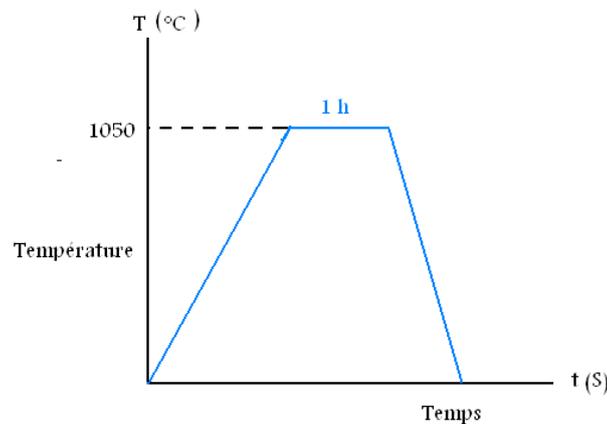


Figure IV.1: traitement d'hypertrempe à 1050°C de l'acier 2205.

IV.3.2 Le revenu :

Le but principal de revenu est de faire évoluer une structure hors d'équilibre, obtenue par trempe, vers un état proche de l'équilibre. Il consiste à chauffer l'échantillon jusqu'à une température donnée, et de le maintenir à cette température pendant un temps donné, et en fin un refroidissement vers la température ambiante.

Les revenus des échantillons ont été faits dans un four à résistance dans le centre de recherche SONALGAZ. (C.R.E.D.E.G).

On a découpé la pièce trempée en 11 échantillons sous forme cubique de longueur 7mm. Pour traiter chaque échantillon pendant un temps de maintien donné. La température de revenu est: 750°C, et les temps des maintiens pour chaque échantillon sont présentés dans le tableau IV.2 :

Le tableau IV.2 les temps de maintiens des échantillons.

| | | | | | | | | | | | |
|----------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|----|-----|-----|
| Echantillon | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| Temps maintien | 15m | 25m | 30m | 45m | 60m | 90m | 2h | 3h | 7h | 30h | 72h |

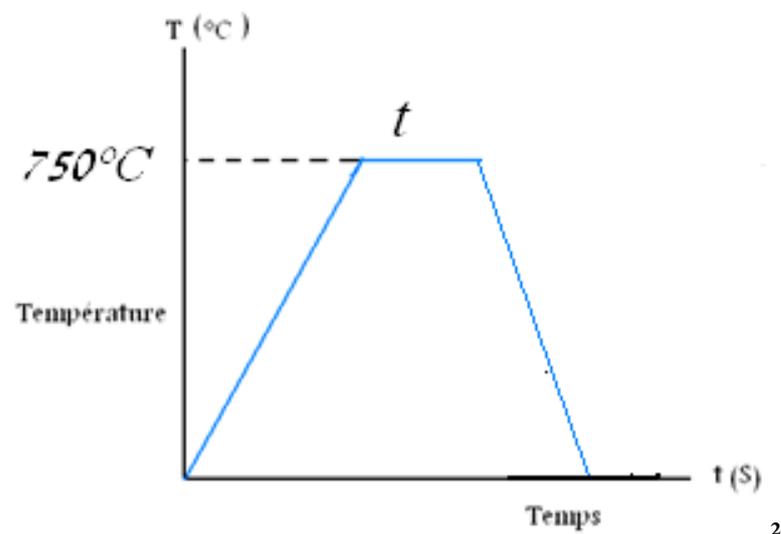


Figure IV.2 : revenu à 750°C.

IV.4 La métallographie :

L'étude métallographique est un moyen de contrôle essentiel de la structure micrographique des matériaux métalliques. On commence par la préparation d'échantillon, enrobage le polissage et l'attaque électrolytique et en fin l'observation micrographique à l'aide d'un microscope optique.

Tronçonnage :

Au début il y a deux pièces d'aciers inoxydables duplex hypertrempées, on a coupé ces pièces à l'aide d'une tronçonneuse pour avoir des échantillons. Donc on coupe chaque pièce en 11 échantillons.

Enrobage :

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation par le microscope, il se fait après les traitements thermiques des échantillons. Il consiste à mettre les échantillons dans des petits moules puis en remplit ces moules par la résine que nous avons préparé. Après un certain temps sous l'effet de la température la résine se solidifie, et on obtient des échantillons enrobés.

Polissage :

Le polissage est l'étape finale avant l'observation micrographique, il permet d'obtenir une surface plane est miroir, et d'éliminer les défauts de surface pour faciliter l'observation.



Figure IV.3 polisseuse.

On distingue deux types de polissage :

- Un polissage grossier, qui se fait à l'aide de papiers abrasifs qui sont numérotés et placés dans l'ordre croissant de leur granulométrie (120, 180, 220, 400, 800, 1000, 1200)
- Un polissage de finition donne une surface miroir.

Attaque électrolytique :

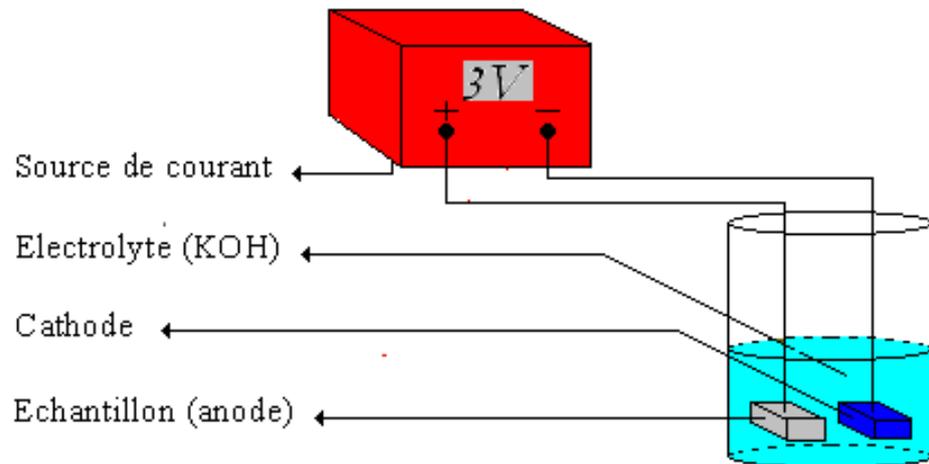


Figure IV.4 : dispositif de l'attaque électrolytique.

Les aciers inoxydables duplex sont difficilement attaqués par l'attaque chimique simple. Par ce qu'ils contiennent des éléments d'addition (noble) qui ont des potentiels élevés. Donc on utilise l'attaque électrolytique. L'attaque électrolytique est pour but de mettre en évidence une différence entre le précipité et les phases. Il consiste à immerger l'échantillon dans une solution aqueuse (KOH), et à l'aide d'une source de courant électrique extérieur on branche l'échantillon avec l'anode et on fait plonger aussi la cathode de générateur dans la solution pour fermer le circuit. L'échantillon est anodique donc il va se corroder. Les zones les moins nobles sont corrodées plus rapidement que les zones qui sont riches en éléments d'alliage. Donc on peut identifier les différentes phases par cette attaque électrolytique.

Le tableau IV.3 suivant présente les paramètres de l'attaque chimique :

| Solution | Concentration | Tension | Temps d'attaque |
|----------|---------------|---------|-----------------|
| KOH | 2N | 3V | De 1 à 2 :30 S |

Le tableau suivant présente les temps de l'attaque électrolytique pour chaque échantillon :

Tableau IV.4: temps d'attaque électrolytique.

| Echantillon | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|-------------|-----|----|----|----|-----|-----|-----|----|----|----|----|
| Temps (s) | 180 | 80 | 80 | 80 | 120 | 190 | 180 | 80 | 75 | 70 | 65 |

IV 5 Observation microscopique :

Le but principal de l'observation est de la mise en évidence de la structure des différents échantillons.

Nous avons fait l'observation micrographique des échantillons après l'attaque chimique dans (C.R.E.D.E.G.) par un microscope optique connecté avec un micro-ordinateur muni d'une caméra numérique et on prend des images par le logiciel « **Analysis** » qui permet de lire et sauvegarder les images sur le micro-ordinateur. Ce microscope optique permet d'agrandir l'image jusqu'à 1000 fois. Après l'obtention des images nous avons traité ces images par un logiciel qui permet d'identifier le taux de la phase sigma(σ). On calcul le taux de la phase σ pour différents échantillons.

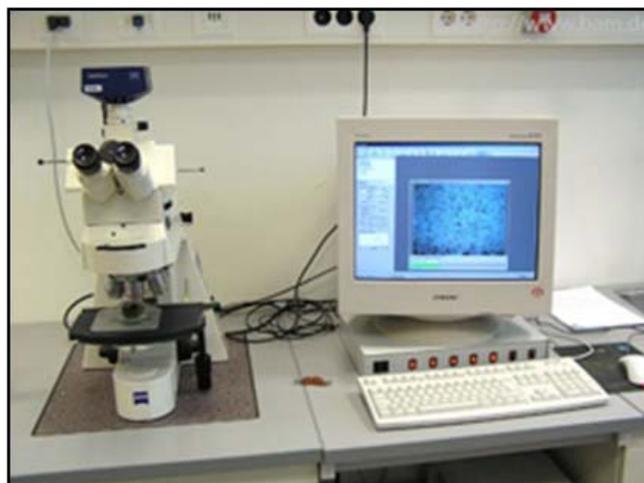


Figure IV.5: le microscope optique connecté avec un micro-ordinateur muni d'une caméra numérique.

