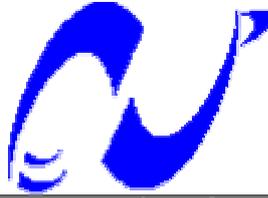


**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique**

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Mémoire de Magister

THÈME

**PRÉCIPITATION DE LA PHASE SIGMA ET DES
CARBURES DE CHROME DANS LES SOUDURES D'ACIER
INOXYDABLE DUPLEX 2205**

Réalisé par

KHERROUBA Nabil

Ingénieur d'état en Métallurgie

Proposé par

Pr. Mabrouk BOUABDALLAH

Promotion 2005 – 2006

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تشخيص ظاهرة ترسب الطور سيغما (σ) وكربيدات الكروم في ملحقات من حديد صلب غير قابل للتأكسد اوستينوفيري تي 2205 تعرضت إلى معالجة حرارية تتمثل في تبريد سريع في الماء بعد تسخين عند ثلاث درجات حرارة مختلفة (1050°C , 1150°C و 1250°C) ثم إعادة تسخين عند درجة حرارة 850°C .

سنتبع إذن التغيرات التي تطرأ على كمية سيغما و كربيدات الكروم اللذان يترسبان بتغير كمية الطور ديلتا و كثافة حدود الحبيبات و مدة الإبقاء عند درجة حرارة 850°C و مدى تأثير ظاهرة الترسب هذه على صلابة الحديد الصلب غير القابل للتأكسد 2205 و متانته.

كلمات مفتاحية : الطور سيغما, كربيدات الكروم, حديد صلب غير قابل للتأكسد اوستينوفيري تي, المتانة, معالجة حرارية.

Résumé

L'objectif de cette étude est la caractérisation microstructurale et mécanique de la précipitation de la phase sigma (σ) et des carbures de Chrome dans des soudures d'acier inoxydable duplex hypertrempé à partir de trois températures (1050°C , 1150°C et 1250°C) puis revenu à la température de 850°C .

On suivra ainsi l'évolution du taux de la phase sigma et des carbures de Chrome qui précipitent en fonction de l'évolution du taux de la ferrite, de la surface spécifique des joints de grains et du temps de maintien à 850°C et l'effet de cette précipitation sur la microdureté ainsi que sur la ténacité.

Mots clefs : Phase sigma, carbures de Chrome, acier inoxydable duplex, ténacité, traitement thermique.

Abstract

The aim of this study is to characterise the precipitation of sigma phase (σ) and Chromium carbides in duplex stainless steel welds quenched from three temperatures (1050°C , 1150°C and 1250°C) then tempered at 850°C .

So, we follow the evolution of sigma phase and Chromium carbides contents that precipitate depending on the evolution of ferrite content, specific area of grain boundaries and time of aging at 850°C and the effect of this precipitation on the microhardness and the toughness.

Key words: sigma phase, Chromium carbides, duplex stainless steel, toughness, heat treatment.

A mes parents...

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à remercier Mon Directeur de thèse Pr. BOUABDALLAH Mabrouk ainsi que Mr BADJI Riadh, qui sont à l'origine de cette étude, pour leur soutien, leurs conseils et leur disponibilité.

Je remercie aussi tout le personnel du Centre de Recherche Scientifique et Techniques en Soudage et Contrôle (CSC) et plus particulièrement Mr BETTAHAR Kheireddine pour son aide précieuse.

Je n'oublie pas d'exprimer ma gratitude à Mr ACHICHE de l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers et Mme KACI de l'Entreprise Nationale des Arts Graphiques pour leur aide et leur disponibilité.

Je remercie enfin tous les enseignants qui ont contribué à ma formation durant toute ma scolarisation.

Table des matières

Introduction Générale	1
Chapitre I : Les aciers inoxydables	4
I.1 Définition	5
I.2 Historique	5
I.3 Etude des aciers inoxydables	6
I.3.1 Alliage Fer-Carbone	6
I.3.2 Alliage Fer-Chrome	6
I.3.3 Alliage Fer-Nickel	6
I.3.4 Alliage ternaire Fer-Chrome-Carbone	8
I.3.5 Alliage ternaire Fer-Chrome-Nickel	8
I.4 Influence des éléments d'addition	10
I.5 Principaux constituants des aciers inoxydables	12
I.5.1 Matrice	13
I.5.2 Phases interstitielles	13
I.5.3 Phases intermétalliques	13
I.6 Les familles d'aciers inoxydables	13
I.6.1 Les aciers inoxydables ferritiques	14
I.6.2 Les aciers inoxydables martensitiques	14
I.6.3 Les aciers inoxydables austénitiques	14
I.6.4 Les aciers inoxydables austénoferritiques	14
Chapitre II : Les aciers inoxydables duplex	15
II.1 Etat structural	16
II.2 Transformations consécutives à un traitement thermique	17
II.2.1 Partage des éléments	17
II.2.2 Transformations à température supérieure à 1050 °C	19
II.2.3 Transformations à température comprise entre 600 et 1050 °C	19
II.2.4 Transformations à température inférieure à 600 °C	22
II.3 Propriétés physiques et mécaniques	22
II.3.1 Propriétés physiques	22
II.3.2 Propriétés mécaniques	23
II.4 Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex	27
II.4.1 Soudabilité des aciers inoxydables duplex	27
II.4.2 Evolution de structure dans la ZAT	27
II.4.3 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite	28
II.4.4 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés	29
II.4.5 Traitements thermiques sur soudures	29
Chapitre III : Rappels sur la germination hétérogène dans les solides	30
III.1 Introduction	31
III.2 La germination hétérogène	31
III.3 Les équations d'évolution des réactions hétérogènes	32
III.4 Modification des équations de Johnson-Mehl-Avrami	34
III.5 Détermination des paramètres de la transformation	35

Chapitre IV : Techniques expérimentales	36
IV.1 Introduction	37
IV.2 Analyse de la composition chimique	37
IV.3 L'opération de Soudage	38
IV.3.1 Préparation de la fiche technique de soudage	38
IV.3.2 Le procédé de soudage TIG	41
IV.3.3 Procédé de soudage à l'électrode enrobée	42
IV.4 Traitements thermiques	43
IV.4.1 Traitement de mise en solution	43
IV.4.2 Traitement de revenu	43
IV.5 Caractérisation	43
IV.5.1 Caractérisation microstructurale	43
IV.5.2 Caractérisation mécanique	49
Chapitre V : Résultats et interprétations	52
V.1 Caractérisation structurale	53
V.1.1 Evolution structurale lors de l'opération de soudage	53
V.1.2 Effet des traitements thermiques sur l'évolution de la microstructure	54
V.1.2.1 Effet du traitement d'hypertrempe	54
V.1.2.2 Effet du traitement de revenu	57
V.1.2.3 Caractérisation par rayons X et microanalyse	64
V.2 Cinétique de la précipitation de la phase sigma	66
V.3 Effet du revenu sur La résilience	74
Conclusion Générale	76
Bibliographie	79

Liste des Figures

Figure I.1 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-C.	7
Figure I.2 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr.	7
Figure I.3 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni.	8
Figure I.4: (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématique) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone.	9
Figure I.5: (a) Influence du Nickel sur l'extension de la boucle γ des alliages ternaires Fe-Cr-Ni ; (b) Coupes verticales du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en Chrome.	9
Figure I.6 : (a) Effet des éléments d'alliage sur la courbe de polarisation anodique ; (b) Effet des éléments d'alliage sur la formation des différents précipités.	11
Figure II.1 : (a) Microstructures typiques des aciers inoxydables duplex ; (b) Variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex.	16
Figure II.2 : Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-Ni à 70% Fe.	16
Figure II.3 : (a) Coefficients de partage ($K = \text{ferrite/austénite}$) typiques de produits hypertrempés à l'eau ; (b) Evolution du coefficient de partage K en fonction de la température.	18
Figure II.4 : (a) Effet des éléments d'alliage sur la solubilité de l'Azote dans un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide à 1600 °C sous une pression de 1 atmN ² ; (b) Teneur en Azote de la ferrite et de l'austénite pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex.	18
Figure II.5 : (a) Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la composition de l'alliage pour les températures d'hypertrempe de 1050 °C et 1150 °C ; (b) Cinétiques de précipitation des phases secondaires dans les aciers inoxydables duplex 2205 et 2507.	20
Figure II.6 : (a) Structure de la phase sigma quadratique de paramètres $a = 8.970 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$; (b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite.	21
Figure II.7 : (a) Evolution de la limite élastique proportionnelle et de la résistance à la traction de quelques aciers inoxydables duplex en fonction de la température ; (b) Relation entre la taille des grains et la température de transition pour l'acier inoxydable duplex 2205.	25
Figure II.8 : Quelques propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austénoferritique S32550 en fonction du taux de la phase sigma.	26
Figure II.9 : (a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex ; (b) Effet du taux de ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex.	26
Figure II.10 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique.	29
Figure III.1 : Formation d'un germe d'une phase solide β sur la phase α .	32
Figure III.2 : Effet de la constante k sur la courbe de JMA.	33
Figure III.3 : Effet de l'exposant n sur l'allure de la courbe de JMA.	34
Figure IV.1 : Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.	38
Figure IV.2 : Principe du soudage à l'arc TIG.	41
Figure IV.3 : Principe du soudage à l'électrode enrobée.	42
Figure IV.4 : Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.	45

Figure IV.5 : Schéma montrant le prélèvement aléatoire pour le traitement d'images.	46
Figure IV.6 : Le logiciel de traitement d'images ATLAS.	46
Figure IV.7 : Les différentes étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image : (a) L'image initiale non traitée ; (b) L'image transformée en nuances de gris ; (c) L'image finale binaire.	47
Figure IV.8 : Interaction électron/matière: les différents signaux produits.	48
Figure IV.9 : Schéma de diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires.	49
Figure IV.10 : Principe du choc Charpy.	50
Figure IV.11 : Schéma illustratif du mouton Charpy.	50
Figure IV.12 : Schéma des éprouvettes utilisées pour l'essai de résilience (a) entaille au niveau de la zone affectée thermiquement ; (b) entaille au niveau de la zone fondue.	51
Figure IV.13 : Choc Charpy en position debout avec éprouvette à simple entaille.	51
Figure V.1 : Effet du soudage sur la microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205.	53
Figure V.2 : Estimation du taux de ferrite dans les différentes zones de la soudure.	54
Figure V.3 : Evolution de la microstructure après une hypertrempe à partir de 1050 °C : (a) dans la ZAT ; (b) dans la ZF.	55
Figure V.4 : Evolution de la microstructure après une hypertrempe à partir de 1150 °C (a) dans la ZAT ; (b) dans la ZF.	55
Figure V.5 : Evolution de la microstructure après une hypertrempe à partir de 1250 °C (a) dans la ZAT ; (b) dans la ZF.	56
Figure V.6 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.	56
Figure V.7 : Evolution de la taille du grain de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.	57
Figure V.8 : Résultats de la microscopie optique au niveau du métal de base pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1050 °C puis revenu à 850 °C pendant : (a) 15 min ; (b) 180 min ; (c) 420 min grossissement $\times 500$; (d) 15 min grossissement $\times 1000$.	58
Figure V.9 : Exemple de la précipitation de la phase sigma dans l'échantillon hypertrempé à partir de 1050 °C puis vieilli à 850 °C dans la ZAT (a) pendant 180 °C ; (b) pendant 420 °C.	59
Figure V.10 : Exemple de la précipitation de la phase sigma dans l'échantillon hypertrempé à partir de 1050 °C puis vieilli à 850 °C au niveau de la zone fondue (a) pendant 180 °C ; (b) pendant 420 °C.	59
Figure V.11 : Evolution de la microstructure en fonction de la température d'hypertrempe dans le MB pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1150 °C : (a) pendant 60 min ; (b) pendant 180 min ; (c) pendant 420 min ; et pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1250 °C : (d) pendant 60 min ; (e) pendant 180 min ; (f) pendant 420 min.	60
Figure V.12 : Résultats de la Microscopie Electronique à Balayage illustrant la précipitation de la phase sigma et l'orientation privilégiée des carbures de Chrome au niveau des joint de grains.	62
Figure V.13 : Enveloppement des carbures de Chrome à l'intérieur de l'austénite.	63
Figure V.14 : Résultats de la Microscopie Electronique à Balayage indiquant le déplacement des joints de grains et la discontinuité de la précipitation des carbures de Chrome.	63
Figure V.15 : Résultats de la diffraction des rayons X pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1150 °C.	64
Figure V.16 : Résultats de la microanalyse pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1050 °C puis revenu à 850 °C pendant 420 min .	65

Figure V.17 : Courbe donnant l'évolution du taux de la phase sigma qui précipite en fonction du temps.	67
Figure V.18 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps dans les trois zones de la soudure.	67
Figure V.19 : Courbe représentant l'évolution de $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$ pour les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C puis revenus à 850 °C.	68
Figure V.20 : Evolution de la constante de vitesse k en fonction de la température d'hypertrempe dans les trois zones de la soudure.	69
Figure V.21 : Evolution du paramètre n en fonction de la température d'hypertrempe dans les trois zones de la soudure.	69
Figure V.22 : Evolution de la fraction transformée calculée en fonction du temps dans le métal de base pour les trois températures d'hypertrempe.	70
Figure V.23 : Evolution de la vitesse de précipitation (dy/dt) en fonction de $\ln(t)$ dans les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C.	71
Figure V.24 : Evolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps dans le métal de base pour les trois températures d'hypertrempe.	72
Figure V.25 : Evolution du taux de la phase sigma avec la température d'hypertrempe dans le métal de base.	73
Figure V.26 : Résultats de l'essai de résilience à 20 °C pour les échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C.	74
Figure V.27 : Résultats de l'observation au MEB des faciès de rupture dans la ZAT : (a) après maintien à 850 °C pendant 60 min ; (b) après maintien à 850 °C pendant 420 min.	75
Figure V.28 : Résultats de l'observation au MEB des faciès de rupture dans la ZF : (a) après maintien à 850 °C pendant 60 min ; (b) après maintien à 850 °C pendant 420 min.	75

Liste des Tableaux

Tableau II.1: Quelques propriétés physiques à la température ambiante de quelques nuances austenoferritiques.	23
Tableau II.2 : Propriétés mécaniques et teneur en ferrite.	23
Tableau II.3 : Quelques propriétés physiques de quelques nuances duplex aux hautes températures.	24
Tableau II.4 : Quelques propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austénoferritique.	25
Tableau IV.1: Composition chimique du Métal de Base et du métal d'apport	37
Tableau IV.2: Description des solutions d'attaques utilisées.	45
Tableau IV.3: Dimensions de l'éprouvette de l'essai de résilience.	51
Tableau V.1 : Compositions chimiques des trois phases austénite, ferrite et phase sigma.	66
Tableau V.2 : Evolution des paramètres k et n en fonction de la température d'hypertrempe dans les trois zones de la soudure	69
Tableau V.3 : valeurs de t_m et y_m pour les trois températures d'hypertrempe.	73

Liste des symboles

α : la phase alpha

α' : la phase alpha prime

γ : la phase austénite

γ_2 : la phase austénite secondaire

σ : la phase sigma

δ : la phase delta

MB : le métal de base

ZAT : la zone affectée thermiquement

ZF : la zone fondue

Cr_{eq} : le Chrome équivalent

Ni_{eq} : le Nickel équivalent

JMA : Johnson-Mehl-Avrami

y : la fraction transformée

n : constante dans l'équation de JMA rendant compte du mécanisme de transformation (index d'Avrami)

k : la constante de vitesse dans l'équation de JMA

K : le coefficient de partage des éléments entre la ferrite et l'austénite

t_m : temps correspondant à la cinétique maximale de précipitation.

y_m : fraction transformée correspondante à la cinétique maximale de précipitation.

Introduction Générale

Les aciers inoxydables austénoferritiques sont largement utilisés dans l'industrie pétrolière, chimique et nucléaire. En effet, leur structure biphasée à fractions équivalentes en austénite et en ferrite leur confère des propriétés de résistance à la corrosion et une ténacité très intéressantes. Aussi, les aciers inoxydables duplex présentent une bonne soudabilité. Cependant, un phénomène de fragilisation aux hautes températures (700 – 900 °C) suite à la précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome, et aux basses températures (400 – 500 °C) suite à la précipitation de la phase alpha prime provoque une chute dramatique de ces propriétés.

Nous nous proposons donc d'étudier ce phénomène et nous nous intéressons dans cette étude à la précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome plus particulièrement les mécanismes et la cinétique de précipitation. C'est donc une approche qualitative en utilisant la microscopie optique et électronique à balayage, la diffraction des rayons X, la microanalyse par EDX et quantitative en utilisant le traitement d'image.