IV.6 Traitement d'image

IMAGE.J : est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images. Le J indique que le programme a été écrit en Java, ce qui en fait un logiciel utilisable sur différents systèmes d'exploitation. ImageJ permet de dénombrer des particules, de mesurer diverses grandeurs (distances, surfaces), d'extraire des coordonnées de contours. Dans notre cas on utilise ce logiciel pour avoir le taux surfacique des phases.

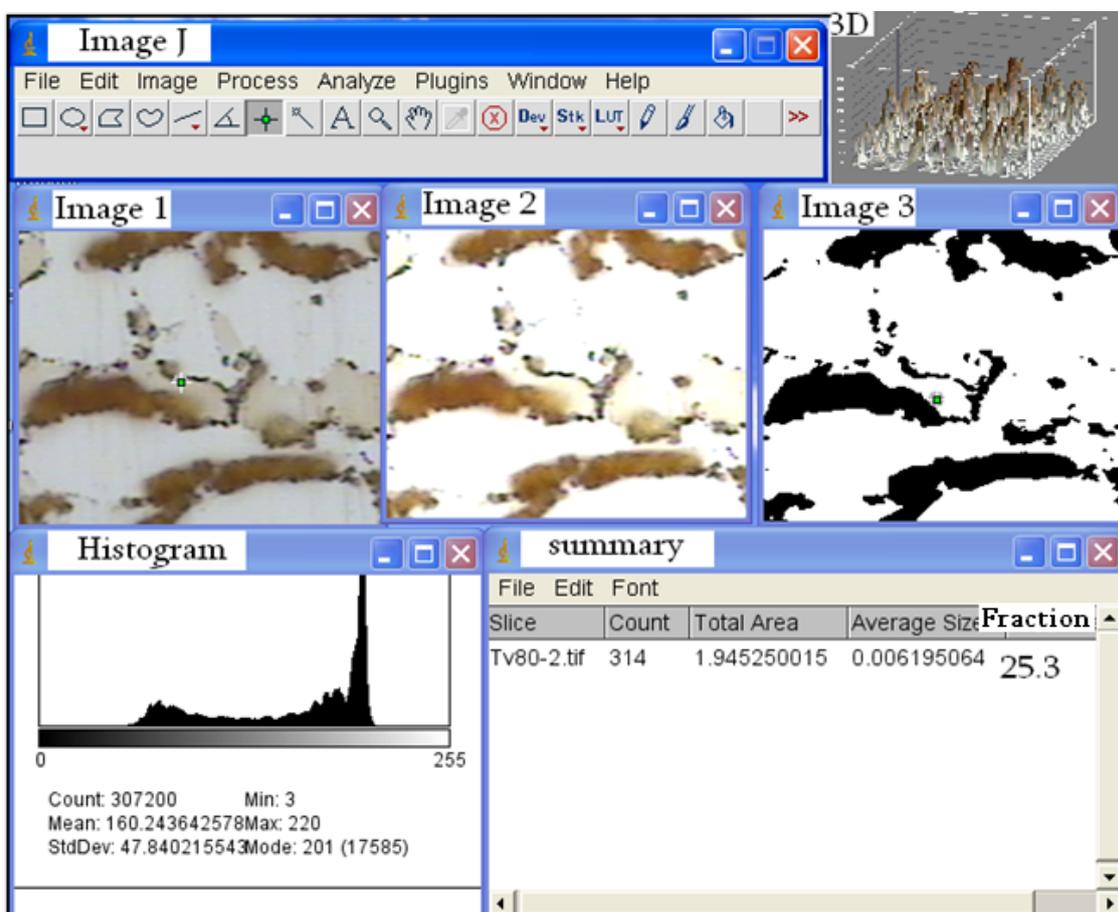


Figure IV.6: logiciel de traitement d'image **IMAGE J.**

On a utilisé ce logiciel pour calculer le taux de la phase sigma pour chaque échantillon, et on peut avoir aussi une image en 3D comme montre la figure IV.7

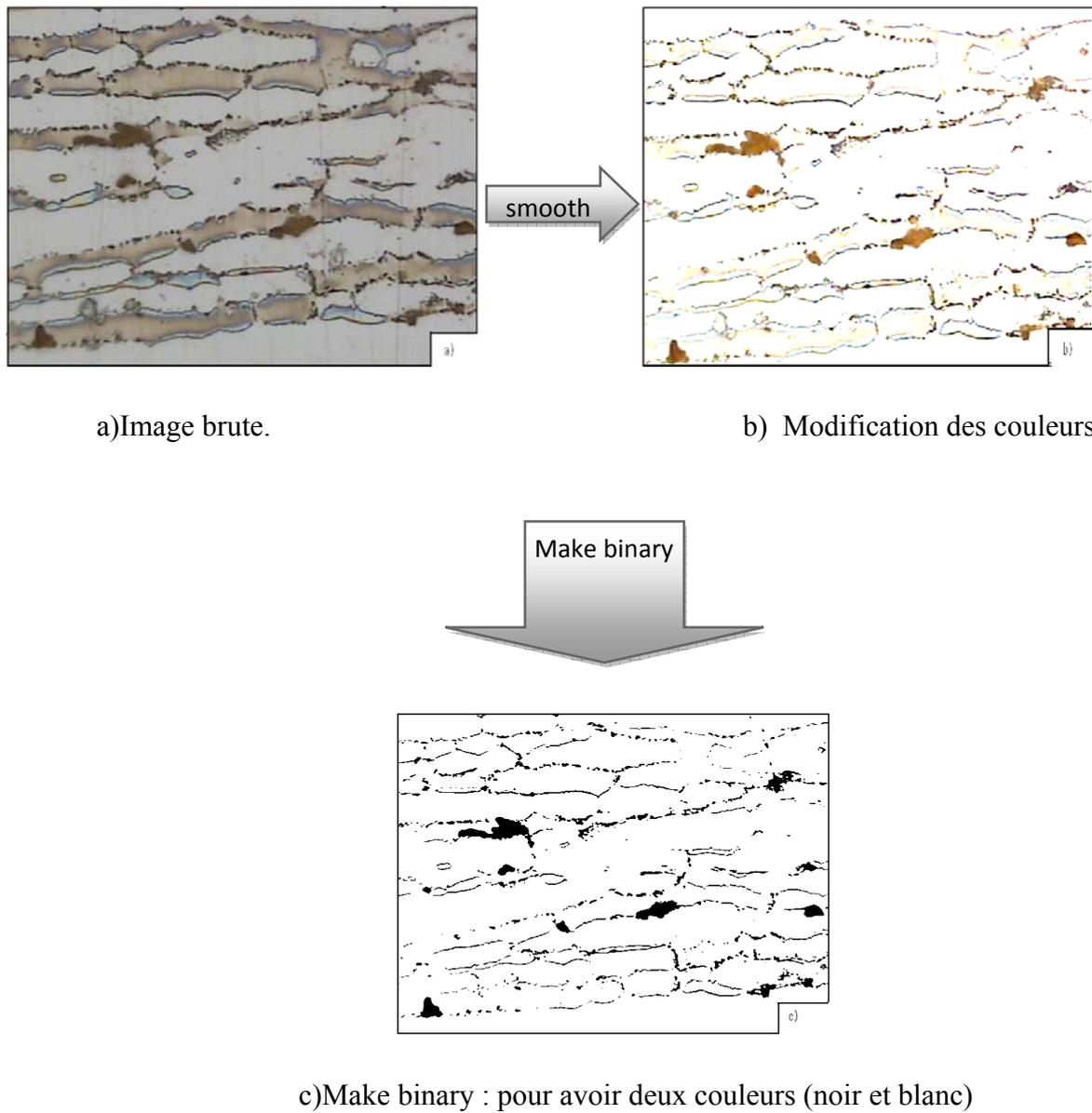
Technique de traitement d'image par image J

Figure IV.7: traitement d'image par Image J a) image initiale, b) Identifier la phase sigma

c)mettre l'image en noir et blanc.

IV. 7 Teste de la dureté

Le calcul de la dureté a été fait au laboratoire de département métallurgie (ENP) par un duromètre (figure IV.8), qui permet de calculer la microdureté Vickers. Le but de mesurer la dureté est d'identifier l'évolution de la dureté en fonction du temps de maintien.

Principe

La microdureté Vickers consiste à enfoncer un pénétrateur en diamant de forme pyramidale de base carrée et d'angle 136° dans l'échantillon sous l'effet d'une charge, comme le montre dans la figure V.I.9, après on obtient une empreinte. On calcule les diagonales de cette empreinte et on fait la moyenne puis on applique la loi. Nous avons fait plusieurs essais pour chaque échantillon.