L'acier utilisé dans cette étude est l'acier inoxydable duplex 2205 préalablement soudé et ayant subi un traitement d'hypertrempe à partir de trois températures 1050, 1150 et 1250 °C puis vieilli à 850 °C pendant différents temps de maintien. La précipitation de la phase sigma a lieu par germination hétérogène sur des sites préférentiels (joints de grains et précipités de carbures de Chrome). Elle est conditionnée par plusieurs paramètres parmi lesquels on peut citer le taux de ferrite, la surface spécifique des joints de grains et le temps de maintien à 850 °C. Nous avons suivi l'évolution de la précipitation de la phase sigma en fonction de ces paramètres dans les trois zones de la soudure (le métal de base, la zone affectée thermiquement et la zone fondue).

Pour réaliser ce travail nous avons adopté un plan qui consiste à scinder l'étude en deux parties, une recherche bibliographique elle-même divisée en trois chapitres :

- Le premier chapitre constitue une brève présentation des aciers inoxydables, on y aborde entre autres les systèmes Fe-Cr-Ni et Fe-Cr-C, l'influence des éléments d'alliage sur leurs propriétés ainsi qu'une description générale des différentes familles d'aciers inoxydables.
- Dans le deuxième chapitre nous nous intéressons plus particulièrement aux aciers inoxydables austénoferritiques : leur composition chimique, leur structure, les transformations structurales qui ont lieu suite aux traitements thermiques, les propriétés mécaniques et physiques ainsi que la métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex.
- Le troisième chapitre est consacré à la germination hétérogène et la croissance de nouvelles phases à partir d'une phase mère. On développe dans ce chapitre les équations qui régissent la croissance des précipités en se basant sur la relation de Johnson-Mehl-Avrami (JMA).

La deuxième partie concerne l'approche expérimentale de notre étude, elle comporte deux chapitres :

- Dans le chapitre techniques expérimentales nous exposons les différentes techniques et investigations expérimentales que nous avons utilisées pour la caractérisation des différentes phases et précipités présents dans la matrice trempée et aussi après vieillissement.
- Dans le chapitre résultats et discussions nous regroupons les différents résultats obtenus ainsi que nos interprétations.

Une conclusion générale où nous reprendrons l'ensemble de nos constatations terminera cette étude.

Chapitre I

Les aciers inoxydables

1. Définition
 2. Historique
 3. Etude des aciers inoxydables
 4. Influence des éléments d'addition
 5. Principaux constituants des aciers inoxydables
 6. Les familles d'aciers inoxydables
-

I.1 Définition

Un acier duplex est défini comme étant celui présentant une structure biphasée et est le plus souvent un descripteur d'un alliage où les deux phases sont présentes en quantités significatives. Le terme acier inoxydable duplex couvre les alliages Fe-Cr-Ni austénoferritiques dont le taux de ferrite est compris entre 30 et 70% [1].

I.2 Historique

Il faut noter en premier lieu qu'il y a eu un écart de temps important entre la découverte de certaines propriétés du Fer allié au Chrome et de leur étude scientifique. Les premières observations des propriétés chimiques conférées au Fer par l'introduction de Chrome furent faites par Berthier en 1821. Des publications [2] font état d'une découverte fortuite à Sheffield en Angleterre en 1913 où Harry Brealey remarqua que certains de ses échantillons en acier ne se sont pas rouillés. Ces alliages contenaient autour de 13% de Chrome. D'autres auteurs [3] renvoient cette découverte aux travaux de Goldschmidt. C'est au métallurgiste allemand Monnartz que revient le mérite d'avoir mis en évidence les rôles de la passivité et de la teneur en Carbone sur la résistance à la corrosion.

Quant aux aciers inoxydables duplex, La première référence apparaît en 1927, quand Bain et Griffith [3] ont publié des données sur des structures austénoferritiques. Quelques années plus tard, plusieurs fonderies en Allemagne, en Suède et aux Etats-Unis ont exploré ces aciers. Vers la fin des années 60 et le début des années 70, l'utilisation des aciers inoxydables duplex a connu un développement remarquable dû essentiellement aux améliorations apportées aux procédés d'élaboration, avec l'introduction des techniques VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) et AOD (Argon Oxygen Decarburization) permettant, d'une part, de développer des nuances à bas Carbone avec des teneurs faibles en Soufre et en Oxygène, et d'autre part, de mieux contrôler la composition afin d'optimiser l'équilibre des phases α et γ [4]. Au début des années 70, l'acier inoxydable duplex à 22% Cr a été développé. Cette nouvelle nuance présente une bonne tenue à la corrosion intergranulaire. Durant les années 80, des nuances austénoferritiques fortement alliées ont été développées pour résister à des environnements plus agressifs. Ces aciers, appelés « superduplex » contiennent environ 25% Cr, 6 à 7% Ni, 3 à 4% Mo, 0.3% N, 0.2% Cu et 0.2% W et ont un *PREN* (Pitting Resistance Equivalent Number) supérieur à 40, la formule du *PREN* étant [5] :

$$PREN = \% Cr + 3.3\% Mo + 16\% N \quad (I.1)$$

La différence entre les aciers inoxydables duplex et superduplex se situe au niveau du *PREN* puisque pour les premiers cités, il se situe entre 25 et 40 alors qu'il est supérieur à 40 pour les derniers [6].

I.3 Etude des aciers inoxydables

La connaissance des diagrammes d'équilibre binaires Fe-Cr, Fe-C et Fe-Ni, ainsi que les diagrammes d'équilibre ternaires issues des différentes combinaisons entre les diagrammes cités ci-dessus, plus particulièrement les diagrammes Fe-Cr-Ni et Fe-C-Ni permet de comprendre et de justifier les différentes familles d'aciers inoxydables ainsi que les transformations structurales qu'ils subissent.

I.3.1 Alliage Fer-Carbone

Le Carbone favorise la formation de l'austénite. Sa solubilité maximale dans l'austénite à la température du palier eutectique ($\sim 1150\text{ }^{\circ}\text{C}$) est de 2.1%, elle est de 0.04% à la température du palier eutectoïde (727°C) et de 0.15% dans la ferrite δ à la température du palier péritectique (Figure I.1).

I.3.2 Alliage Fer-Chrome

Le Chrome ayant la même structure que le Fer α ou δ (cubique centrée) favorise le domaine ferritique (Figure I.2). Le domaine austénitique est restreint à une boucle limitée à une teneur en Chrome d'environ 13%, c'est ainsi qu'on distingue deux types d'alliages Fe-Cr (à condition que % C=0).

➤ **0<Cr<13%**

Cette classe d'alliages est susceptible de subir des traitements thermiques par chauffage dans les domaines δ , γ ou $\gamma + \delta$, suivi d'une trempe à $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, donnant des structures hors équilibre de caractère martensitique du point de vue microstructural.

➤ **13<Cr<100%**

Dans ce cas, la structure de l'alliage est entièrement ferritique. Ces alliages sont sensibles au grossissement de grain par chauffage prolongé aux plus hautes températures. Dans l'intervalle de composition 45 à 55% (pourcentage atomique), apparaît une phase appelée phase sigma qui sera reprise avec plus d'intérêt dans un autre endroit de cette étude.

I.3.3 Alliage Fer-Nickel

Contrairement au Chrome, le Nickel étant de structure Cubique à Faces Centrées favorise la formation d'une solution solide austénitique (Figure I.3). Pour les fortes teneurs en Nickel, la structure est monophasée (γ) 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.

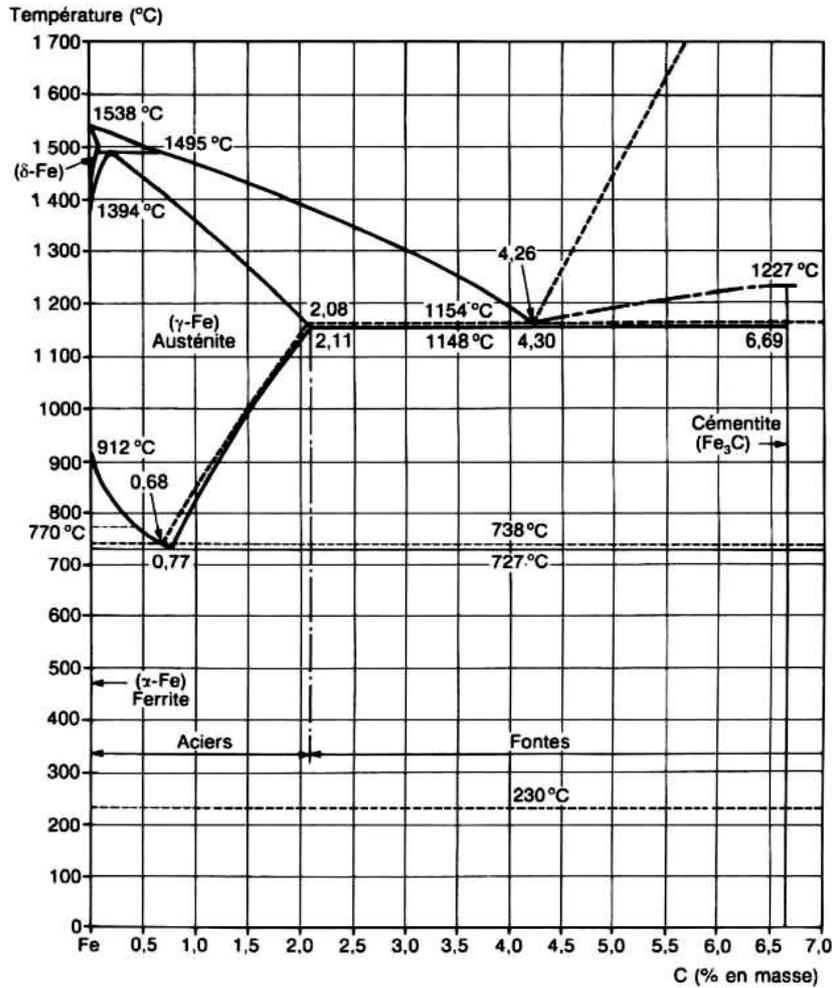


Figure I.1 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-C [7].

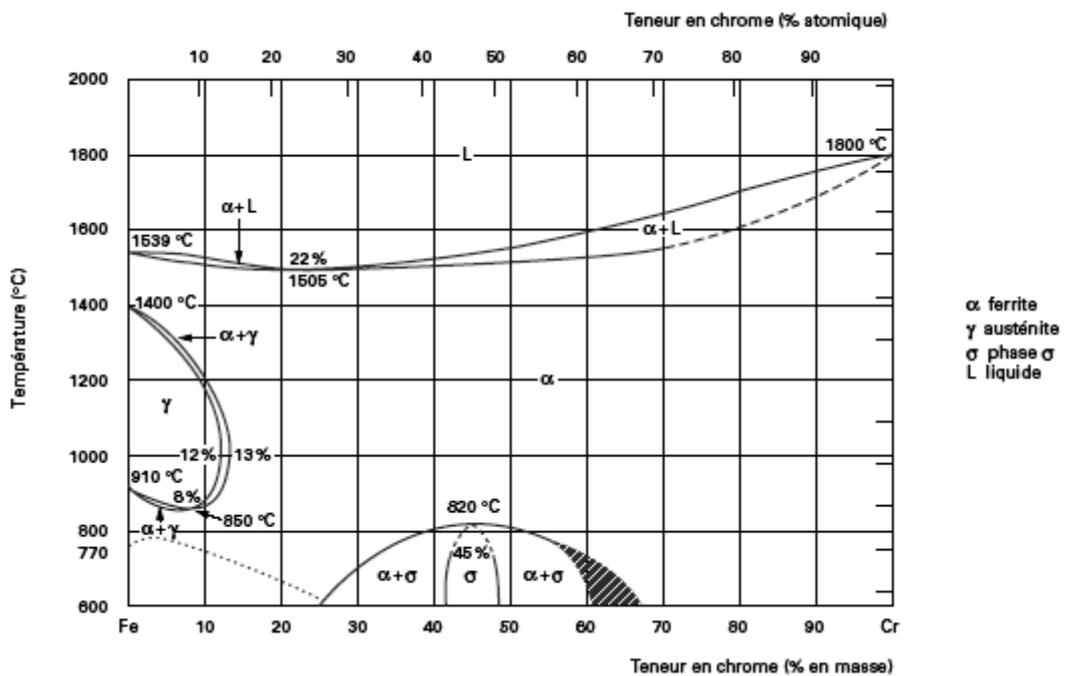


Figure I.2 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [8].

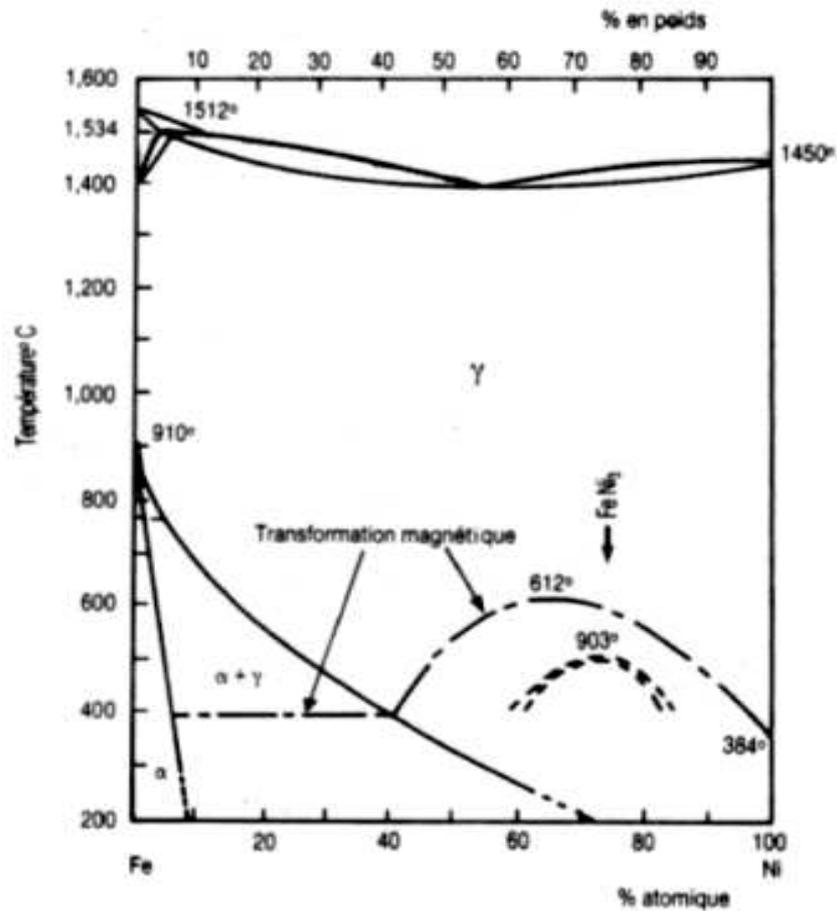


Figure I.3 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Ni [3].

I.3.4 Alliage ternaire Fer-Chrome-Carbone

La Figure I.4a représente schématiquement le domaine austénitique des alliages Fe-Cr-C. Le fait d'ajouter du Carbone à l'alliage Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase γ . Par projection du diagramme ternaire sur le plan (T-%Cr) (Figure I.4b), on constate que plus la teneur en Carbone est élevée, plus la boucle γ s'élargit. Ainsi, par exemple, pour un alliage Fe-Cr à 17% en Chrome, entièrement ferritique, on peut avoir apparition de la phase γ entre les deux températures T_1 et T_2 par ajout d'une quantité suffisante de Carbone.

I.3.5 Alliage ternaire Fer-Chrome-Nickel

Le Nickel (tout comme le Carbone) élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr. Les coupes verticales parallèles au plan (T-%Cr) montrent que la boucle γ s'élargit pour des teneurs en Chrome croissantes avec le Nickel (Figure I.5a), tandis que des coupes verticales parallèles au plan (T-%Ni) montrent qu'un accroissement en %Cr élargit le domaine ferritique, comme illustré sur la Figure I.5b.