Figure IV.8: Microduromètre INSTRONWOLPERT TESTOR.

$$Hv = 0.1892 \frac{F}{d^2}$$

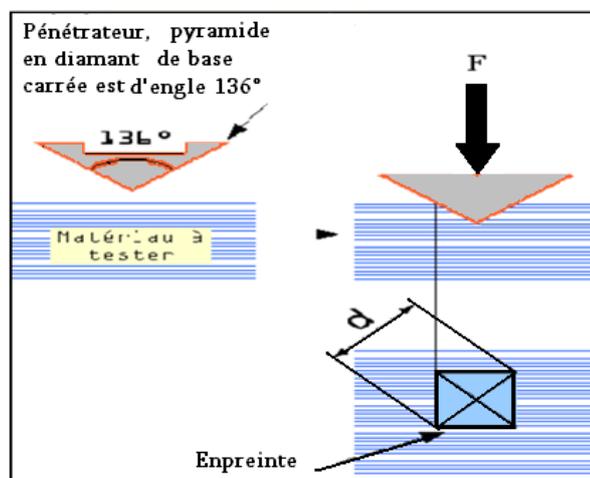


Figure IV.9 : principe de l'essai de dureté.

Chapitre V

Résultats et interprétation.

- 1- Evolution structurale
- 2- La cinétique de précipitation de la phase sigma
- 3- Modification d'Equation de J.M.A

Introduction

Le matériau utilisé dans notre étude est l'acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) qui constitue par des agrégats d'austénite et des agrégats de ferrite avec des proportions égaux.

50% α , 50% γ comme le montre dans la figure V.1.

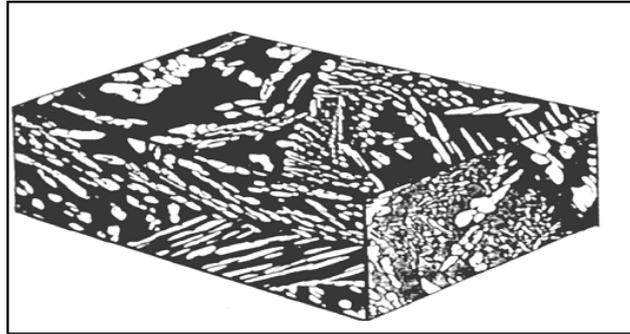


Figure V.1: aciers inoxydables duplex.

L'austénite qui a une structure équiaxiale, la ferrite présente une structure aléatoire.

V.1 Evolution structurale de l'acier lors des traitements thermiques

V.1.1 Hypertrempe :

La figure V.2 présente la structure de l'acier inoxydable 2205 à l'état de réception : la structure est biphasée austénite + ferrite avec des taux équivalents (50% ferrite), en remarque que la structure ne contient pas des précipités (carbures de chrome ...etc.) Les grains sont largement grossiers.

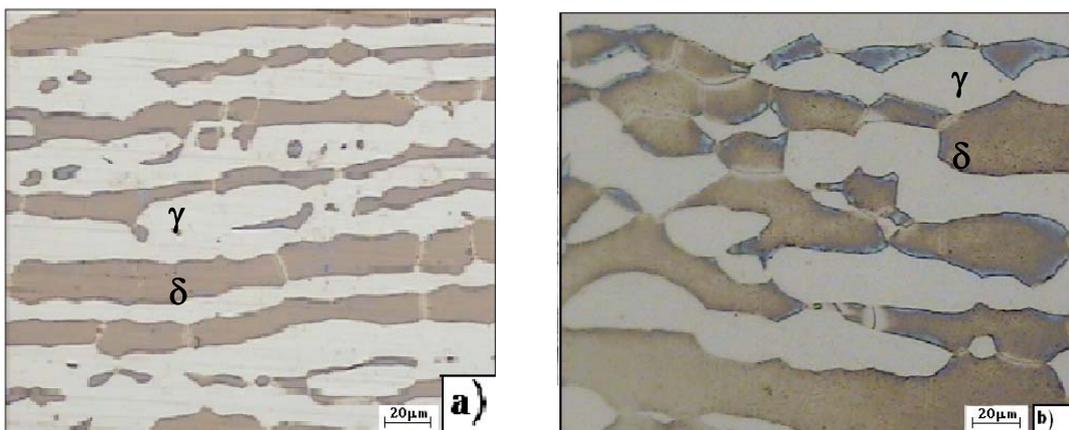


Figure V.2 : a) Structure de l'acier 2205 après l'hypertrempe à 1050°C. b). Structure de l'acier après hypertrempe à 1150°C. et revenus à 750°C.

La trempe permet d'avoir une homogénéisation de la structure et d'éviter les précipitations des phases secondaires. On obtient après la trempe une structure grossière. On remarque que l'acier, qui a subi une hypertrempe à 1150°C, a des grains plus grands que ceux de l'acier hypertrempe à 1050°C. Donc, quand la température de trempe augmente, le grossissement des grains augmente.

Le but principale de trempe est d'avoir une structure austéno-ferritique avec 50% de ferrite, et d'éviter aussi toutes les précipitations.

V.1.2 Les traitements de revenus:

Evolution de phase sigma après l'hypertrempe à 1050°C et revenu à 700°C :

On a 11 enchantions qui ont été préparé après les traitements de vieillissement pour prendre des images. On obtient donc les images suivantes :

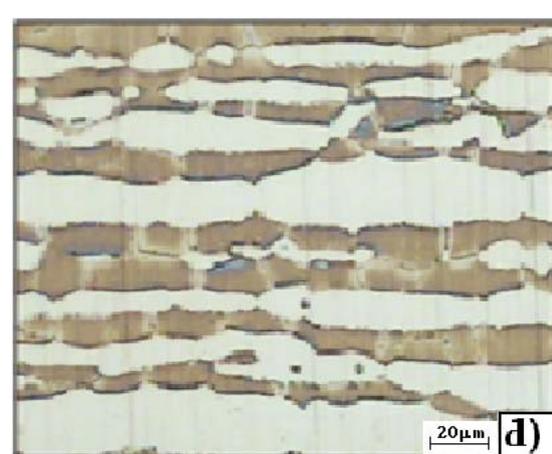
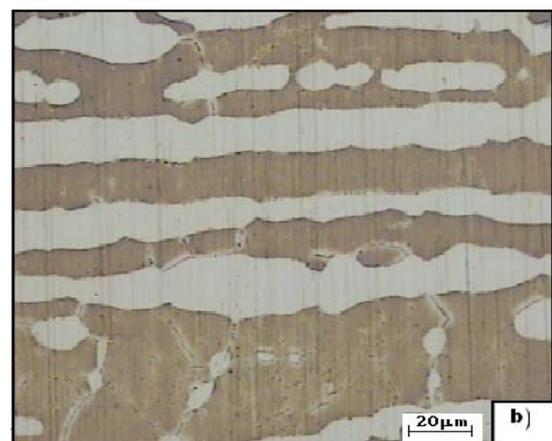
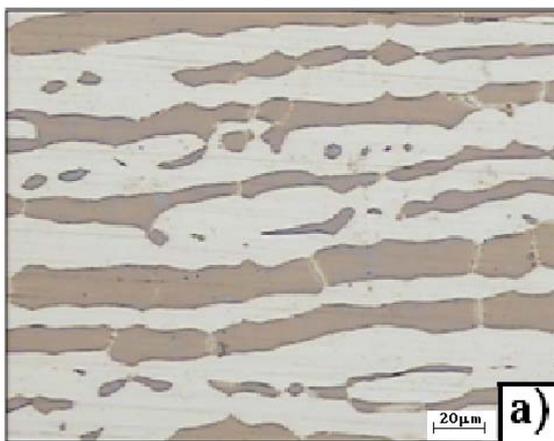


Figure V.3 : Evolution de la microstructure des échantillons après l'hypertrempe à 1050°C puis revenu à 750°C pendant : (a) 15mn; (b) 25mn ; (c) 30mn, (d) 45mn.

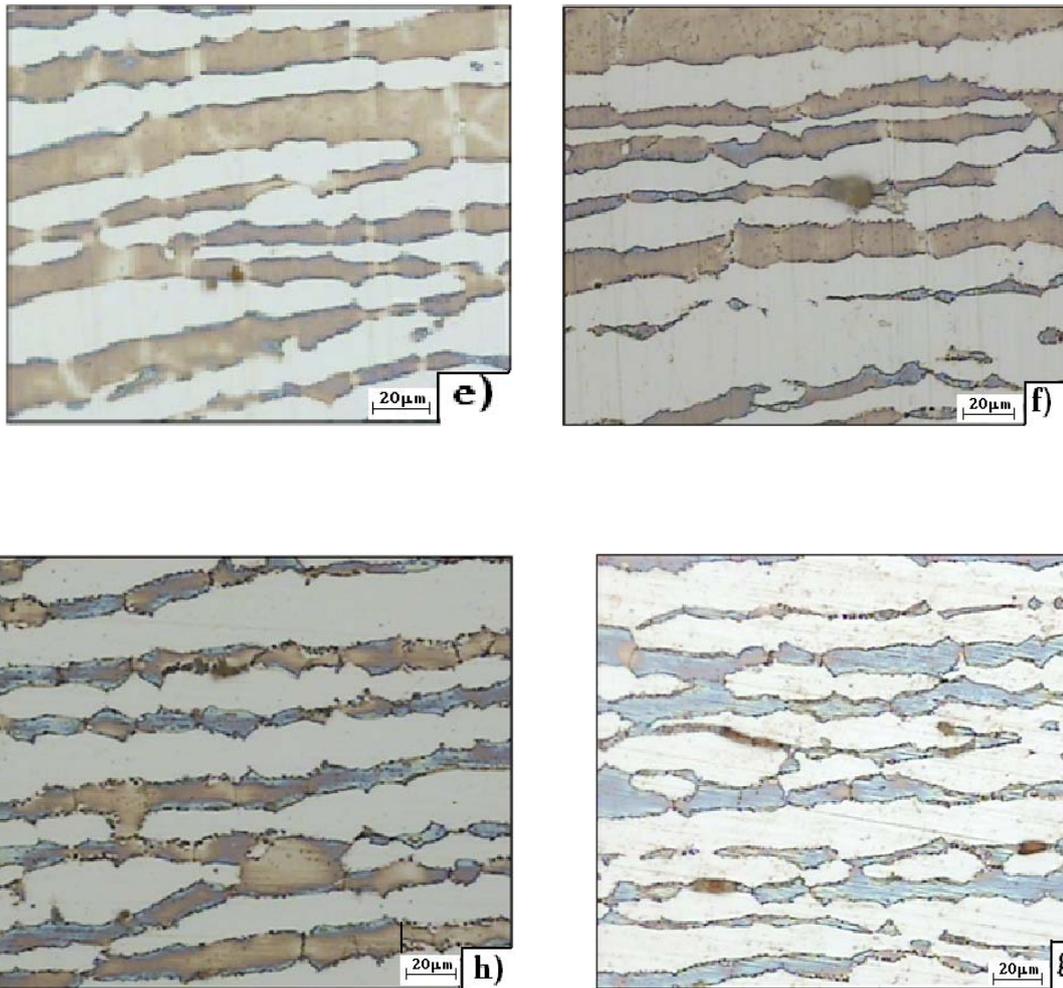
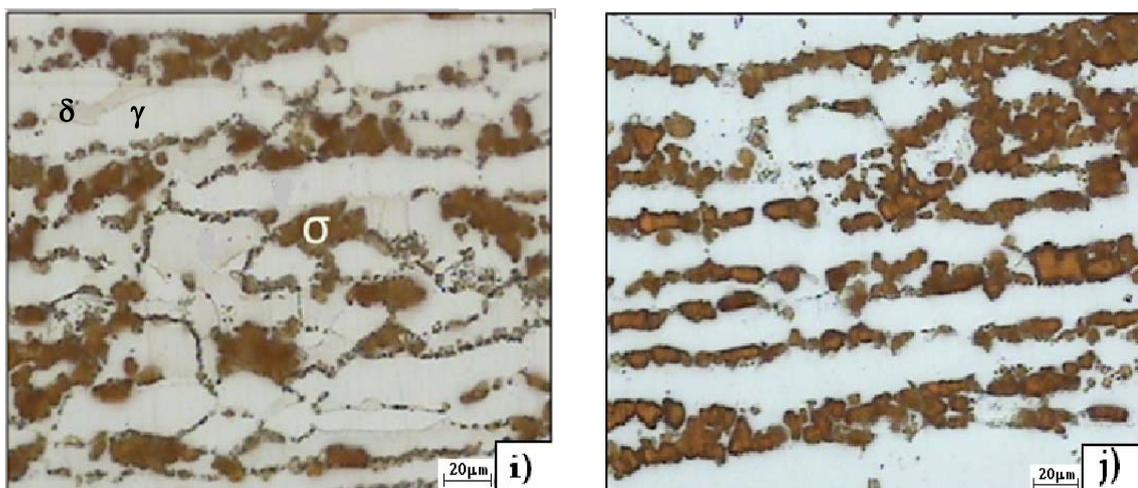


Figure V.4: Evolution de la microstructure des échantillons après hypertrempe à 1050°C et revenu à 750°C pendant : (e) 1h; (f) 1.5h ; (g) 2h ; (h) 3h ; 1h.



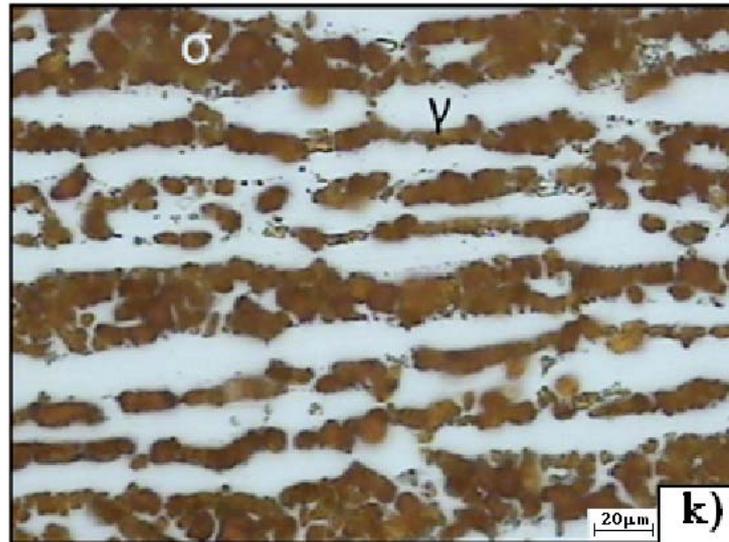


Figure V.5 : Evolution de la microstructure des échantillons après hypertrempe à 1050°C et revenu à 750°C pendant :(i) 7h;(j) 30 ;(k) 72h.

V.1.3 Interprétation des résultats obtenus par l'analyse d'image

Les figures V.3, V.4, V.5 représentent les résultats de traitement de revenu à 750°C après une hypertrempe à 1050°C pour les échantillons 1...11. On remarque après les traitements de revenus que le taux de la ferrite diminue jusqu'à la disparition totale. Tandis que le taux de la phase sigma augmente. Mais la germination de la phase sigma ne commence qu'après un certain temps de maintien, c'est-à-dire il n'y a pas de la phase sigma aux premiers temps (Voire figure V.3). En raison que l'énergie d'activation pour la formation de la phase sigma est faible à cette température donc il faut un temps assez long pour former la phase sigma. On remarque aussi que le début de la germination de la phase sigma commence au niveau des joints de grains (figure V.4), puis les germes se croissent vers la ferrite jusqu'à la disparition totale de la ferrite et la croissance de la phase sigma s'achève (figure V.5). On remarque aussi que l'austénite ne subit aucune transformation durant le traitement de revenu, et les joints de grains se déplacent au niveau de l'interface austéno-ferritique.

Pour les échantillons hypertrempés à 1150°C puis revenus à 750°C

La germination de la phase sigma dans les échantillons hypertrempés 1050°C est plus rapide que celle hypertrempés à 1150°C. Les échantillons hypertrempés à 1150°C ayant des grains plus grands que ceux des échantillons hypertrempés à 1050°C, et La formation de la phase sigma se commence au niveau de l'interface austéno-ferritique. Quand les grains augmentent, la densité des joints de grains diminue alors la formation de la phase sigma diminue.

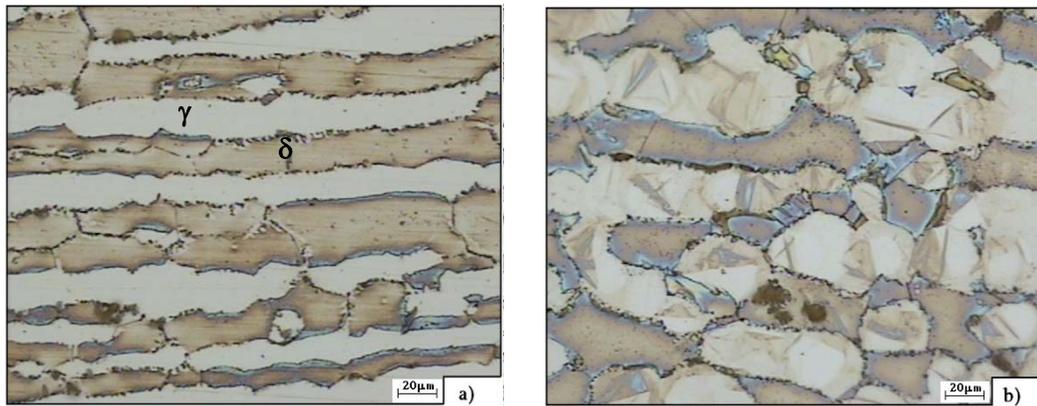


Figure V.6: a)hypertrempé à 1050°C puis revenus à 750°C, b) hypertrempé à 1150°C puis revenus à 750°C.