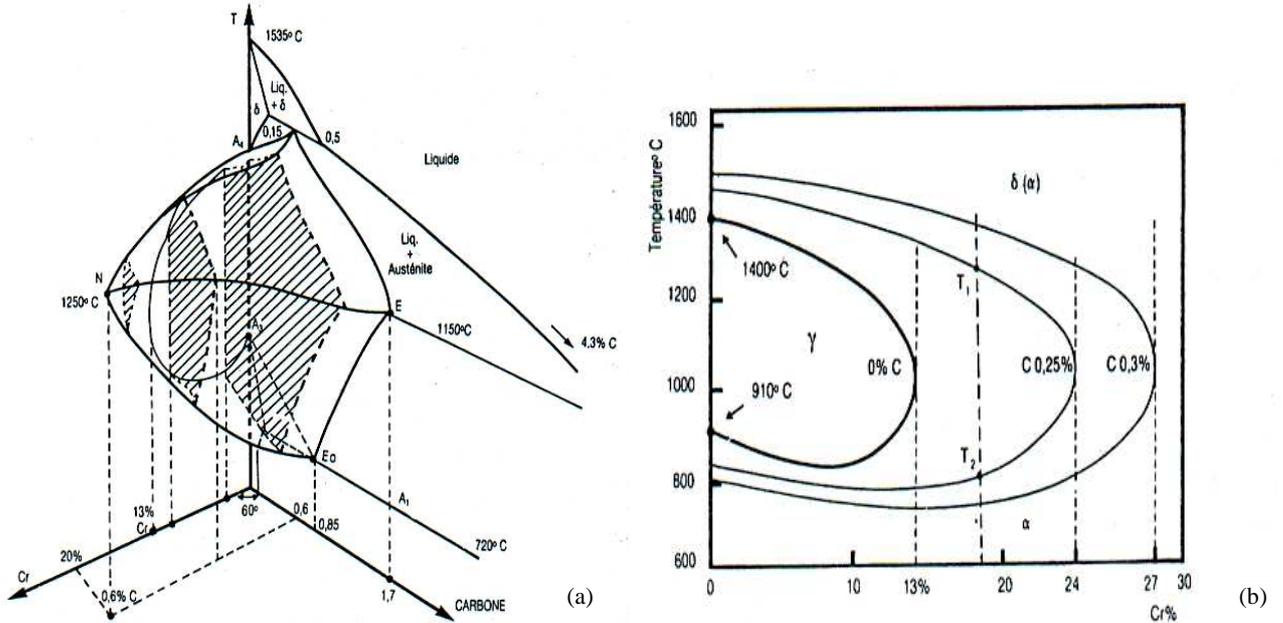


Figure I.4: (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématisé) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone [3].

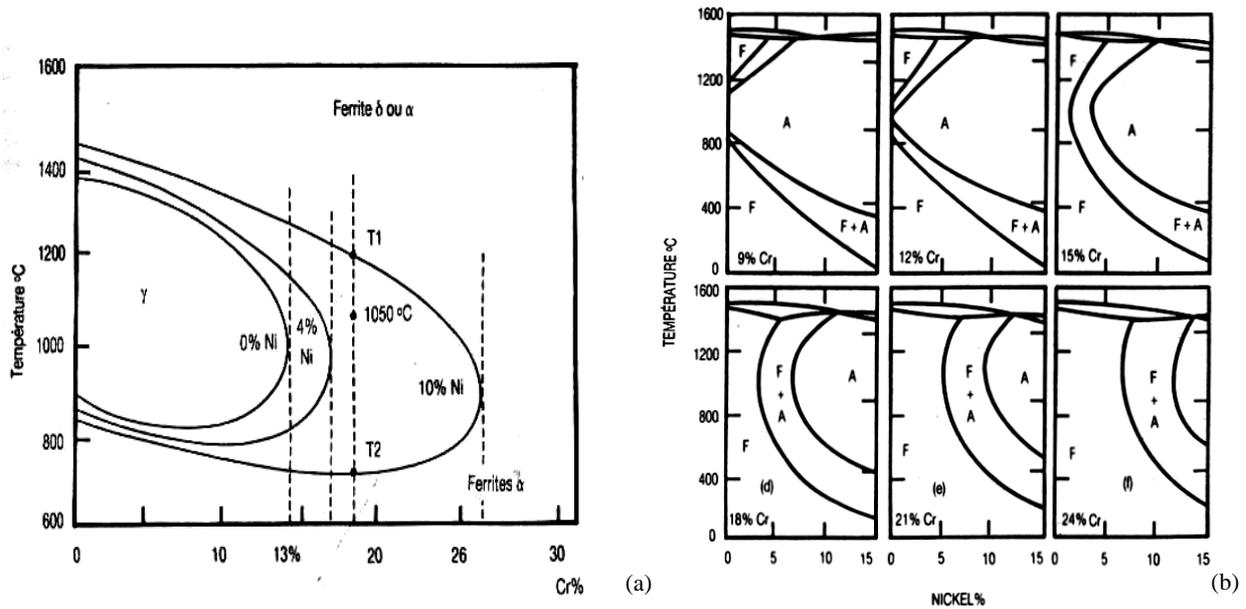


Figure I.5: (a) Influence du Nickel sur l'extension de la boucle γ des alliages ternaires Fe-Cr-Ni ; (b) Coupes verticales du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en Chrome [3].

Une petite comparaison entre les deux figures I.4b et I.5a démontre une nette différence entre l'effet du Carbone et du Nickel sur l'alliage Fe-Cr. En effet, on constate que le Carbone influence de manière plus significative sur le domaine γ que le Nickel. Ainsi, pour l'exemple, il faut ajouter au moins 8% de Nickel à un alliage à 18% de Chrome

pour obtenir une structure austénitique, alors qu'il suffit d'ajouter 0.1 à 0.2% de Carbone pour obtenir une structure γ dans un alliage à 17% Chrome.

I.4 Influence des éléments d'addition

a) Carbone (C)

Le Carbone est ajouté au Fer pour former l'acier, cette addition permet d'augmenter sa dureté et sa ténacité. La teneur en Carbone recommandée pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques est limitée à 0.02 ou 0.03% à cause du risque de précipitation des carbures riches en Chrome qui peuvent servir comme sites favorables pour la corrosion intergranulaire et par piqûres.

b) Manganèse (Mn)

Pour les nuances austénitiques, le Manganèse est classé comme élément γ -gène, mais pour les aciers duplex, des résultats mixtes ont été obtenus [1]. On peut expliquer cela par le fait que le Manganèse a un effet moindre sur l'équilibre des phases dans les aciers inoxydables duplex, particulièrement à des teneurs que l'on rencontre souvent, il est aussi exclu des formules donnant le Cr_{eq} et le Ni_{eq} [9]. Néanmoins, il s'avère que le Manganèse peut accroître l'intervalle de température et la vitesse de formation de la phase sigma.

c) Chrome (Cr)

L'avantage principal de l'ajout du Chrome aux aciers est l'amélioration de la résistance à la corrosion. La résistance est d'autant plus grande que la teneur en Chrome est élevée. Les aciers inoxydables contiennent au minimum 10.5% de Chrome. La résistance à la corrosion est due à la formation d'un film passif riche en Chrome à la surface de l'acier. D'un point de vue électrochimique ceci se traduit par l'extension du domaine passif (Figure I.6a) et la réduction de la vitesse de corrosion. Cependant, l'ajout du Chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de Chrome et des phases intermétalliques (Figure I.6b). Ces phases provoquent souvent la réduction de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion. Aussi, le Chrome est un élément α -gène qui stabilise la ferrite.

d) Nickel (Ni)

Le Nickel est un élément γ -gène, il stabilise donc l'austénite et ce, afin d'obtenir un équilibre d'environ 40 à 60% de ferrite. C'est pour cette raison que les additions aux aciers inoxydables duplex dépendent principalement de la teneur en Chrome. Si le taux du Nickel est excessif, la fraction volumique de l'austénite peut atteindre des valeurs parfois supérieures à 0.5, provoquant l'enrichissement de la ferrite en Chrome et en Molybdène, favorisant ainsi la transformation de la ferrite en phases intermétalliques dans l'intervalle de température de 650 à 950°C de manière importante. De plus, les teneurs élevées en Nickel accélèrent la formation

de la ferrite α' [1]. Enfin, le Nickel influe sur la résistance à la corrosion comme illustré sur la Figure I.6a.

e) Molybdène (Mo)

Le Molybdène améliore la résistance à la corrosion par piqûres et par crevasse dans les solutions chlorurées et sulfurées. Comme le Chrome, le Molybdène élargit le domaine passif et réduit la densité de courant de corrosion (i_{max}) dans la zone active. Cependant, une limite supérieure de 4% Mo a été citée [1], cette limite provient du grand risque de formation de la phase sigma aux hautes températures.

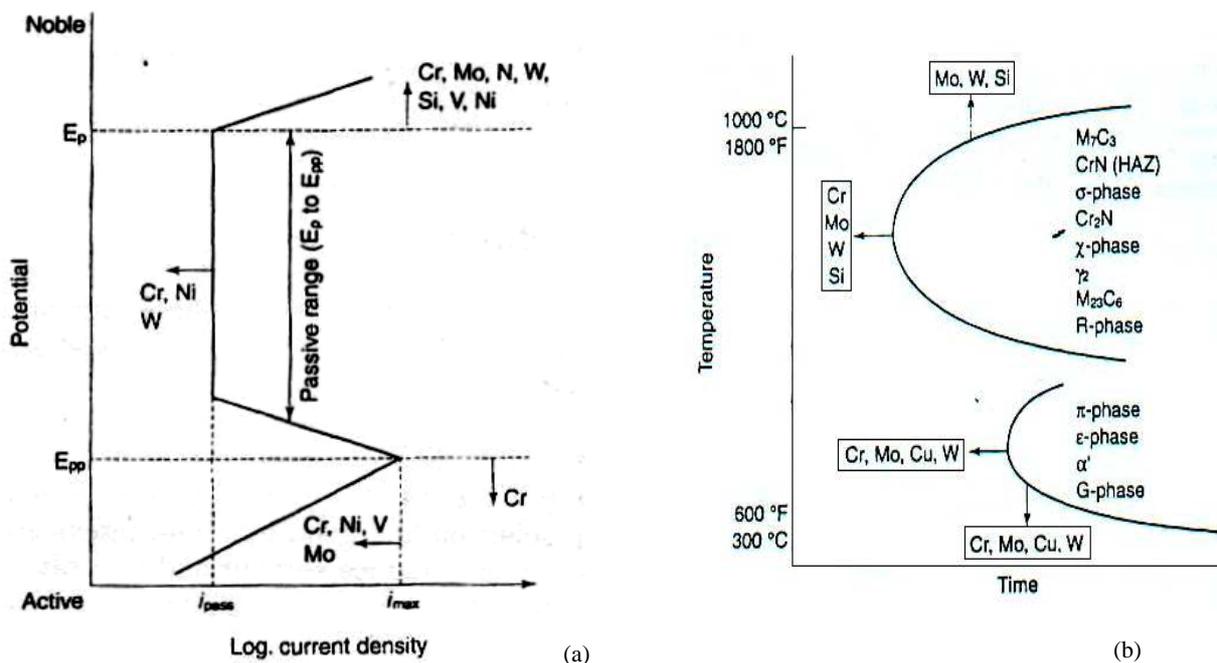


Figure I.6 : (a) Effet des éléments d'alliage sur la courbe de polarisation anodique ; (b) Effet des éléments d'alliage sur la formation des différents précipités [10,1].

f) Azote (N)

Les effets d'un ajout d'azote aux aciers inoxydables sont multiples : stabilisation de l'austénite et amélioration de la résistance à la corrosion par piqûres en déplaçant E_p dans la direction des éléments nobles (Figure I.6a) et en élargissant la zone passive. Les additions d'Azote aux nuances austénoferritiques retardent aussi la précipitation des phases intermétalliques en réduisant le partage du Chrome entre les différentes phases. Cet effet de l'Azote sur la formation des carbures et des composés intermétalliques retarde la perte de résilience au cours d'un recuit isotherme, en particulier dans le domaine des températures critiques. Aussi, de part son effet γ -gène important, l'Azote permet d'éviter la dissolution de l'austénite et encourage sa reformation dans la ZAT.

g) Cuivre (Cu)

Le Cuivre est ajouté aux aciers inoxydables duplex pour augmenter la résistance à la corrosion dans les environnements non oxydants tels que l'acide sulfurique. Généralement, l'ajout du Cuivre aux aciers inoxydables duplex est limité à environ 2%, car des teneurs élevées engendrent la réduction de la ductilité aux hautes températures et provoquent le durcissement structural.

h) Tungstène (W)

Le Tungstène est ajouté aux aciers inoxydables duplex pour améliorer la résistance à la corrosion par piqûres (Figure I.6a). Le Tungstène favorise la formation des phases intermétalliques dans l'intervalle de température entre 700 et 1000 °C (Figure I.6b), et encourage la formation de l'austénite secondaire dans les structures soudées. Concernant la formation de la phase sigma, le Tungstène est thermodynamiquement équivalent mais cinétiquement non équivalent au Molybdène [1]. Des additions en Tungstène entre 1% et 3% permettent de limiter la formation de la phase sigma.

i) Phosphore (P), Soufre(S) et Silicium (Si)

Le Phosphore et le Soufre sont ajoutés pour améliorer l'usinabilité. Mais ils réduisent la résistance à la corrosion et augmentent le risque de fissuration durant le soudage. Le Silicium quant à lui est employé comme agent désoxydant durant l'élaboration de l'acier. Dans les aciers inoxydables duplex, le Silicium est ajouté pour améliorer davantage la résistance à la corrosion par piqûres et la corrosion sous tension. Cependant, du fait qu'il encourage la formation de la phase sigma (Figure I.6b), on limite son taux à 1%.

I.5 Principaux constituants des aciers inoxydables

On peut diviser les constituants des aciers inoxydables en deux : la matrice et les constituants mineurs eux même partagés en phases interstitielles et phases intermétalliques. En plus des éléments principaux constituant les aciers inoxydables, à savoir le Fer, le Chrome et le Nickel, d'autres éléments y sont ajoutés comme éléments d'addition soit en insertion tels que le Carbone ou l'Azote, soit en substitution tel que le Molybdène et la structure des aciers inoxydables en dépend énormément. Ces éléments peuvent être divisés en :

- **Eléments α -gènes** : ce sont des éléments qui favorise la formation de la phase α , c'est le cas du Mo, Nb, V, Ta, Si et Al.
- **Eléments γ -gènes** : l'ajout de ces éléments conduit à l'élargissement du domaine austénitique, on peut citer C, N et Co.

I.5.1 Matrice

La structure des aciers inoxydables dépend exclusivement des transformations allotropiques du Fer. Ajoutons à cela l'effet stabilisateur des éléments d'additions des phases α ou γ . C'est ainsi que la matrice peut être ferritique ou austénitique tenant compte de ces paramètres.

I.5.2 Phases interstitielles

La grande affinité du Carbone au Chrome fait que cet élément interstitiel forme avec le Chrome des carbures, le type de carbure le plus courant est le $Cr_{23}C_6$ qui précipite au niveau des joints de grains et des dislocations. D'autres éléments interstitiels peuvent se substituer au Carbone comme le Bore qui peut former avec le Chrome un carbo-borure du type $Cr_{23}(B, C)_6$. D'autres carbures de Chrome du type M_7C_6 (Hexagonal ou Orthorhombique) ou M_6C (CFC) peuvent exister ainsi que des nitrures du type CrN et Cr_2N .

I.5.3 Phases intermétalliques

On assiste aussi dans les aciers inoxydables à la précipitation de phases intermétalliques. On distingue notamment les composés suivants :

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

I.6 Les familles d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent être classés de diverses manières selon les critères de classification que l'on considère (la composition chimique, les méthodes d'élaboration, la structure du demi-produit final avant utilisation), mais la classification qui de loin est la plus utilisée est celle tenant compte de la structure qui, associée à la composition chimique, permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Ces familles apparaissent dans le diagramme de Schaeffler qui se base sur le calcul de l'équivalent en Nickel (respectivement en Chrome) qui est la somme des teneurs pondérales γ -gènes (respectivement α -gènes) affectées de coefficients correcteurs compte tenu du pouvoir γ -gène (respectivement α -gène) qui diffère d'un élément à un autre. Nous avons donc [3]:

$$Cr_{eq} = \%Cr + 2\%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb \quad (I.2)$$

$$Ni_{eq} = 30\%C + 0.5\%Mn + 30\%N \quad (I.3)$$

I.6.1 Les aciers inoxydables ferritiques

Ce sont des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Molybdène dont la teneur en Chrome varie de 11 à 30% [12]. Ces aciers ne contiennent en général pas de Nickel. Ils sont ferromagnétiques et sont caractérisés par le fait que leur structure reste entièrement ferritique dans tout l'intervalle de température. Avec ces aciers, plus la teneur en Chrome est élevée, plus le risque de fragilisation à 475 °C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté par suite d'un maintien durant plusieurs centaines d'heures à des températures comprises entre 400 et 500 °C.

I.6.2 Les aciers inoxydables martensitiques

Pour obtenir un acier inoxydable martensitique, deux conditions doivent être satisfaites :

- Présence d'une teneur en Chrome supérieure à 10.5%, pour assurer l'inoxidabilité.
- Existence d'un domaine de température où l'acier prend la structure austénitique.

L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces aciers inoxydables une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté élevées.

I.6.3 Les aciers inoxydables austénitiques

Ce sont, de loin, les plus connus et les plus employés parmi les aciers inoxydables : ils contiennent, outre une teneur en Chrome minimale de l'ordre de 17%, du Nickel (généralement 7% et plus) et des additions éventuelles de Molybdène, Titane, Niobium, ... etc. Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont généralement moyennes mais peuvent être, pour certaines nuances, considérablement accrues par écrouissage. Ils sont par contre très indiqués, de par leur absence de fragilité à basse température, pour les emplois cryogéniques.

I.6.4 Les aciers inoxydables austénoferritiques

Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en Chrome (22% et plus) et des teneurs relativement basses en Nickel (3,5 à 8%). Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée (austénite + ferrite) à température ambiante, leur teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60% en fonction des nuances. On les nomme également aciers « duplex ». Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique). Ils peuvent également être durcis par écrouissage à froid. Leur résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier vis à vis de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte.

Chapitre II

Les aciers inoxydables duplex

1. Etat structural
 2. Transformations consécutives à un traitement thermique
 3. Propriétés physiques et mécaniques
 4. Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex
-

II.1 Etat structural

Les aciers inoxydables austénoferritiques sont constitués d'agrégats de grains austénitiques et de grains ferritiques [13]. La Figure II.1a montre la structure d'un acier inoxydable duplex. Dans le cas de l'acier laminé on voit bien que les grains sont orientés dans la direction du laminage. L'influence de l'Azote sur le taux de ferrite de plusieurs aciers inoxydables duplex est illustrée dans la Figure II.1b. Il est toutefois difficile de prédire la microstructure des aciers duplex à partir de simples diagrammes à cause des effets des autres éléments d'alliages.

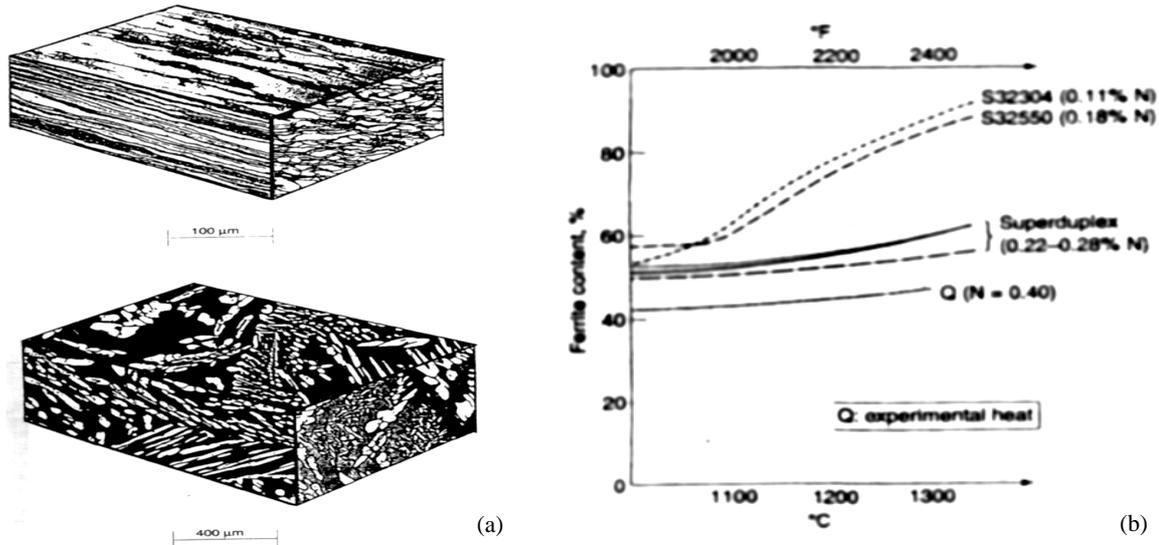


Figure II.1 : (a) Microstructures typiques des aciers inoxydables duplex ; (b) Variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex [1].

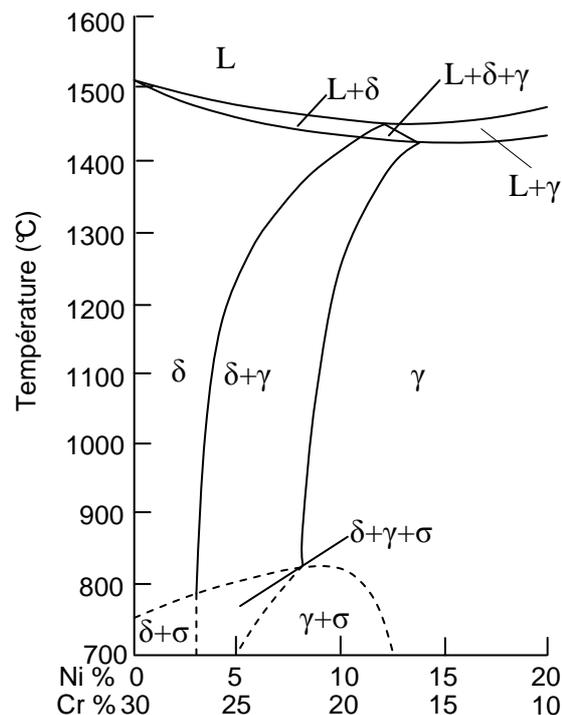


Figure II.2 : Diagrammes pseudo-binaires Fe-Cr-Ni à 70% Fe [8].

Le diagramme pseudo-binaire à 70% Fe de l'alliage ternaire Fe-Cr-Ni présenté dans la Figure II.2 montre les proportions respectives des phases existantes et leur évolution avec les taux de Chrome et de Nickel et avec la température.

II.2 Transformations consécutives à un traitement thermique

Divers changements structuraux peuvent se produire dans les aciers inoxydables duplex durant les traitements thermiques isothermes ou anisothermes. La plupart de ces transformations concernent la ferrite, et ce pour deux raisons principales, d'une part, les vitesses de diffusion élevées qui sont approximativement 100 fois les vitesses de diffusion dans les nuances austénitiques. Ceci est en fait la conséquence directe de la faible compacité de la ferrite (réseau cristallin cubique centré) par rapport à l'austénite (réseau cristallin cubique à faces centrées). D'autres part, la ferrite est riche en Chrome et en Molybdène, principaux constituants des phases secondaires.

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

II.2.1 Partage des éléments

II.2.1.1 Eléments de substitution

Le diagramme d'équilibre dans la Figure II.2 montre que les compositions de la ferrite et de l'austénite évoluent avec la température. Plusieurs recherches ont été réalisées [1] pour étudier la composition des phases et les coefficients de partage des éléments constituant l'acier après mise en solution. Elles ont démontré que, à l'exception de l'Azote, le coefficient de partage d'un élément donné ne varie pas de manière significative avec la composition des alliages. Ceci est dû au fait que les teneurs de ces éléments n'excèdent pas leurs limites de solubilité prévues par les diagrammes d'équilibre aux températures et concentrations utilisées dans les études.

Il est ainsi admis que la ferrite est riche en P, W, Mo, Si et Cr et l'austénite est riche en N, Ni, Cu et Mn (Figure II.3a). La Figure II.3b montre l'évolution des coefficients de partage de différents éléments d'addition avec la température. On remarque qu'aux hautes températures, les coefficients de partage tendent vers l'unité, ce qui signifie une répartition équivalente de la teneur de chaque élément entre l'austénite et la ferrite à ces températures.

II.2.1.2 L'Azote

Le coefficient de partage de l'Azote varie considérablement avec la composition des aciers. Dans la Figure II.4a on remarque que la solubilité de l'Azote augmente avec les teneurs de la plupart des éléments d'alliage, en particulier, le Chrome et le Manganèse. Il faut noter que le coefficient de partage de l'Azote est aussi dépendant de la température (voir Figure II.4.b).

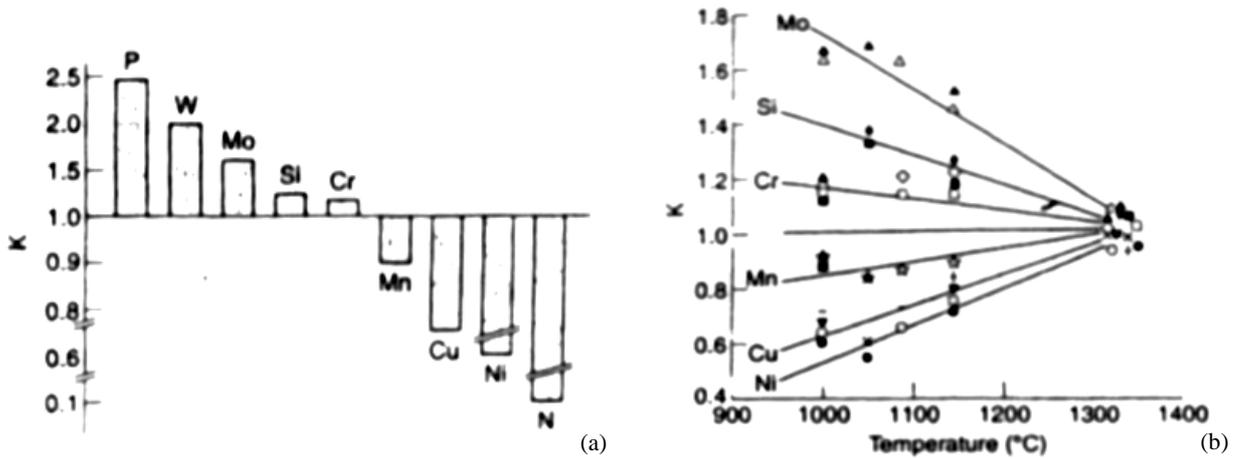


Figure II.3 : (a) Coefficients de partage ($K = \text{ferrite/austénite}$) typiques de produits hypertrempés à l'eau ; (b) Evolution du coefficient de partage K en fonction de la température [1].

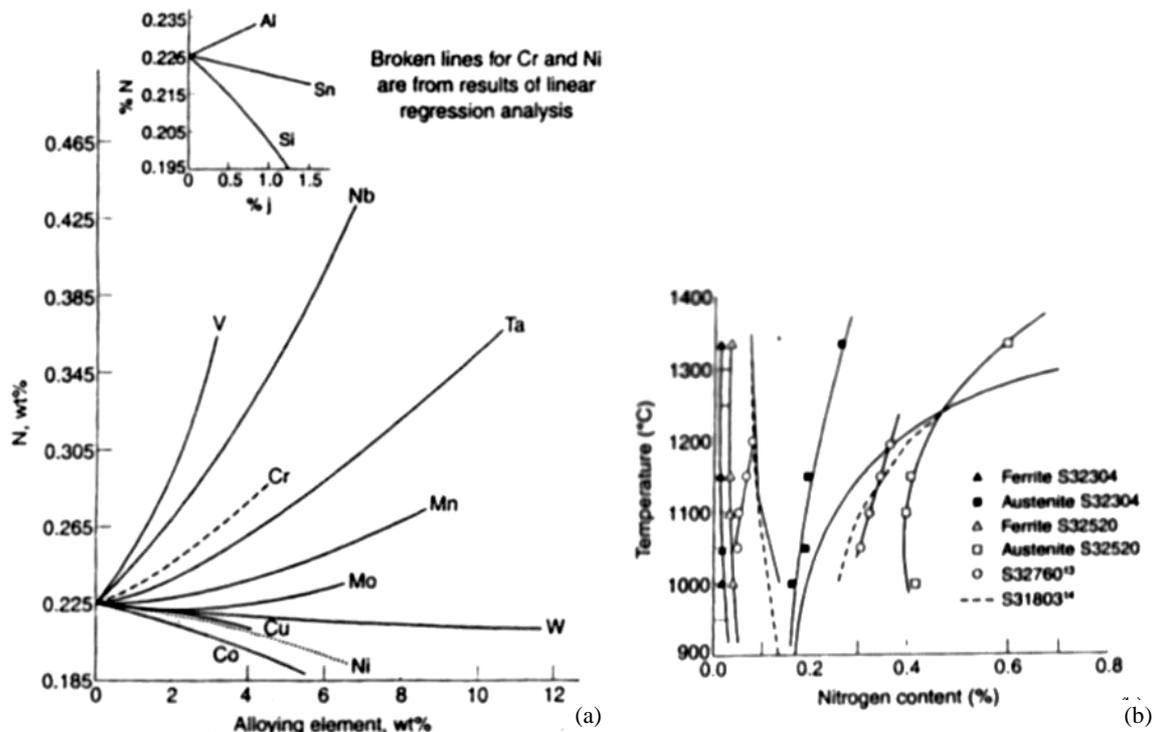


Figure II.4 : (a) Effet des éléments d'alliage sur la solubilité de l'Azote dans un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide à 1600 °C sous une pression de 1 atmN² ; (b) Teneur en Azote de la ferrite et de l'austénite pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex [1].

On peut subdiviser les évolutions structurales que subissent les aciers inoxydables austéno-ferritiques en trois catégories :

- Celles se produisant au dessus de 1050 °C.
- Celles se produisant dans l'intervalle 600 à 1050 °C.
- Celles se produisant au dessous de 600 °C.

II.2.2 Transformations à température supérieure à 1050 °C

Les aciers inoxydables duplex se solidifient entièrement en mode δ (α). Ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation à l'état solide δ (α) \rightarrow γ prend place (Figure II.2). Si les vitesses de transformations sont trop élevées, cette transformation eutectoïde n'est pas complète. Aussi, faut-il souligner une nouvelle fois l'effet de l'Azote sur la stabilité de la structure biphasée, et ce en reportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ (α). La Figure II.1b montre qu'à 1250 °C, une teneur en Azote comprise entre 0.25 et 0.4% augmente la stabilité des deux phases (γ et α). Tandis que des additions inférieures à 0.2% conduisent à un taux de ferrite de l'ordre de 80 à 85%. Les modifications des fractions volumiques des deux phases γ et α suite à un traitement thermique s'accompagne aussi d'un changement dans les compositions chimiques de ces phases (Figure II.5a). On constate [3], qu'une hypertrempe à partir d'une température très élevée provoque une augmentation du taux de ferrite et une réduction des coefficients de partage entre phases. Dans la Figure II.5.a,

$$t = \frac{\text{Cr} + 2 \text{Mo} + 1.5 \text{Si} + 3 \text{Al} - 5}{\text{Ni} + 0.5 \text{Cu} + 15 \text{C} + 2 + \text{X}}, \text{ avec } \text{X} = (100 \text{N} + 8)(\text{N} - 0.3 \text{V} - 0.3 \text{Ti} - 0.04 \text{Nb}).$$

II.2.3 Transformations à température comprise entre 600 et 1050 °C

En regardant les diagrammes TTT des aciers inoxydables duplex (Figure II.5b), on constate que la plupart des phases secondaires, des carbures et des nitrures précipitent dans cet intervalle de température.

II.2.3.1 L'austénite secondaire (γ_2)

La formation de γ_2 est fonction de la température, elle est relativement rapide et se produit par différents mécanismes décrits par Josefsson [14] :

- 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 [14].
- Dans l'intervalle de température entre 650 et 800 °C, la vitesse de diffusion est plus importante, de l'austénite type Widmanstätten précipite [15]. Notons toutefois, que les teneurs en Chrome et en Azote dans γ_2 sont inférieures à celles de l'austénite primaire (voir annexe).
- Entre 700 et 900 °C, une transformation semblable à la transformation eutectoïde donne naissance à un mélange $\gamma_2 + \sigma$ [16], γ_2 absorbe le Nickel et rejette le Chrome et le Molybdène favorisant ainsi la formation de précipités qui en sont riches, tels que la phase sigma.

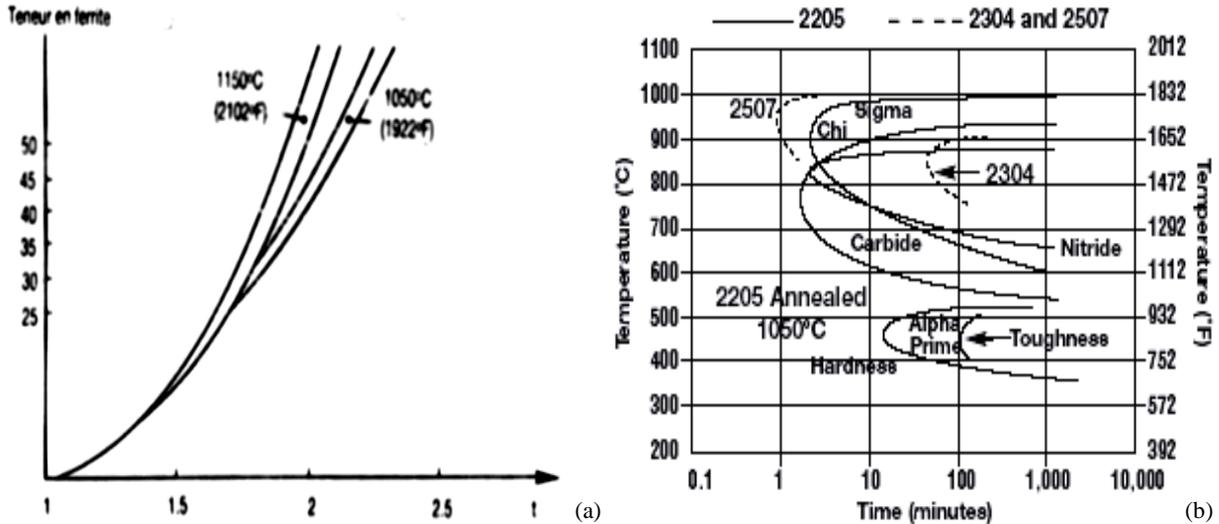


Figure II.5 : (a) Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la composition de l'alliage pour les températures d'hypertrempe de 1050 °C et 1150 °C ; (b) Cinétiques de précipitation des phases secondaires dans les aciers inoxydables duplex 2205 et 2507 [3,14].