On voit que les grains de la figure V. 6.b sont plus grossiers que ceux da la figure V.7a donc la vitesse de germination de la phase sigma dans les échantillons hypertrempés à 1050°C est plus grande que celle des échantillons hypertrempés à 1150°C.

V.2 Cinétique de précipitation de la phase sigma :

Pour étudier la cinétique de précipitation de la phase sigma on a calculé le taux le cette phase pour tous les échantillons hypertrempés à 1050°C et 1150°C puis revenu à 750°C. Qui sont traités pendant des différentes durées, et on a calculé aussi la variation de la dureté.

Après le traitement d'image que nous avons fait par le logiciel de traitement d'image **Image J**, on a trouvé que le taux de la phase sigma pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et à 1105°C et un traitement de recuit à 750°C est négligeable pour les premiers échantillons. Puis il croît avec l'augmentation du temps de maintien

V.2.1 Etude de la cinétique de la phase sigma par analyse métallographique

A fin de déterminer le taux de la phase sigma on a utilisé le logiciel de traitement d'image IMAGEJ qui permet de donner la fraction surfacique de la phase sigma. On voit alors que le taux de la phase sigma est faible aux premiers temps puis il augmente avec l'augmentation du temps de maintien comme le montre dans le tableau V.1

Le **tableau V.1** présente la variation du taux de la phase et la fraction transformée y en fonction de temps de maintien pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

| | | | | | | | | | |
|------------------|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| t (mn) | 30 | 45 | 60 | 90 | 120 | 180 | 420 | 1800 | 4320 |
| Taux de σ | 0 | 2.36 | 3.71 | 4.09 | 6.52 | 11.58 | 21.65 | 34.61 | 36.25 |
| y | 0 | 0.065 | 0.102 | 0.112 | 0.179 | 0.319 | 0.597 | 0.954 | 1 |

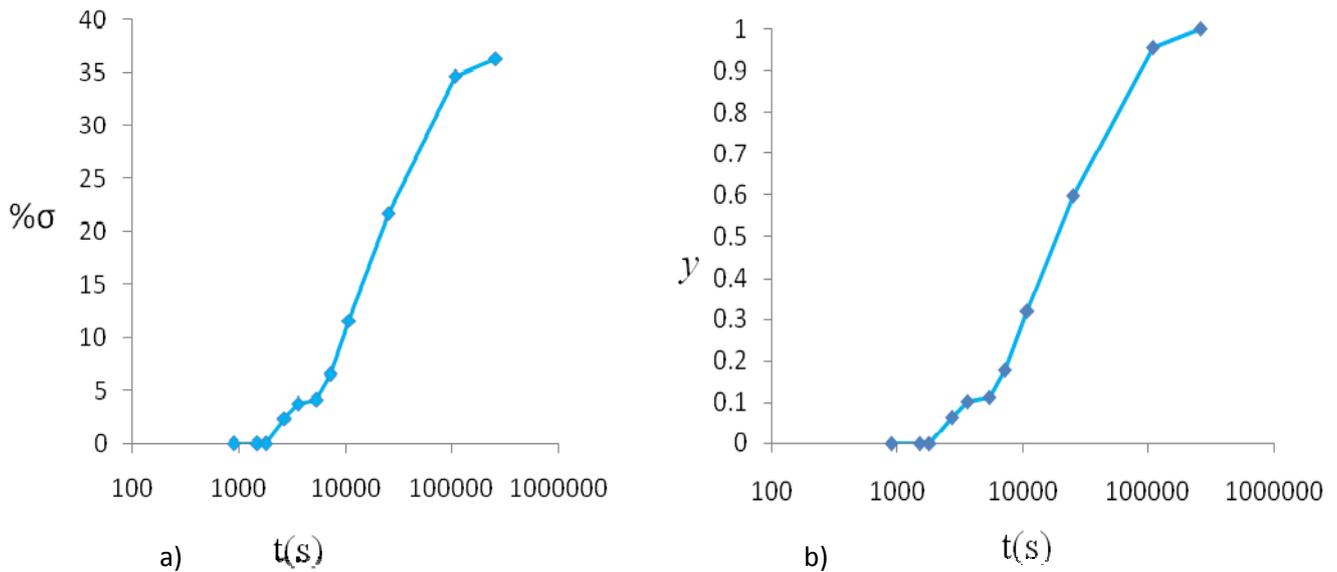


Figure V.7 : a) variation de taux de la phase sigma en fonction du temps. b) Variation de la fraction transformée y en fonction du temps. Pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

$y=f(t)$: est la fraction transformée de la phase sigma en fonction du temps. On voit que les deux courbes sont identiques.

Pour déterminer les paramètres de transformation l'exposant n et la constante k on utilise d'équation de générale de J.M.A.

$$y = 1 - \exp(-(kt)^n) \tag{V.1}$$

k: est la constante des vitesses ; **n** : est l'exposant.

D'après l'équation de J.M.A
$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right) = n \ln t + n \ln k .$$

On va dessiner la courbe $\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right)$ en fonction de $\ln t$. La courbe est une droite de type

$$Y = a * t + b.$$

Tableau V.2 : Les coordonnées (x, y) de la fonction droite.

| | | | | | | | | |
|---|-------|--------|-------|-------|-------|------|-------|-------|
| Ln(t) | 7.31 | 7.49 | 8.18 | 8.59 | 8.88 | 9.28 | 11.58 | 12.46 |
| $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right)$ | -1.87 | -1.181 | -1.57 | -1.50 | -0.97 | 0.18 | 1.27 | 2.44 |

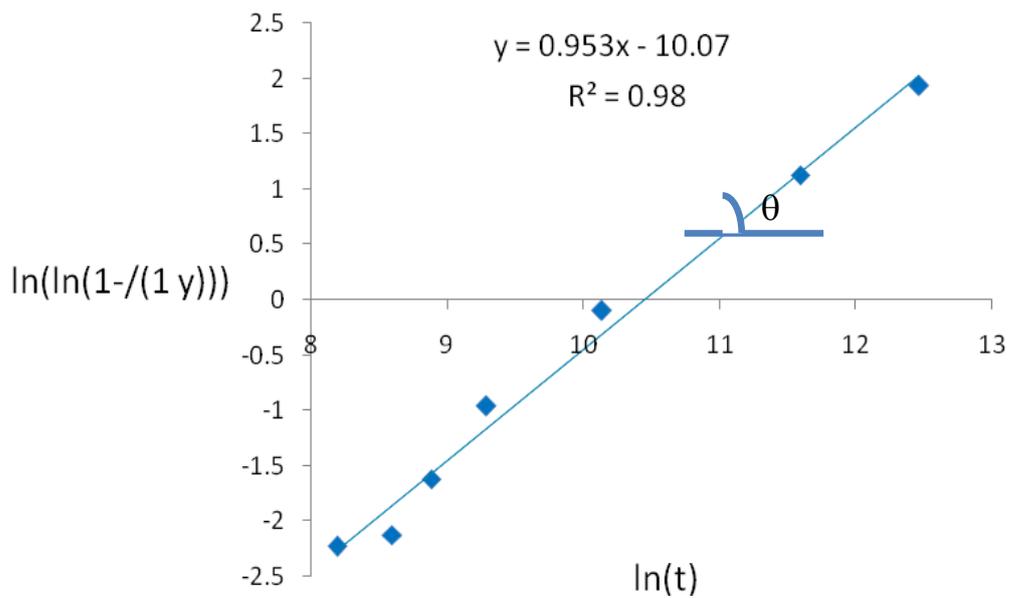


Figure V.8 : Courbe représentant l'évolution de $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$, pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

L'équation de la courbe est : $y = 0.953 X - 10.07$.

Donc on peut conclure n directement $n = \tan \theta = 0.953$. On peut calculer k à partir de l'équation précédente. $k1 = 2.92649 \text{ E-}05$.

$$\begin{cases} n1 \\ k1 \end{cases} = \begin{cases} 0.953 \\ 0.0000257 \end{cases}$$

Alors l'équation de J.M.A s'écrit comme suit :

$$y = 1 - \exp[-(0.0000253t)^{0.953}]$$

V.2.2 Etude de la cinétique de la phase sigma par évolution de la micro dureté Vickers.

Evolution de la dureté Vickers (HV) en fonction de temps de maintien : Après le calcul de la dureté on a trouvé que la dureté augmente avec l'augmentation du temps de maintien. Le tableau V.3 présente d'évolution de la dureté en fonction du temps maintien.