II.2.3.2 La phase sigma (σ)

La phase sigma a une structure tétragonale [17] avec 30 atomes par maille (Figure II.6a). Outre le Fer, la phase sigma contient du Chrome et du Molybdène qu'elle puise dans la matrice, provoquant ainsi une baisse de la résistance à la corrosion des systèmes Fe-Cr-Ni. De plus, cette phase qui se forme dans l'intervalle de température entre 600 et 1000 °C (Figure II.5b) engendre une perte dramatique de la ténacité des aciers inoxydables [18].

La précipitation de la phase sigma ne dépend pas seulement de la composition chimique de l'acier [17]. En effet, d'autres facteurs influencent sa formation tels que la taille des grains (plus petite est la taille des grains, plus grande sera la probabilité de la formation de la phase sigma). Aussi, la phase sigma se forme plus facilement dans les régions de grande énergie telles que les joints de grains et les interfaces. La température de mise en solution influe aussi sur la précipitation de deux manières :

1. Des températures de mise en solution élevées induisent le grossissement des grains, ce qui réduit le taux de la phase sigma formée.
2. De l'autre côté, aux hautes températures, on assiste à une croissance de la teneur en ferrite, ce qui encourage, à première vue, la précipitation de la phase sigma durant les traitements de vieillissement.

A 850 °C, la formation de la phase sigma débute après seulement deux minutes, mais est toutefois relativement lente comparée à celle des carbures et des nitrures qui eux précipitent après quelques secondes (Figure II.5b). La phase sigma précipite préférentiellement dans les joints de phases γ/δ , 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 eutectoïde de la ferrite en $\sigma + \gamma_2$. Elle germe dans les interfaces δ/γ , puis croît à l'intérieur des grains ferritiques. Un schéma illustratif de la précipitation de σ est donné dans la Figure II.6b. La formation de σ , qui est riche en éléments α -gènes cause un appauvrissement des régions ferritiques adjacentes en ces éléments conduisant à la transformation de cette ferrite en austénite secondaire. La précipitation de la phase sigma dans l'austénite a été rapportée par I. F MACHADO et A. F PADILHA [19]. Dans ce cas, la formation de la phase sigma a lieu au voisinage des particules de nitrures de Chrome dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques ayant une teneur importante en Azote (environ 1% en poids). Ainsi, la précipitation des nitrures de Chrome conduit à l'appauvrissement des régions voisines en Azote, par la suite, il y a apparition de la phase sigma dans ces zones.

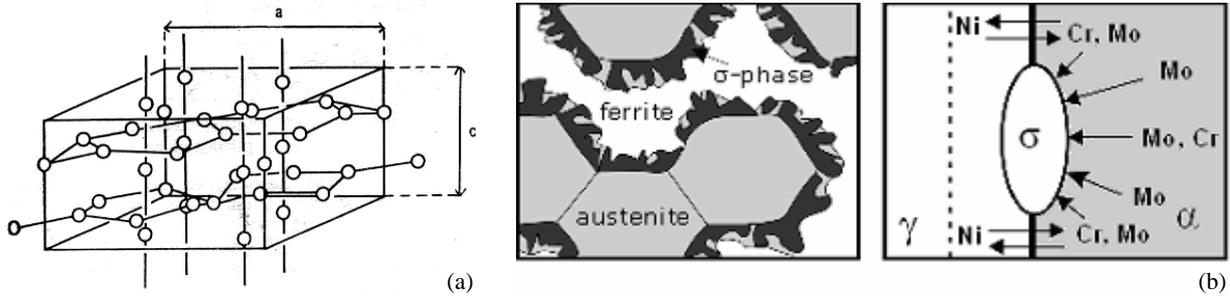


Figure II.6 : (a) Structure de la phase sigma quadratique de paramètres $a = 8.970 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$; (b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [3].

La précipitation de la phase sigma dans l'austénite est une conséquence de l'existence d'un gradient de concentration en Azote durant la précipitation discontinue des nitrures. L'existence de ce gradient de concentration en Azote est due à la grande différence entre le coefficient de diffusion de l'Azote et celui du Chrome dans l'austénite. La réaction qui décrit la formation de la phase sigma dans l'austénite est probablement l'une des deux possibilités suivantes [19] :

1. austénite pauvre en Azote \Rightarrow ferrite ($\gamma_{\downarrow N} \Rightarrow \alpha$) et par la suite : la ferrite \Rightarrow phase sigma ($\alpha \Rightarrow \sigma + \gamma_2$)
2. austénite pauvre en Azote \Rightarrow phase sigma ($\gamma_{\downarrow N} \Rightarrow \sigma$).

II.2.3.3 La phase chi (χ)

Comme la phase sigma, la phase chi précipite dans l'intervalle de température entre 700 et 900 °C, mais à des taux plus faibles [14]. 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) [14], il est difficile d'étudier leurs effets séparément.

II.2.3.4 Les carbures et les nitrures de Chromes

Les carbures de Chrome précipitent entre 950 et 1050 °C principalement dans les joints de grains γ/α où la ferrite (phase très riche en Chrome) est en contact direct avec l'austénite (phase très riche en Carbone). Ils peuvent aussi précipiter dans les joints de grains γ/γ , δ/δ et avec un degré moindre à l'intérieur des grains austénitiques et ferritiques. Leur formation peut être évitée par une simple trempe. De plus, dans les nouvelles nuances austéno-ferritiques contenant moins de 0.02% de Carbone, la formation des carbures est devenue rare.

L'une des caractéristiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques est que la précipitation des carbures de Chrome observée dans les joints de grains est discontinue et est accompagnée de la formation de la phase γ dans les zones déchromées, ce qui génère le déplacement des joints de grains [3]. La précipitation des carbures et des nitrures est favorisée par la diminution de la solubilité des éléments C et N dans l'austénite à des températures inférieures à celles de mise en solution. Il a été rapporté dans la littérature [17] que les carbures qui précipitent fréquemment dans l'acier inoxydable duplex 2205 sont de type $M_{23}C_6$. Pour les nuances austéno-ferritiques contenant des additions en Azote maîtrisées, la précipitation des nitrures de Chrome type Cr_2N peut avoir lieu. Ces précipités ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers 900°C voisine de celle des carbures $Cr_{23}C_6$ [3], ce qui rend possible la simultanéité de leur formation. Les nitrures Cr_2N apparaissent sur les joints δ/γ et δ/δ . Des précipitations intragranulaires, principalement en ZAT fortement ferritique, ont également été observées, ainsi que les nitrures CrN .

II.2.4 Transformations à température inférieure à 600 °C

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

Soulignons enfin que l'expérience a montré que seul un traitement d'hypertrempe à partir de 1050 ou 1150 °C permet de s'affranchir de toute précipitation dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques [3].

II.3 Propriétés physiques et mécaniques

II.3.1 Propriétés physiques

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles, voisins de ceux des aciers au Carbone [1], ce qui les rend convenables aux conditions de cyclages thermiques. De plus, la conductivité thermique est plus importante que celles des aciers austénitiques. Aussi, comme les aciers inoxydables austéno-ferritiques contiennent environ

50% de ferrite, ils présentent un certain degré de magnétisme. Quelques propriétés physiques des aciers inoxydables duplex sont données dans les Tableaux II.1 et II.3.

II.3.2 Propriétés mécaniques

Les aciers austéno-ferritiques présentent des propriétés mécaniques très intéressantes. Les limites d'élasticité, en particulier, sont élevées tandis que la ductilité reste satisfaisante. Cet excellent compromis est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est conféré par la phase ferritique alors que l'austénite permet de conserver ductilité et ténacité. Le Tableau II.2 illustre la dépendance des propriétés mécaniques avec la teneur en ferrite. L'action durcissante et fragilisante de la ferrite est mise en évidence.

Tableau II.1: Quelques propriétés physiques à la température ambiante de quelques nuances austéno-ferritiques [14].

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

Tableau II.2 : Propriétés mécaniques et teneur en ferrite [3].

Acier	[α] %	R _{0.02} (MPa)	R _m (MPa)	A %	KCU J/cm ²
Z6 CN 18-10 (AISI 304 L)	0	220	590	50	2200
Z3 CNDU 21-8	65	350	670	35	180
Z5 CNUD 26-6	80	800	850	20	100

Tableau II.3 : Quelques propriétés physiques de quelques nuances duplex aux hautes températures [14].

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

Le Tableau II.4 donne quelques propriétés mécaniques de tôles en aciers inoxydables duplex. L'évolution de quelques propriétés mécaniques de quelques nuances austénoferritiques est illustrée dans la Figure II.7a. Il faut aussi souligné que les propriétés mécaniques dépendent de la composition chimique de l'acier et des traitements thermiques. Une augmentation des teneurs en Chrome, en Molybdène et en Cuivre provoque un durcissement par solution solide. Notons enfin que les aciers inoxydables duplex conservent une ténacité appréciable même à des températures assez basses, mais n'atteignent pas les températures pour l'emploi dans les conditions cryogéniques.

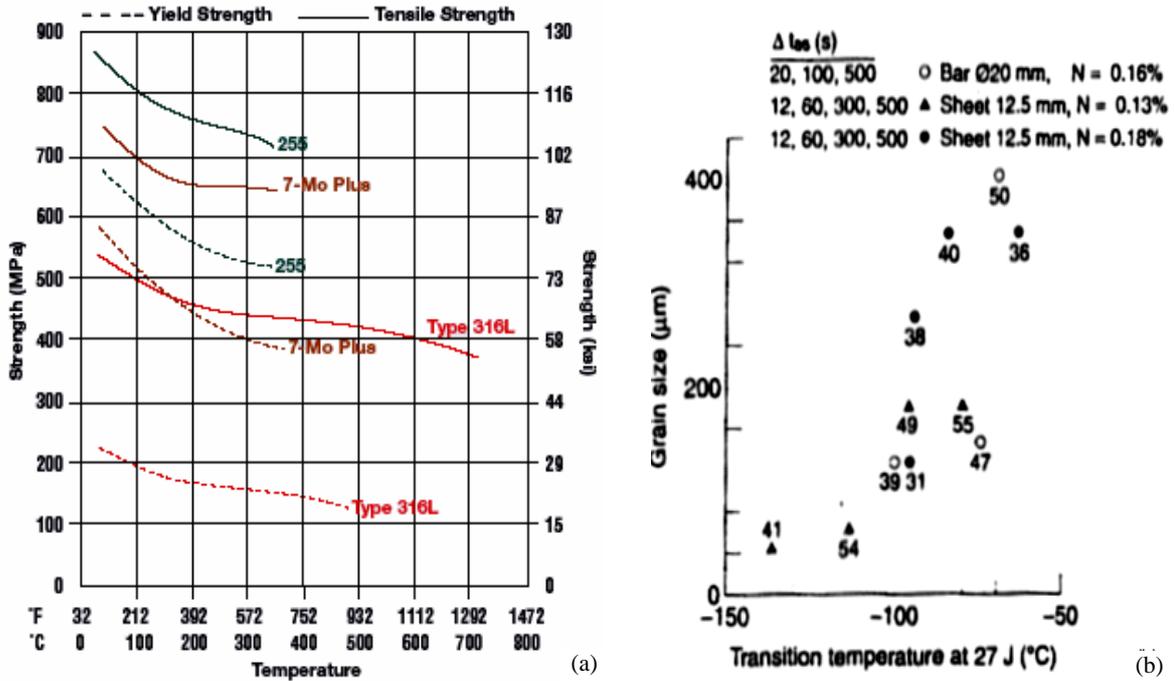


Figure II.7 : (a) Evolution de la limite élastique proportionnelle et de la résistance à la traction de quelques aciers inoxydables duplex en fonction de la température ; (b) Relation entre la taille des grains et la température de transition pour l'acier inoxydable duplex 2205 [14,1].

Tableau II.4 : Quelques propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austénoferritique [14].

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

II.3.2.1 Dureté

Les duretés Brinell et Rockwell (HRB) de quelques nuances austénoferritiques sont données dans le Tableau II.4. La dureté est fonction de plusieurs paramètres parmi lesquels on peut citer : la taille des grains, la précipitation de phases durcissantes ainsi que le soudage.

II.3.2.2 Résistance au choc (résilience)

La ténacité dépend de la composition chimique, ainsi que de l'historique thermomécanique de l'acier qui influe sur sa microstructure et sa texture [1] (Figure II.7b). Aussi, les éléments

résiduels jouent un rôle important. En effet, la résilience est améliorée par la réduction de la teneur en Oxygène. Il existe d'autres facteurs qui affectent la ténacité, toute précipitation de phases intermétalliques, telle que la phase sigma, conduit à une diminution très importante de la ténacité (Figure II.8). Les résultats de l'essai de résilience à basse température pour quelques aciers inoxydables duplex dont le plan de l'entaille est transversal à la direction du laminage sont illustrés sur la Figure II.9a. Ces aciers présentent une température de transition ductile-fragile bien définie et une bonne ténacité à température inférieure à -100°C. La ténacité est inversement proportionnelle au taux de ferrite ; une teneur en ferrite élevée réduit la ténacité et la température de transition ductile-fragile, en particulier quand le taux de α est d'environ 80% (Figure II.9b).

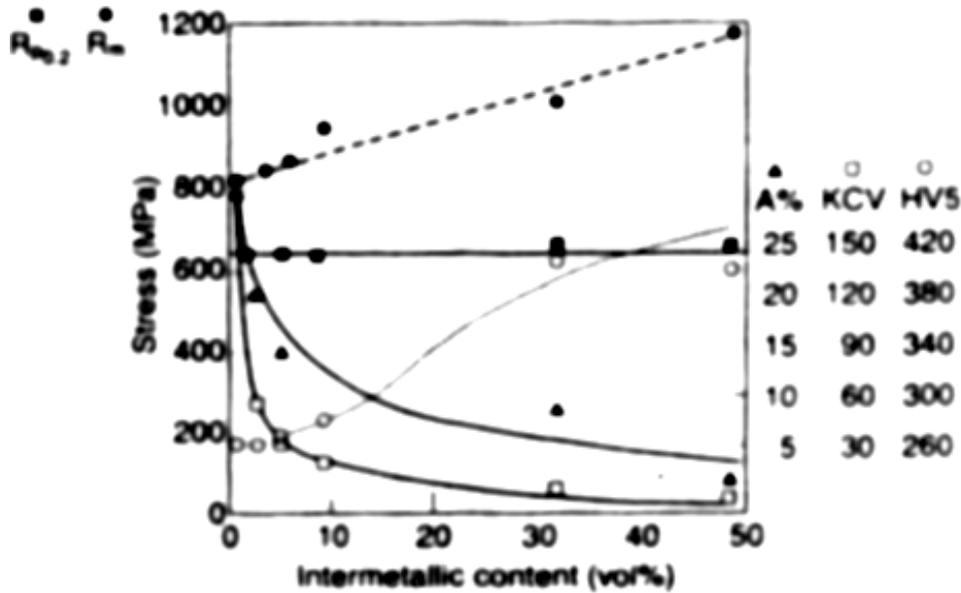


Figure II.8 : Quelques propriétés mécaniques de l'acier inoxydable austénoferritique S32550 en fonction du taux de la phase sigma [1].

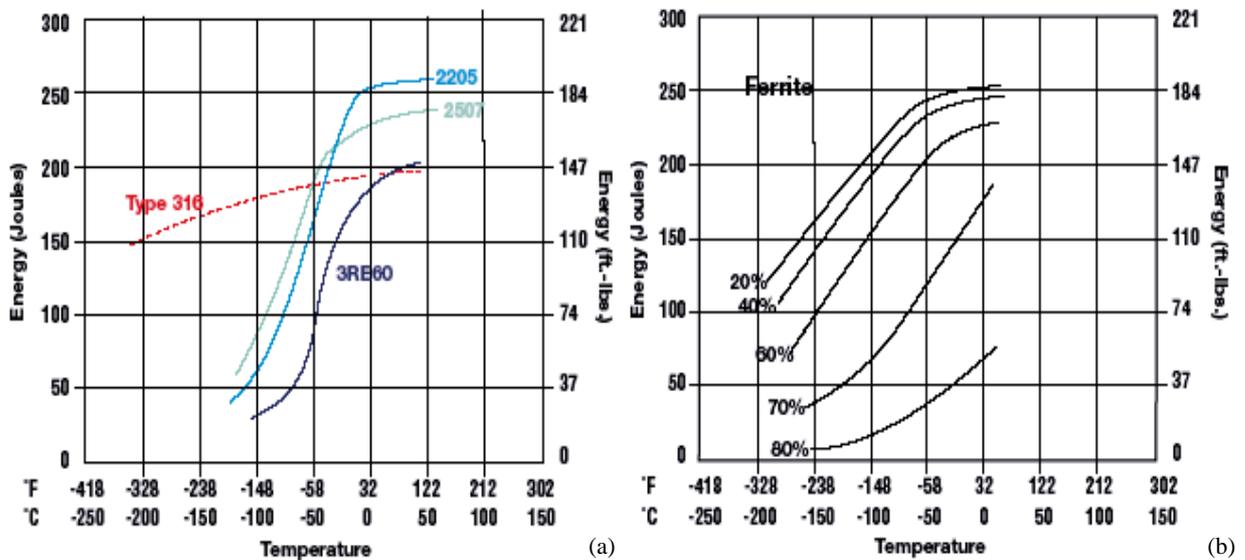


Figure II.9 : (a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex ; (b) Effet du taux de ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex [14].