Tableau V.3: variation de la micro dureté Vickers en fonction de temps de maintien.

| t (mn) | 30 | 45 | 60 | 90 | 120 | 180 | 420 | 1800 | 4320 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| dureté (HV) | 254.6 | 254.1 | 263.7 | 267.2 | 268.9 | 274.3 | 300.9 | 318.3 | 321.2 |

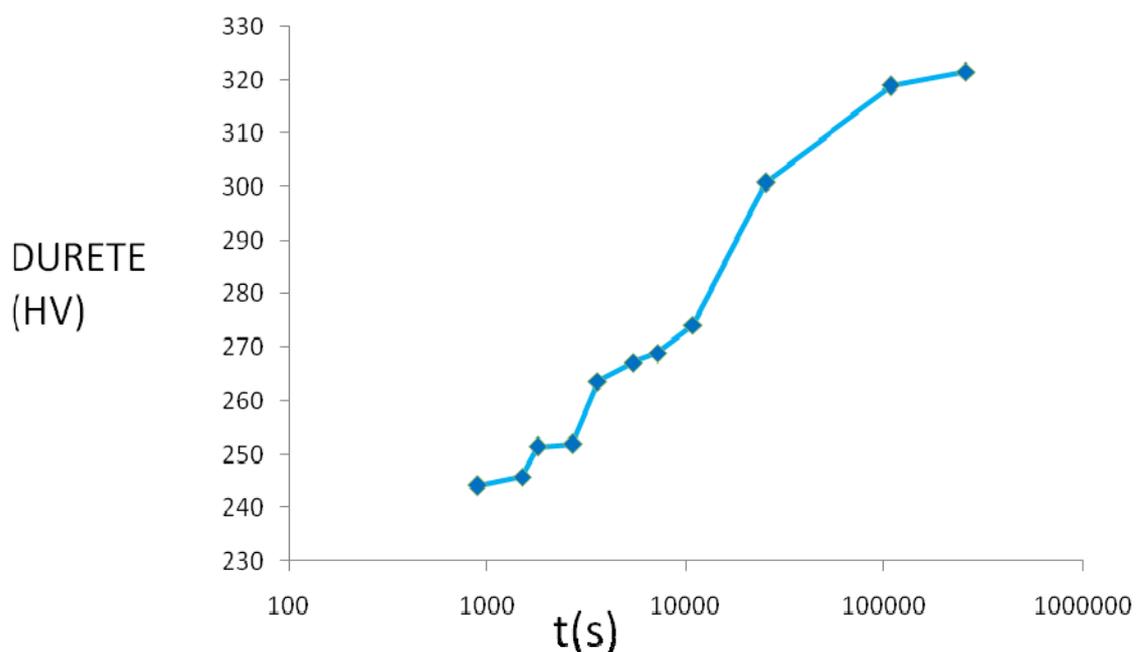


Figure 9 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

Afin de déterminer n et k on va dessiner la courbe de $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$

Tableau V.4 : Les coordonnées (x, y) de la fonction droite.

| | | | | | | | | |
|---|-------|-------|-------|-------|------|------|-------|-------|
| Ln(t) | 7.31 | 7.49 | 8.18 | 8.59 | 8.88 | 9.28 | 11.58 | 12.46 |
| $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right)$ | -3.86 | -2.12 | -2.18 | -1.45 | 1.26 | 1.17 | 1.94 | 0.06 |

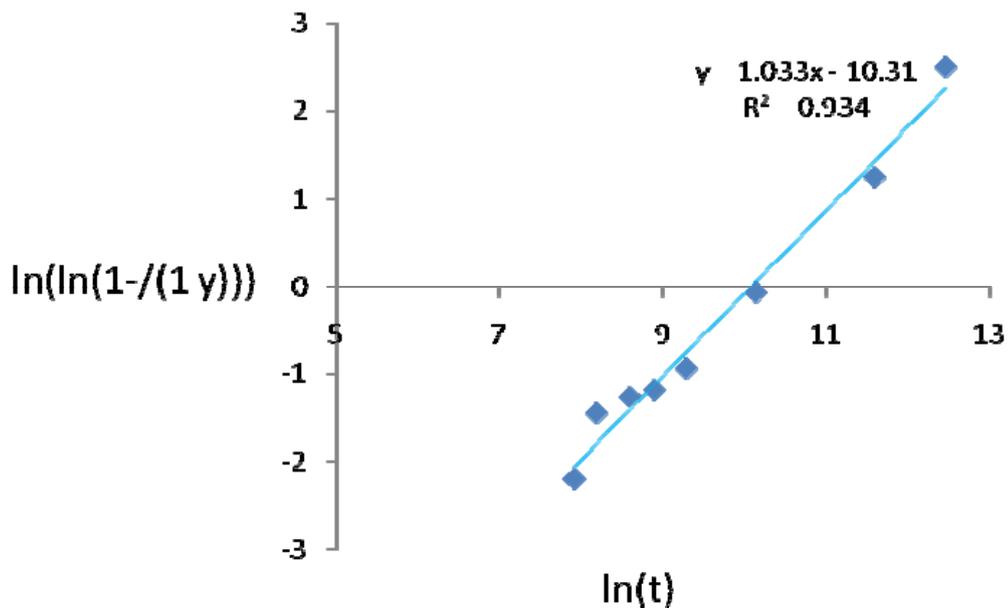


Figure 10: Courbe représentant l'évolution de $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$.

L'équation de la courbe est : $y=1.033 x-10.31$ Donc $\begin{cases} n2 \\ k2 \end{cases} = \begin{cases} 1.033. \\ 0.000046. \end{cases}$

Donc l'équation de J.M.A est : $y = 1 - \exp [-(0.000046t)^{1.033}]$

V.3 Modification des équations de J.M.A

V.3.1 les courbes d'évolution modifiant pour les méthodes d'identification

$$\text{Pour } c \neq 0 \quad n \ln K + n \ln t = \ln \left[\frac{(1-y)^{-c} - 1}{c} \right] \quad \text{V.2}$$

Après la modification on a trouvé que les paramètres de n et k sont changés. On fait varier la constante c jusqu'à où R^2 le coefficient de corrélation attend une valeur plus proche de 1.

A-L'analyse quantitative.

La figure suivante présente la fonction $\ln\left[\frac{(1-y)^{-c}-1}{c}\right]$ en fonction de $\ln t$. Pour l'analyse quantitative.

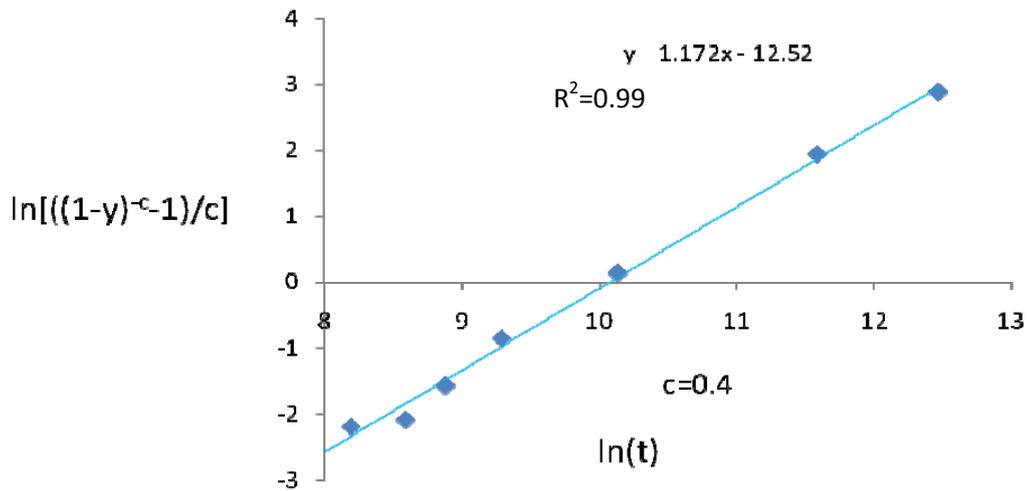


Figure V.11: Courbe représentant l'évolution de $\ln\left(\frac{(1-y)^{-c}-1}{c}\right)$ en fonction de $\ln(t)$ pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

Donc les valeurs de n et k $\left\{ \begin{array}{l} n'1 = 1.17. \\ k'1 = 3.86E - 05 \end{array} \right.$

b-L'évolution de la dureté :

La constante $c=0.117$ pour un coefficient de corrélation égale à $R^2= 0.94$.

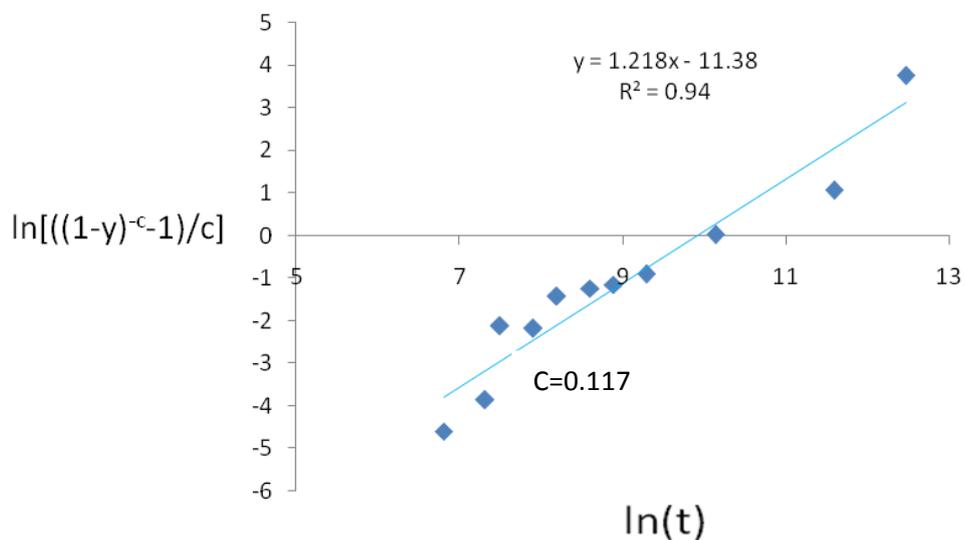


Figure 12: Courbe représentant l'évolution de $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$ pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

Donc les valeurs de n et k sont:
$$\begin{cases} n'2 \\ k'2 \end{cases} = \begin{cases} 1.21 \\ 0.000058. \end{cases}$$

C- Courbes d'évolution de J.M.A pour les méthodes de détermination

Les équations modifiées de J.M.A pour les deux méthodes après la modification sont :

$$\begin{cases} y_1 = 1 - \exp[-(0.000038t)^{1.17}] \\ y_2 = 1 - \exp[-(0.000058t)^{1.21}] \end{cases}$$

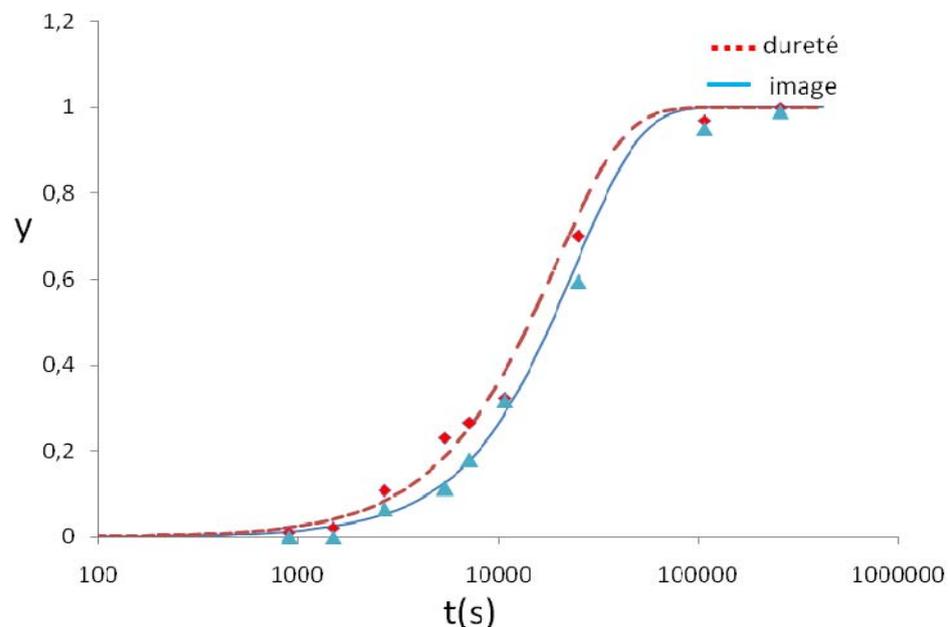


Figure V.13 : Evolution de la fraction y transformée en fonction du temps calculée par les deux méthodes pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

On remarque que les deux courbes d'évolution de la fraction transformée y en fonction du temps sont comparables. Mais il y a également une petite différence entre elles.

L'étude de la cinétique de précipitation de la phase sigma par la méthode d'analyse d'image est plus précise que le calcul de la dureté. Parce que l'acier que nous avons étudié est un acier biphasé (ferrite + austénite), et au cours du temps de maintien il serait polyphasé (α , γ , σ) donc la dureté calculée est la moyenne entre les duretés des phases. Donc cette méthode est une méthode indirecte pour étudier la cinétique de précipitation de la phase sigma. Et l'analyse d'image peut nous donner une précision mieux que le calcul de la dureté

V.3.2 Evolution de la vitesse de précipitation pour les deux méthodes.

L'équation générale de la vitesse : $\frac{dy}{dt} = K^n t^{n-1} (1-y)^{c+1}$.

V.3

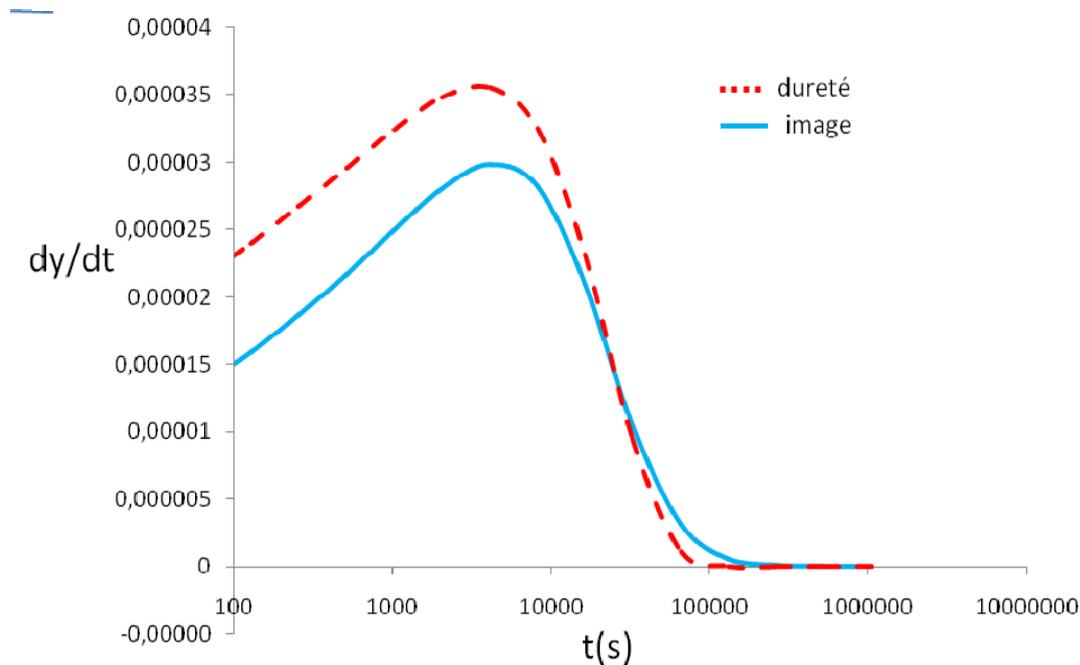


figure V.14 : variation de la vitesse de précipitation en fonction du temps pour les deux méthodes pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et revenus à 750°C.

On distingue d'après la courbe de la vitesse en fonction du temps (figure 17) trois stades de variation de la vitesse de précipitation de la phase sigma.

T < 45mn : on voit dans ce stade que la vitesse de précipitation croît avec l'augmentation du temps de maintien. Ce stade correspond le début de germination de la phase sigma au niveau des joint des grains, on assiste à l'apparition de précipités dont le nombre est très élevé et de taille petite.

45mn < T < 30 h : dans ce stade la vitesse de précipitation diminue au cours du temps de maintien jusqu'à ce qu'elle atteigne zéro. Dans ce stade les premiers germes que se forment vont croître tandis qu'il y a des nouveaux germes qui se forment mais de nombre très faible par rapport au premier stade.

T > 30h : on remarque dans ce stade que la vitesse de précipitation est nulle. On assiste au phénomène de coalescence. Où les grains croissent au détriment des plus petits qui sont éliminés.

Pour déterminer la vitesse maximale de précipitation on dérive la vitesse par rapport au temps en on trouve donc :

$$\frac{d^2 y}{dt^2} = (kt)^n n \cdot \exp [-(kt)^n] \frac{n-1-n(kt)^n}{t^2} \quad \text{V.4}$$

Pour avoir le temps de la cinétique maximale on annulant cette dérivée.

Tableau V.5: paramètres des courbes de vitesses pour les deux méthodes de détermination.

| | n | K | Vmax | Temps (s) |
|--------------------------|----------|----------|-------------|------------------|
| Métallurgie quantitative | 1.23 | 4.3E-05 | 2.8434E-05 | 4808 |
| Evolution de dureté | 1.16 | 4.7E-05 | 3.5597E-05 | 4096 |

$$V_m = (V_1 + V_2)/2 = 3.27304E-05 \cdot s^{-1} \quad t_m = 4452 \text{ s.}$$

V.3.3 Effet de la température d'hypertrempe sur les courbes d'évolution :

On a deux température d'hypertrempe : 1050°C et 1150°C , à l'aide de la méthode de d'analyse d'image, nous avons calculé le taux la phase sigma.

La courbe d'évolution de la fraction recristallisée y en fonction du temps pour les deux températures d'hypertrempe.