II.4 Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex

II.4.1 Soudabilité des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex ont une bonne soudabilité, tous les procédés de soudage peuvent être utilisés. Toutefois, leur bonne soudabilité est conditionnée par le respect de certaines règles métallurgiques [6]. En effet, l'obtention d'un métal déposé duplex est due à l'association d'un cycle thermique de soudage et d'une analyse chimique du métal déposé spécifiques.

Les aciers inoxydables duplex ne sont pas aussi facilement soudés que les nuances austénitiques mais la faible dilatation thermique qui les caractérise réduit la distorsion et les contraintes résiduelles qui apparaissent après soudage.

II.4.2 Evolution de structure dans la ZAT

La ZAT surchauffée est définie comme étant la zone adjacente à la zone fondue, sa température est voisine du point de fusion de l'acier soudé et sa structure est entièrement ferritique au chauffage, alors que la ZAT recuite est la zone où les fractions volumiques de l'austénite et de la ferrite demeurent inchangées. Diverses transformations ont lieu entre ces deux zones et la complexité de ces transformations est d'autant plus importante que le nombre de passes est élevé.

II.4.2.1 La ZAT surchauffée

Les transformations microstructurales qui ont lieu dans la ZAT surchauffée sont essentiellement contrôlées par le procédé de soudage et par la composition chimique. Pour une composition chimique donnée, la microstructure dans la ZAT surchauffée dépend de l'historique thermique imposé. Ainsi, l'énergie de soudage, l'épaisseur de la pièce à souder, le préchauffage et la température d'interpassage sont autant de paramètres qui affectent la microstructure de la ZAT surchauffée.

Plus particulièrement, c'est la température maximale du cycle thermique et la durée de séjour dans le domaine ferritique qui contrôlent la dissolution de l'austénite et la taille du grain ferritique. La reformation de l'austénite – qui implique la redistribution de l'Azote – a lieu dans les joints de grains ferritiques, elle peut aussi apparaître dans les sites intragranulaires. Une taille de grain de ferrite élevée retarde la formation de l'austénite.

II.4.2.2 La ZAT recuite

Cette zone se situe loin de la zone fondue et présente un historique thermique qui peut provoquer la formation de phases intermétalliques qui, en fait, dépend de la composition chimique, des traitements thermiques ultérieurs et de la durée totale de séjour aux hautes températures (cycle thermique total). Ainsi, les ZAT des soudures austéno-ferritiques peuvent subir deux types de modifications structurales :

1. Un accroissement de la teneur en ferrite consécutive au cycle thermique de soudage dont la vitesse de refroidissement est trop rapide pour une retransformation complète en austénite de la ferrite formée au chauffage. Et c'est pour cette raison qu'il faut que l'énergie de soudage soit assez élevée.
2. Une transformation partielle de la ferrite en phases intermétalliques éventuellement accompagnée de la précipitation de carbures et/ou nitrures, en particulier en présence de réaffectations thermiques. Pour éviter ces précipitations, il est donc recommandé de ne pas utiliser des énergies de soudage trop élevées.

Ceci dit, un contrôle des transformations dans la ZAT s'impose, et ce en contrôlant les paramètres de soudage pour assurer des conditions de refroidissement assez lentes pour permettre la reformation de l'austénite, et assez élevées pour éviter la précipitation des phases intermétalliques. Pour cela, il faut prendre en considération l'énergie de soudage et les températures d'interpasses, on maintiendra l'énergie de soudage dans l'intervalle 10 à 20 kJ/cm tout en garantissant une température d'interpasses inférieure à 150 °C [1]. Cependant, cette approche ne définit pas complètement le cycle thermique approprié pour obtenir des propriétés optimales. On a donc recours au temps de refroidissement entre 1200 et 800 °C $\Delta t_{12/8}$ qui est recommandé pour les aciers inoxydables duplex, car il couvre l'intervalle de températures dans lequel la formation de l'austénite a lieu. Le temps de refroidissement $\Delta t_{12/8}$ se situe entre 4 et 15 s [1].

II.4.3 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se fait suivant le mode épitaxial selon lequel les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lequel ils reposent, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique [20]. La taille du grain ferritique, l'orientation des grains, le taux de ferrite et la morphologie influencent les propriétés du métal fondu. Aussi, le partage des éléments à l'état solide entre l'austénite et la ferrite peut sérieusement affecter les propriétés de la zone fondue.

La formation de l'austénite débute initialement sur des sites intergranulaires, s'ensuit alors la formation de l'austénite type Widmanstätten ou sur des sites intragranulaires. Etant donné que la germination de l'austénite a lieu dans les joints de grains, une petite taille des grains de ferrite favorise des taux d'austénite élevés. En général, le taux de ferrite dans le métal fondu est compris entre 30 et 70% selon la composition chimique et les vitesses de refroidissement.

La Figure II.10 récapitule les différentes zones dans un joint soudé austénoferritique. L'étendue des différentes zones représentées sur la Figure II.10 dépend fortement des paramètres de soudage et du procédé utilisé.

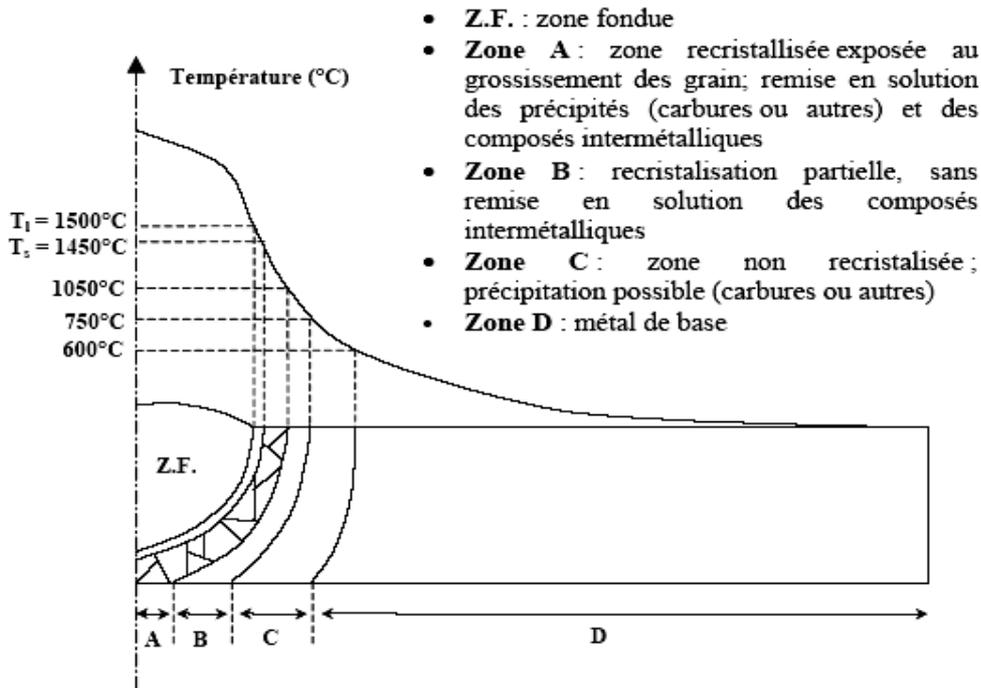


Figure II.10 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique [21].

II.4.4 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés

Le problème essentiel est le contrôle de la teneur en ferrite du joint soudé (ZF et ZAT) qui revêt une importance particulière. La prédétermination de la teneur en ferrite dans la ZF n'est plus possible à partir du diagramme de Schaeffler (influence de l'Azote non prise en compte), ni à partir de celui de Delong (car il ne couvre pas le domaine des austénoferritiques).

Le diagramme présentant le meilleur compromis est celui d'Espy [3] :

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1.5 (\%Si) + 0.5 (\%Nb) + 5 (\%V) + 3 (\%Al) \quad (\text{II.1})$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30 (\%C) + 0.87 + 0.33 (\%Cu) + (\%N - 0.045) \times a \quad (\text{II.2})$$

Avec : $a = 30$ pour $\% N \leq 0.20$

$a = 22$ pour $0.21 \leq \% N \leq 0.25$

$a = 20$ pour $0.26 \leq \% N \leq 0.35$.

II.4.5 Traitements thermiques sur soudures

Il est conseillé de ne pratiquer ni pré – ni poste – chauffage sur les nuances austénoferritiques afin d'éviter toute transformation de la ferrite. Le seul traitement thermique autorisé après soudage est le traitement d'hypertrempe (≈ 1050 °C) permettant, même lors du soudage sans apport, l'obtention de joints soudés avec une structure homogène, par l'abaissement de la teneur en ferrite dans la ZAT et dans le métal fondu.

Chapitre III

Rappels sur la germination hétérogène dans les solides

1. Introduction
 2. La germination hétérogène
 3. Les équations d'évolution empiriques des réactions hétérogènes
 4. Modification des équations de Johnson-Mehl-Avrami
 5. Détermination des paramètres de la transformation
-

III.1 Introduction

Le fait que des échantillons massifs de matériaux aient une surfusion inférieure à 5 °C, comparée avec les très grands degrés de surfusion qui peuvent être atteints lorsque la germination homogène est réalisée met en évidence l'efficacité des particules étrangères comme catalyseurs de germination pendant la solidification. La théorie de la germination hétérogène est une extension directe de la théorie classique de la germination homogène.

III.2 La germination hétérogène

Rappelons d'abord que la différence entre la germination hétérogène et la germination homogène est que dans le premier cas la germination a lieu préférentiellement dans les défauts structuraux tels que les joints de grains et les dislocations, tandis que dans la germination homogène elle apparaît complètement au hasard à travers le système. Cette différence est mise en évidence dans l'expression donnant la variation d'énergie libre de formation d'un germe hétérogène (Equation III.1) puisque il y a apparition d'un terme supplémentaire relatif à l'effet moteur de l'existence du défaut.

$$\Delta G_{hét} = V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\tau - \Delta G_d \quad (III.1)$$

$\Delta G_{hét}$: variation de l'énergie libre de formation d'un germe

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

$A\tau$: énergie interfaciale

ΔG_d : variation de l'énergie libre du défaut

Dans le cas d'un joint de grain et en se basant sur la configuration donnée dans la Figure III.1, on peut déduire une relation entre les tensions superficielles tel que :

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

Ainsi, après développement, la variation d'énergie libre de formation d'un germe stable de volume V peut s'écrire :

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

Cette expression est la même que celle obtenue dans le cas de la germination homogène à la fonction $K(\theta)$ près, qui dépend de la forme du germe, avec :

$$K(\theta) = \frac{1}{2} (2 + \cos\theta)(1 - \cos\theta)^2 \quad (III.4)$$

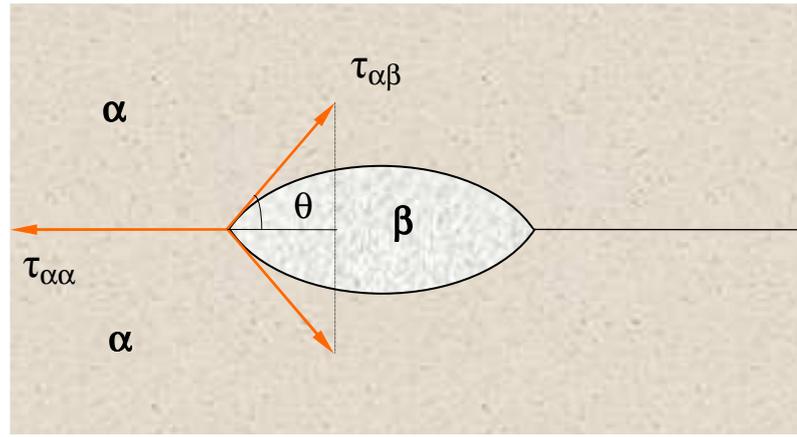


Figure III.1 : Formation d'un germe d'une phase solide β sur la phase α [22].

III.3 Les équations d'évolution des réactions hétérogènes

Les systèmes hétérogènes sont constitués d'un mélange de phases et une réaction dans un tel système se produit par la croissance d'une ou plusieurs phases au dépend des autres. En général, chaque phase ne se présente pas comme une entité unique mais comme un ensemble de petits domaines dispersés. Une transformation implique la formation de nouveaux domaines par germination, la progression des frontières d'une phase étant la croissance. La vitesse d'une telle transformation dépend à la fois de la vitesse de germination, de la vitesse de croissance des domaines isolés et des effets de l'influence mutuelle entre des domaines voisins, soit par interpénétration directe, soit par une compétition prolongée pour les atomes du soluté.

Les cinétiques de la plupart des réactions hétérogènes sont trop complexes pour être traitées analytiquement, il est donc nécessaire de recourir à des solutions empiriques [23]. Une relation dont la forme générale est donnée dans l'Equation III.5 a été proposée pour décrire les cinétiques isothermes d'une grande variété de réactions dans les métaux.

$$dy/dt = k^n t^{n-1} (1 - y) \quad (\text{III.5})$$

De plus, un grand nombre des équations cinétiques calculées pour des processus simples peut être réduit, soit exactement, soit approximativement, à cette même forme avec des valeurs appropriées des facteurs k et n . La vitesse de réaction commence par être petite, puis croît jusqu'à un maximum et décroît ensuite vers zéro en raison des effets de l'interpénétration. Le facteur $(1-y)$ peut être considéré comme étant le frein de la réaction dû à l'interpénétration. En supposant que k et n sont des constantes indépendantes de y (et donc de t) pour une température constante, on peut intégrer l'Equation III.5, on obtient alors :

$$\ln \frac{1}{1-y} = (kn)^n \quad (\text{III.6})$$

L'Equation III.6 donne une courbe d'évolution sigmoïdale. Une forme équivalente en est :

$$y = 1 - e^{-(kt)^n} \quad (\text{III.7})$$

L'Equation III.7 est connue sous le nom d'équation de Johnson-Mehl-Avrami (JMA). Cette équation décrit les cinétiques de transformation isotherme d'une phase mère qui en se décomposant donne naissance à une autre phase qui apparaît par germination et croissance.

Le modèle théorique de JMA est basé sur trois hypothèses importantes [24]:

1. Le volume dans lequel a lieu la transformation est infini.
2. La germination a lieu aléatoirement.
3. La croissance des zones transformées est la même dans toutes les directions.

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.7. k peut prendre n'importe quelle valeur positive. En pratique, si $k > 1 \text{ sec}^{-1}$ la réaction est trop rapide pour être suivie expérimentalement. Ainsi donc, la cinétique de transformation décroît lorsque k diminue (Figure III.2). A cet effet, k est appelée constante de vitesse de la réaction. n modifie l'allure de la courbe (Figure III.3), il traduit donc le mécanisme de transformation et peut aussi prendre n'importe quelle valeur positive ; il est souvent compris entre 0.5 à 2.5 et est appelé index d'Avrami.

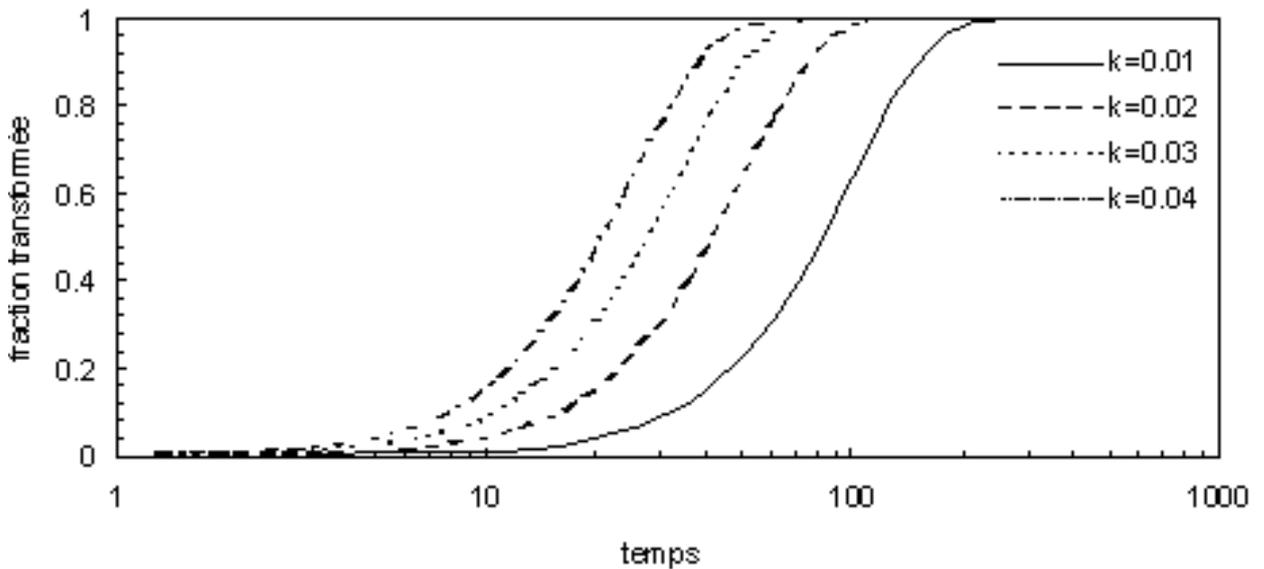


Figure III.2 : Effet de la constante k sur la courbe de JMA [22].

De nombreuses transformations dans les métaux ont une période d'incubation durant laquelle aucune modification détectable n'a lieu. Si tel est le cas, t , dans l'équation III.7 devrait, en principe être mesuré à partir de la fin de la période d'incubation.

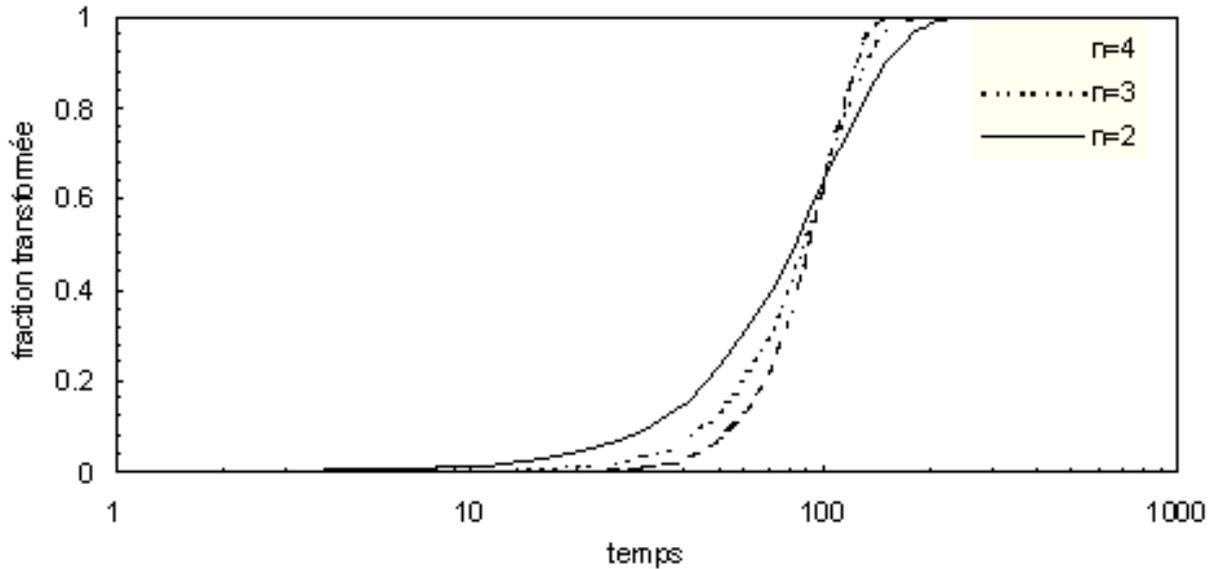


Figure III.3 : Effet de l'exposant n sur l'allure de la courbe de JMA [22].

Cependant, il est très difficile dans la pratique de définir l'instant exact du départ de la réaction et il est alors plus commode de mesurer t à partir d'une origine commune qui est, en général, l'instant auquel l'échantillon atteint la température de la réaction.

En prenant le logarithme dans l'Equation (III.6) on obtient :

$$\ln \ln \frac{1}{1-y} = n \ln t + n \ln k \quad (\text{III.8})$$

En conséquence, si une réaction est conforme à l'équation de Johnson-Mehl-Avrami, la courbe représentative de $\ln \ln (1/(1-y))$ en fonction de $\ln(t)$ est une droite. La valeur de n est calculée à partir de la pente et celle de k à l'aide du point d'intersection avec l'axe de $\ln(t)$. Cependant, il est préférable d'obtenir k à partir des données ou de la courbe de réaction comme il sera mentionné dans le paragraphe III.5.

III.4 Modification des équations de Johnson-Mehl-Avrami

Il a été constaté expérimentalement que 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. Les corrections apportées aux équations de Johnson-Mehl-Avrami portent sur le facteur d'empiétement $(1-y)$ en introduisant un exposant supplémentaire [22].

Après correction, l'Equation III.5 s'écrit :

$$dy/dt = k^n t^{n-1} (1-y)^2 \quad (\text{III.9})$$

Ou plus généralement :

$$dy/dt = k^n t^{n-1} (1-y)^{c+1} \quad (\text{III.10})$$

c : tient compte de l'empiétement entre les différents cristaux en croissance.

Nous obtenons donc, après intégration :

$$y = 1 - \left[\frac{1}{1 + c(kt)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad (\text{III.11})$$

III.5 Détermination des paramètres de la transformation

En reprenant l'Equation III.11 on pourra l'écrire comme suit :

$$(kt)^n = \begin{cases} \ln \frac{1}{1-y}, c=0 \\ \frac{1}{c} \left[\frac{1}{(1-y)^c} - 1 \right], c \neq 0 \end{cases} \quad (\text{III.12})$$

Si on introduit le logarithme népérien, on obtient :

$$\Rightarrow n \ln k + n \ln t = \begin{cases} \ln \ln \frac{1}{1-y}, c=0 \\ \ln \left[\frac{(1-y)^{-c} - 1}{c} \right], c \neq 0 \end{cases} \quad (\text{III.13})$$

En choisissant une durée t_0 tel que : $kt_0 = 1$, le taux d'évolution de la transformation correspondant peut s'écrire sous la forme :

$$y_0 = \begin{cases} 1 - \frac{1}{e} = 0.3621, c=0 \\ 1 - \left[\frac{1}{c} \right]^c, c \neq 0 \end{cases} \quad (\text{III.14})$$

En choisissant judicieusement le taux d'évolution, 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. On peut aussi déterminer le temps et la fraction correspondant à la cinétique maximale de précipitation que nous reprendrons avec plus de détails dans le chapitre résultats et interprétations.

Chapitre IV

Techniques expérimentales

1. Introduction
 2. Analyse de la composition chimique
 3. L'opération de Soudage
 4. Traitements thermiques
 5. Caractérisation
-

IV.1 Introduction

Les aciers inoxydables duplex présentent des propriétés mécaniques et une résistance à la corrosion très intéressantes. Toutefois, dans l'intervalle de températures entre 600 et 900 °C, on assiste à la précipitation de phases secondaires qui affectent dramatiquement ces propriétés. D'où l'intérêt d'étudier ces aciers, étude qui revêt un caractère académique puisque l'on s'intéresserait à la compréhension de la cinétique, des mécanismes et des effets des transformations que subit cet acier dans cet intervalle de température. De l'autre côté, et à l'échelle industrielle, cette étude est d'autant plus importante, en particulier dans les industries pétrolière et nucléaire.

En effet, si le diamètre des tubes soudés est important, l'opération de soudage est effectuée avec plusieurs passes (dans l'industrie nucléaire, certaines sections sont soudées avec plus de 100 passes [21]) induisant par conséquent un échauffement de la ZAT qui voit sa température augmenter au risque d'atteindre des valeurs comprises entre 600 et 900 °C.

IV.2 Analyse de la composition chimique

Nous avons utilisé dans notre étude l'acier inoxydable duplex 2205 (Figure IV.1). Les échantillons ont été prélevés à partir d'un tube de diamètre 170 mm et d'épaisseur 7 mm. Avant d'entamer notre étude, nous avons déterminé la composition chimique de notre acier. L'analyse a été réalisée par spectroscopie de fluorescence X au Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA). La composition chimique de l'acier inoxydable duplex 2205, ainsi que celle de l'acier inoxydable que nous avons utilisé comme métal d'apport lors de l'opération de soudage sont données dans le Tableau IV.1.

Tableau IV.1: Composition chimique du Métal de Base et du métal d'apport

	C	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	P	S	Cu	N
2205	0.03	0.36	1.77	5.7	2.3	22.05	0.018	0.015	0.12	0.14
ER2209	0.015	0.5	1.3	8.5	3.0	22.5	—	—	—	0.14

En comparant les deux compositions on remarque que la teneur en Carbone dans le métal d'apport (0.015%) est inférieure à celle du métal de base (0.03%), ce qui minimise le risque de précipitation des carbures de Chrome, alors que le taux de Nickel dans le métal d'apport est plus élevé que dans le métal de base, et ceci dans le but de stabiliser l'austénite dans la zone fondue. On constate aussi une légère augmentation de la teneur en Chrome dans le métal d'apport par rapport au métal de base pour compenser toute éventuelle perte causée par la volatilisation [20]. On remarque enfin que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables duplex.

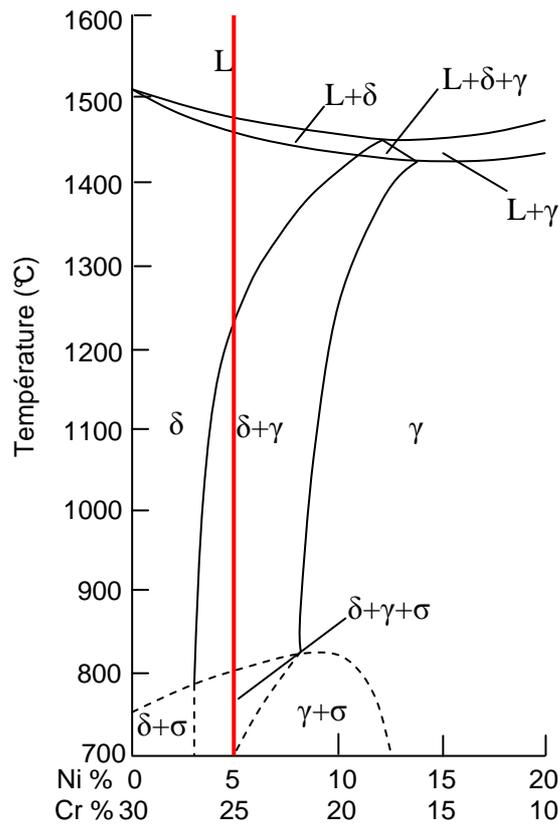


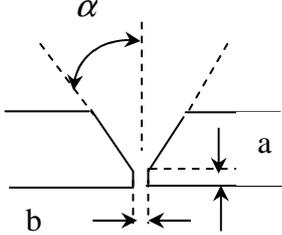
Figure IV.1 : Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.

IV.3 L'opération de Soudage

L'opération de soudage a été réalisée en trois passes avec métal d'apport : la première (pénétration) avec le procédé TIG et les deux dernières (bourrage et finition) avec l'électrode enrobée. Le métal d'apport devant avoir une composition chimique aussi proche que possible de celle du métal de base pour assurer la continuité métallique (une bonne soudabilité), notre choix s'est porté sur l'acier inoxydable duplex ER2209 qui est, en fait, le métal d'apport recommandé pour le soudage de l'acier inoxydable duplex 2205 [2].

IV.3.1 Préparation de la fiche technique de soudage

Avant l'opération de soudage, la pièce à souder doit être préparée soigneusement. Pour cela, un nettoyage manuel avec une brosse en acier inoxydable ou un solvant chimique est suffisant. Il est impératif de procéder au nettoyage avant soudage pour éliminer tous les oxydes, les huiles, les graisses, les impuretés et toute autre matière intrusive. Une fiche technique de soudage regroupant les informations et les paramètres relatifs à l'opération de soudage est donnée ci-dessous.

	I.1.1.1.1 MEMOIRE DE MAGISTER I.1.1.1.1.1.1.1 ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE		Sheet / Feuille : 1/2						
	Welding Specification Specification de soudage WPS No : 001 No :								
	REV. :		DATE :						
II Welding of stainless steels Soudage d'aciers inox									
I.1.1 CSC		Joint preparation : Conception du joint:							
Welding process(es) GTAW Procédé(s) de soudage									
II.1 Base Metal Métal de base : Duplex stainless steel									
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Type Nuance</th> <th style="text-align: center;">Φ (mm)</th> <th style="text-align: center;">Th /Ep (mm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">2205 (UNS S31803)</td> <td style="text-align: center;">170</td> <td style="text-align: center;">7</td> </tr> </tbody> </table>		Type Nuance	Φ (mm)	Th /Ep (mm)	2205 (UNS S31803)	170	7	Joint design : Angle : Type de chanfrein : V Angle : $\alpha = 35^\circ$	
Type Nuance	Φ (mm)	Th /Ep (mm)							
2205 (UNS S31803)	170	7							
II.2 Other: Equivalent Type Material Autres : Nuance équivalente		Strink : Gap : b = 2 (mm) Talon : a = 1.5 (mm) Ecartement							
		Preparation: Ends to be welded are prepared from origin or by cutting or bevelling and grinding. They are cleaned from all excess of oxide, rust, grease or paint.							
		Préparation: Les bords à souder sont préparés d'origine ou par découpage ou chanfreinage et meulage. Ils sont débarrassés de tout excès d'oxyde, rouille, graisse ou peinture.							
		Shielding Gas: Gas de protection:							
		Comp. Flow Rate: Comp. Ar. 99,99% Debit: (l/min) 12							
		Backing gas Comp. Protection envers comp. Ar. 99,99%							
		Backing Flow Rate : Debit envers: (l/min) 25							
		Other: Autres:							

	II.2.1.1.1.1 PROJET MAGISTER II.2.1.1.1.1.1.1 ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE	Sheet / Feuille : 2/2																																									
	Welding Specification Specification de soudage WPS No : 001																																										
	REV. : _____ DATE : _____																																										
Welding Position: Position de Soudage:		Preheat / préchauffage Preheat temp. Min : Préchauffage II.2.1.2 Inter passe temp.Max : 120° C Température interpasse																																									
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">Layer/passe</th> <th style="text-align: center;">Root / Pén. 1^{ere} passe</th> <th style="text-align: center;">Fill / Bour 2^{eme} passe</th> <th style="text-align: center;">Cap / Fin. 3^{eme} passe</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: left;">II.2.1.1.2 Position</td> <td style="text-align: center;">5G</td> <td style="text-align: center;">5G</td> <td style="text-align: center;">5G</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Rot./ou Fix.</td> <td style="text-align: center;">Fix</td> <td style="text-align: center;">Fix</td> <td style="text-align: center;">Fix</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Prog./Prog.</td> <td style="text-align: center;">Up Hill/Mont.</td> <td style="text-align: center;">Up Hill/Mont.</td> <td style="text-align: center;">Up Hill/Mont.</td> </tr> </tbody> </table>		Layer/passe	Root / Pén. 1 ^{ere} passe	Fill / Bour 2 ^{eme} passe	Cap / Fin. 3 ^{eme} passe	II.2.1.1.2 Position	5G	5G	5G	Rot./ou Fix.	Fix	Fix	Fix	Prog./Prog.	Up Hill/Mont.	Up Hill/Mont.	Up Hill/Mont.																										
Layer/passe	Root / Pén. 1 ^{ere} passe	Fill / Bour 2 ^{eme} passe	Cap / Fin. 3 ^{eme} passe																																								
II.2.1.1.2 Position	5G	5G	5G																																								
Rot./ou Fix.	Fix	Fix	Fix																																								
Prog./Prog.	Up Hill/Mont.	Up Hill/Mont.	Up Hill/Mont.																																								
Fixation direction: Other: Autres																																											
Electrical characteristics & Welding Technique : Technique d'exécution du joint et caractéristiques électriques																																											
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">Layers / Passes</th> <th style="text-align: left;">Root / pénétration</th> <th style="text-align: left;">Fill / Bourrage</th> <th style="text-align: left;">Cap / Finition</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: left;">Welding Process / procédé de soudage</td> <td style="text-align: center;">GTAW</td> <td style="text-align: center;">SMAW</td> <td style="text-align: center;">SMAW</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Welding position / position de soudage</td> <td style="text-align: center;">5G</td> <td style="text-align: center;">5G</td> <td style="text-align: center;">5G</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Current & polarity / courant & polarité</td> <td style="text-align: center;">(-)</td> <td style="text-align: center;">(-)</td> <td style="text-align: center;">(-)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Filer métal / métal d'apport</td> <td style="text-align: center;">ER 2209</td> <td style="text-align: center;">E 2209</td> <td style="text-align: center;">E 2209</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Φ Electrode / Electrode (mm)</td> <td style="text-align: center;">2.5</td> <td style="text-align: center;">3.2</td> <td style="text-align: center;">3.2</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Amp.Range / Gamme d'intensités (A)</td> <td style="text-align: center;">100-135</td> <td style="text-align: center;">80 -110</td> <td style="text-align: center;">80 – 110</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Volt.Range / Gamme de tension (V)</td> <td style="text-align: center;">11 - 18</td> <td style="text-align: center;">11 - 18</td> <td style="text-align: center;">11 – 18</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Gas / Gaz</td> <td style="text-align: center;">Ar</td> <td style="text-align: center;">Ar</td> <td style="text-align: center;">Ar</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Folw Rate / Débit (l/min)</td> <td style="text-align: center;">10 - 20</td> <td style="text-align: center;">10 - 20</td> <td style="text-align: center;">10 – 20</td> </tr> </tbody> </table>				Layers / Passes	Root / pénétration	Fill / Bourrage	Cap / Finition	Welding Process / procédé de soudage	GTAW	SMAW	SMAW	Welding position / position de soudage	5G	5G	5G	Current & polarity / courant & polarité	(-)	(-)	(-)	Filer métal / métal d'apport	ER 2209	E 2209	E 2209	Φ Electrode / Electrode (mm)	2.5	3.2	3.2	Amp.Range / Gamme d'intensités (A)	100-135	80 -110	80 – 110	Volt.Range / Gamme de tension (V)	11 - 18	11 - 18	11 – 18	Gas / Gaz	Ar	Ar	Ar	Folw Rate / Débit (l/min)	10 - 20	10 - 20	10 – 20
Layers / Passes	Root / pénétration	Fill / Bourrage	Cap / Finition																																								
Welding Process / procédé de soudage	GTAW	SMAW	SMAW																																								
Welding position / position de soudage	5G	5G	5G																																								
Current & polarity / courant & polarité	(-)	(-)	(-)																																								
Filer métal / métal d'apport	ER 2209	E 2209	E 2209																																								
Φ Electrode / Electrode (mm)	2.5	3.2	3.2																																								
Amp.Range / Gamme d'intensités (A)	100-135	80 -110	80 – 110																																								
Volt.Range / Gamme de tension (V)	11 - 18	11 - 18	11 – 18																																								
Gas / Gaz	Ar	Ar	Ar																																								
Folw Rate / Débit (l/min)	10 - 20	10 - 20	10 – 20																																								
II.2.1.3 II.2.1.4 The number of passes in filling and cap depends on the thickness to be welded Le nombre de passes en bourrage et finition dépend de l'épaisseur à souder.																																											
In filling and cap, passes can be done by juxtaposed beads. En bourrage et finition, les passes peuvent être faites par cordons juxtaposés.																																											
Other : Autres :																																											