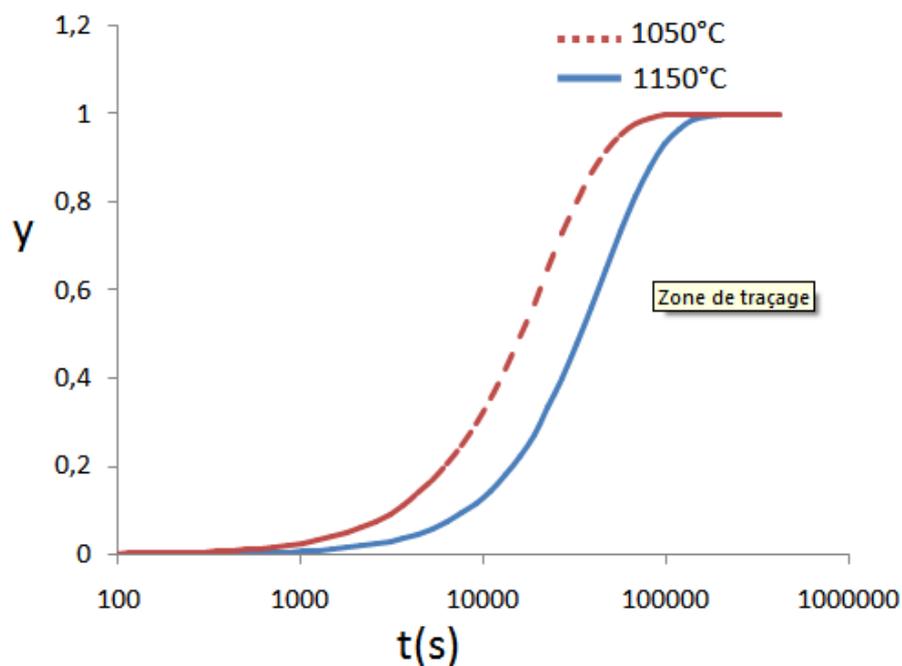


Figure V.15: Evolution de la fraction transformée y en fonction du temps pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et 1150°C. puis revenus à 750°C.

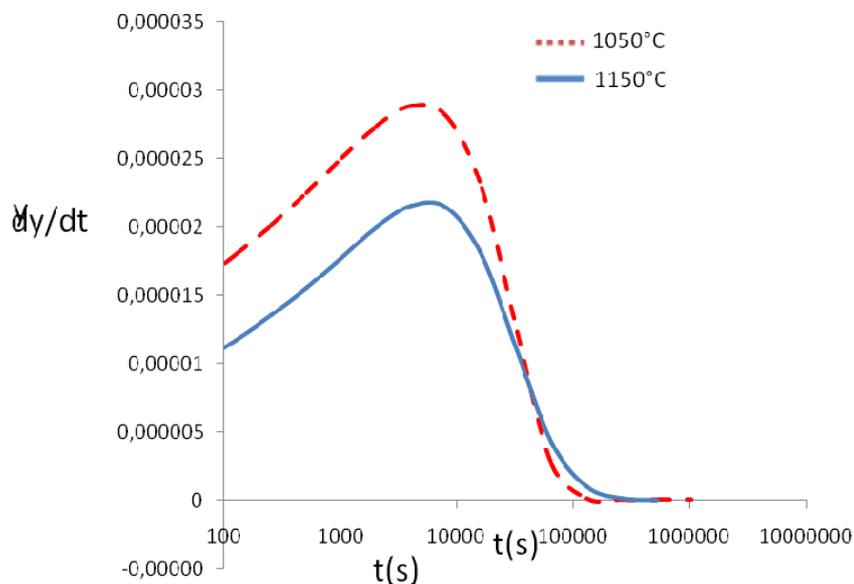


Figure V.16 : Evolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps pour les échantillons hypertrempés à 1050°C et 1150°C. puis revenus à 750°C.

On remarque dans les figures V.17 et V.18 que la vitesse de précipitation de la phase sigma pour les échantillons hypertrempés à 1050°C est plus rapide que celle des échantillons hypertrempés à 1150°C.

Quand la température d'hypertrempe augmente deux modifications ont lieu, d'abord l'augmentation de la teneur en ferrite et le grossissement des grains. C'est-à-dire lorsque la température d'hypertrempe augmente le taux de la ferrite augmente ce qui favorise la précipitation de la phase sigma, tandis que la densité des joints de grains diminue ce qui défavorise la précipitation, et les joints de grains sont à l'origine de précipitation. Aussi lorsque la température augmente le taux de chrome et de Molybdène dans la ferrite diminue. Donc on conclue que le taux de la phase sigma diminue quand la température d'hypertrempe augmente.

Conclusion

Le modèle empirique de Johnson-Mehl-Avrami utilisé dans cette étude permet de décrire la cinétique de précipitation de la phase sigma dans l'acier inoxydable duplex 2205. Les résultats obtenus par l'analyse d'image sont plus précis que ceux qui sont obtenus par l'évolution de la dureté. Parce que l'analyse d'image est une méthode directe de caractérisation tandis que l'évolution de dureté est une méthode indirecte.

Conclusion générale

D'après ce travail nous permet de tirer les conclusions suivantes :

Le traitement d'hypertrempe à 1050° de l'acier inoxydable duplex permet de donner une structure austéno-ferritique avec un taux de la ferrite de 50%, sans précipités.

Après les traitements de vieillissement à 750°C on a trouvé que le taux de la phase sigma augmente avec l'augmentation du temps de maintien jusqu'à 36%.

On a trouvé que la micro dureté Vickers de l'acier augmente avec l'augmentation du temps de vieillissement se qui veut dire que la phase sigma provoque une fragilisation du matériau. Donc la phase sigma est plus dure et fragile.

L'étude de la cinétique de précipitation de la phase sigma par la méthode de la métallurgie quantitative donne des résultats plus précis que la méthode de caractérisation mécanique, parce que la métallurgie quantitative est une méthode directe, tandis que la caractérisation mécanique est une méthode indirecte et la structure de l'acier est polyphasée. Donc ne peut pas avoir une dureté bien précisée du matériau utilisé.

Au début la structure de l'acier est biphasée (α , γ) avec 50% de ferrite. Mais à la fin de la transformation on a trouvé que la ferrite est totalement disparue et il ne reste que l'austénite et la phase sigma avec 36% de phase sigma et le reste c'est de l'austénite. Alors que la ferrite se transforme en sigma plus l'austénite secondaire.

La vitesse de germination de la phase sigma augmente jusqu'à un point critique puis elle diminue vers le zéro. Donc la cinétique de précipitation de la phase sigma suit le modèle de J.M.A.

La température d'hypertrempe influe sur la vitesse de germination de la phase sigma. Quand la température augmente la vitesse diminue.

La méthode de caractérisation par métallurgie quantitative donne des résultats acceptables parce qu'il suit le modèle de J.M.A. Mais on peut avoir des résultats plus précis si on utilise d'autres méthodes de caractérisation, comme par exemple la microscopie électronique à balayage ou diffraction des rayons x, qui permettent de donner des résultats plus proches de la réalité.

Bibliographie

- [1] GUY DAVID .C.N A.M. Les aciers inoxydables. propriétés-Mise en ouvre-Emploi-Normes. Technique de decomposition-Lavoisier 1990.
- [2] A. JOHN SEDRIKS, Corrosion of stainless steels. INCO research and development center sterling forest.1979.
- [3] P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Propriétés. Résistance à la corrosion. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. p 1-17. 2005.
- [4]. R. N.GUNN. Duplex Stainless Steels. 2000.
- [5] P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Critères de choix et structure. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. 2002.
- [6] P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Propriétés. Résistance à la corrosion. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. 2003.
- [7] A.HACINI. Effets de Précipitation des Carbures de Chrome et la Phase Sigma sur le Comportement Mécanique et la Résistance à la Corrosion des Joints Soudés en Acier Inoxydable Duplex S32550 (25%Cr). Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique. 2007.
- [8] [13] P-Jean CUNAT. Propriété. Résistance à la corrosion. Technique de l'ingénieur M4541 p1-17,24-31 2005.
- [9]: ROBERT N GUNN, duplex stainless steels, p24-79. 1997.
- [10] N. KHERROUBA. Précipitation de la Phase Sigma dans Soudures d'Acier Inoxydable Duplex 2205. Mémoire de Magister. ENP. 2006.
- [11] LAADJEL SAMIR. Caractérisation microstructurale et mécanique de la soudure hétérogène des aciers inoxydables : Duplex-Austénitique. Mémoire de PFE.2005.
- [12] L. COLOMBIER, J. HOCHMANN, Les aciers inoxydables, Les éditions de physique, 1990.
- [13] PIERRE SOULIGNAC. Chaudronnerie en aciers inoxydables. Technique de l'ingénieur.BM 6570.
- [14]F.DELATTRE. le soudage des aciers inoxydables.1964.
- [15] [1] M. BOUABDALLAH. Microstructure et Propriétés aux Interfaces Métalliques. 2004.
- [16] J. Burke. La cinétique des changements de phases dans les métaux. Masson et Cie éditeurs. 1968.