IV.3.2 Le procédé de soudage TIG

Le procédé GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), également connu sous le nom de procédé TIG (Tungsten Inert Gas) est illustré dans la Figure IV.2. L'énergie nécessaire pour fondre le métal à assembler est assurée par un arc électrique amorcé et maintenu entre une électrode réfractaire en Tungstène ou alliage de tungstène et la pièce à souder, sous une atmosphère inerte ou légèrement réductrice. Les aciers inoxydables sont soudés en mode DCEN (Direct Current Electrode Negative) ou DCSP (Direct Current Straight Polarity).

En ces conditions, c'est la pièce à souder qui est soumise au bombardement électronique, alors que l'électrode réfractaire s'use très peu. L'atmosphère inerte ou légèrement réductrice protège l'arc électrique de l'air ambiant et permet de le maintenir très stable. Selon le métal de base, les gaz de protection consistent principalement en des mélanges d'Argon (Ar), d'Hélium (He) et d'Hydrogène (H₂). Dans le cas du soudage des nuances austénoferritiques, la présence de l'Hydrogène dans le gaz protecteur peut provoquer une fragilisation à froid du joint soudé. Si le soudage s'effectue sans métal d'apport, un mélange Argon–Azote est utilisé afin de maintenir la structure biphasée ferrite–austénite dans le joint soudé, l'Azote ayant un pouvoir γ -gène important.

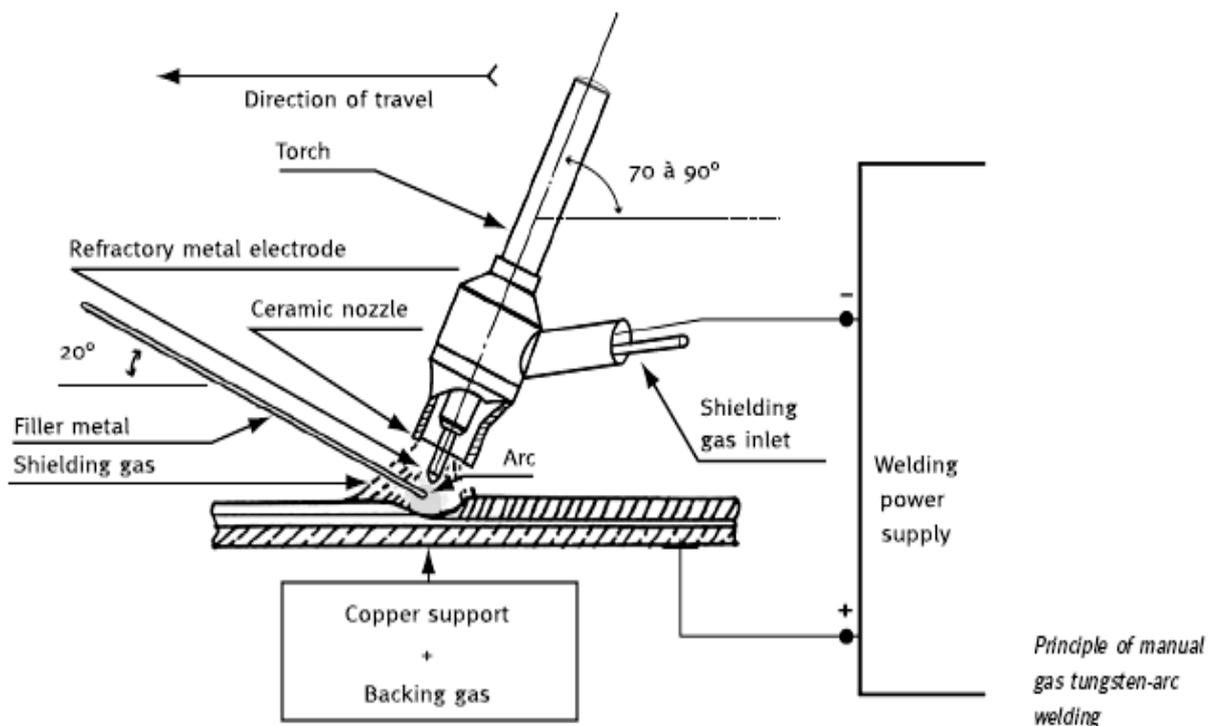


Figure IV.2 : Principe du soudage à l'arc TIG [25].

IV.3.3 Procédé de soudage à l'électrode enrobée

Le procédé de soudage à l'électrode enrobée SMAW (Shielded Metal Arc Welding) est très ancien. Les premières utilisations remontent à l'année 1907, il demeure largement utilisé pour sa simplicité. L'électrode est constituée par une âme métallique couverte d'une couche d'enrobage. L'âme est généralement constituée d'un fil plein en acier inoxydable. L'enrobage joue un rôle essentiel dans l'opération de soudage, il est constitué d'oxydes complexes, de fondants et de carbonates mélangés puis agglomérés à l'acide de silicates alcalins. Par dissociation des carbonates à haute température, il est possible de générer une protection gazeuse tandis que les oxydes, sous forme d'un laitier, participent aux réactions d'affinage du bain de fusion.

Ainsi donc, l'enrobage assure trois fonctions essentielles : électrique, physique et métallurgique. La fonction électrique est liée à l'amorçage et à la stabilisation de l'arc, alors que la fonction physique concerne la viscosité et la tension superficielle du laitier, qui contrôlent le transfert des gouttelettes du métal, la protection efficace du bain de fusion ainsi que sa mouillabilité. Le rôle métallurgique comprend les réactions chimiques entre le métal fondu et l'enrobage, c'est-à-dire, l'affinage du métal fondu. L'enrobage contient une certaine quantité de carbonate de Calcium ($CaCO_3$) qui, dissociée dans l'arc à environ $900\text{ }^\circ\text{C}$, se transforme en CaO et CO_2 , ce dernier assurant la protection de la zone d'arc. Un schéma illustratif du procédé est donné dans la Figure IV.3.

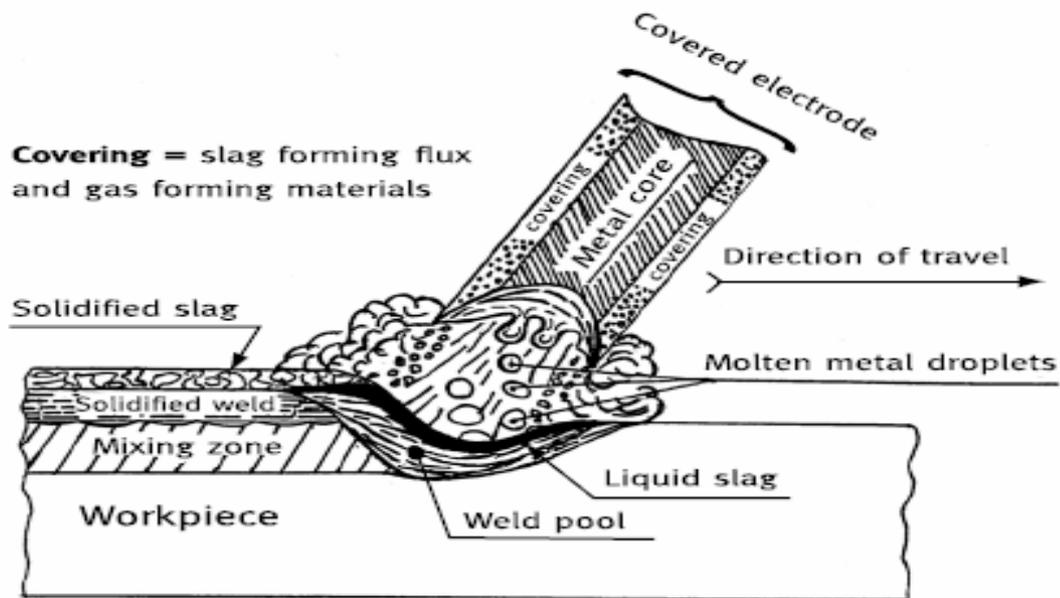


Figure IV.3 : Principe du soudage à l'électrode enrobée [25].

IV.4 Traitements thermiques

Une fois les soudures réalisées, nous avons découpé des échantillons sous forme rectangulaire de sorte que la plus grande dimension soit perpendiculaire à la ligne de soudage et donc parallèle à la direction du laminage. Ces échantillons ont subi deux types de traitements thermiques.

IV.4.1 Traitement de mise en solution

Ce traitement consiste à porter les échantillons à très haute température, de les maintenir à cette température au four pendant une heure. Ensuite, ils sont refroidis rapidement à l'eau (hypertrempe). Le traitement d'hypertrempe a été réalisé dans un four à résistance électrique au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Techniques en Soudage et Contrôle (CSC). Nous avons adopté trois températures d'hypertrempe : 1050, 1150 et 1250 °C, ce qui nous permet de varier le taux de ferrite et la taille des grains.

IV.4.2 Traitement de revenu

Consécutif au traitement d'hypertrempe, le revenu consiste à chauffer les échantillons jusqu'à une température donnée et de les maintenir à cette température pendant un temps donné. Les revenus ont été aussi réalisés dans un four à résistance électrique. Notre choix de la température de maintien s'est porté sur la température de 850 °C car elle correspond au nez de décomposition sur le diagramme TTT de l'acier 2205 (Figure II.5b). Les échantillons ont été maintenus à cette température pendant différents temps : 15 min, 25 min, 40 min, 60 min, 180 min, 300 min, 420 min et 1800 min. Ces temps de maintien, ajoutés au taux de ferrite et à la taille des grains conditionnent la précipitation de la phase sigma.

IV.5 Caractérisation

Elle est scindée en deux parties, l'une microstructurale où l'on met en évidence les différentes phases qui apparaissent, ainsi que leurs taux dans la structure. C'est donc une approche qualitative et quantitative des phases existantes. L'autre mécanique qui nous a permis de déterminer l'effet de la précipitation de ces phases, et en particulier la phase sigma et les carbures de Chrome, sur quelques propriétés mécaniques de l'acier 2205, entres autres la ténacité.

IV.5.1 Caractérisation microstructurale

Les échantillons destinés à la caractérisation microstructurale ont été découpés à l'aide d'une microtronceuse à partir des barreaux traités.

IV.5.1.1 Préparation des échantillons

Après prélèvement des échantillons, on a effectué un enrobage à chaud à une température de 180 °C afin de permettre une manipulation plus aisée des échantillons et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage.

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (Cr_2O_3) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau à étudier. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (80, 240, 400, 800, 1000 et 1200), la seconde (polissage fin) est effectuée sur papier feutre en utilisant de la poudre d'alumine de granulométrie de 0.3 et 0.05 μm . Pour les deux étapes, l'utilisation de lubrifiant (eau) est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Après polissage, nous avons fait passer les échantillons dans un bain à ultrasons afin de finaliser leur nettoyage.

IV.5.1.2 Attaque

Une fois la préparation des échantillons achevée, nous avons procédé à leur attaque pour la mise en évidence de la morphologie des grains ainsi que des différentes précipitations qui ont lieu. Nous avons réalisé, sur nos échantillons, deux attaques, la première chimique et la seconde électrolytique.

IV.5.1.2.1 Attaque chimique

L'attaque chimique provoque une dissolution différentielle des phases suivant leur nature et leur composition. Le réactif que nous avons utilisé dans notre étude est le Glycérégia, il permet la révélation des joints de grains ferritiques et austénitiques, les interfaces, les joints de macles, la précipitation des phases intermétalliques et la morphologie de la structure [26].

IV.5.1.2.2 Attaque électrolytique

Dans ce cas, une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant ainsi une oxydation des éléments de certaines zones de la surface. L'utilisation du potentiostat électronique permet d'opérer sous un potentiel déterminé. Si l'échantillon est monophasé, un potentiel lui est imposé de façon à attaquer la dite phase. Tandis que dans le cas d'un échantillon à plusieurs phases, le tracé des courbes de polarisation sert à trouver un potentiel d'attaque pour lequel la dissolution des phases se fait à des vitesses différentes. L'électrolyte utilisé dans notre étude est la solution de potasse caustique 10N (56 g KOH, 100 ml H_2O). Le dispositif de l'attaque électrolytique est illustré dans la Figure IV.4. Cette attaque colore la ferrite en jaune, la phase sigma en noir et l'austénite en blanc. Les paramètres d'attaque sont donnés dans le Tableau IV.2.

IV.5.1.3 Observation microscopique

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

Tableau IV.2: Description des solutions d'attaques utilisées.

Type de solution		Composition et paramètres
Chimique	Glyceregia	10 ml HNO ₃ 20-50 ml HCl 30 ml Glycerol
Electrolytique	KOH	Concentration : 10 N Tension : 3 V Temps : quelques secondes

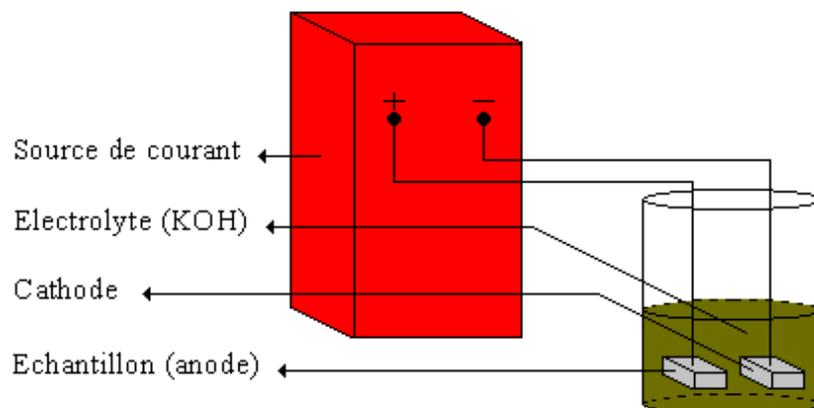


Figure IV.4 : Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.

IV.5.1.3.1 Microscopie Optique

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

IV.5.1.3.2 Traitement d'images

La technique de traitement d'image a pour but de quantifier la phase sigma qui précipite. Pour cela nous avons prélevé aléatoirement cinq micrographies de chaque zone comme illustré sur la Figure IV.5. Nous avons utilisé pour quantifier la phase sigma qui précipite les micrographies obtenues à partir de l'attaque électrolytique car cette attaque permet de colorer différemment les phases existantes. Le logiciel que nous avons utilisé dans notre étude est le logiciel ATLAS (Figure IV.6). Ainsi, dans l'image initiale les trois phases (δ , γ et σ) apparaissent en couleurs différentes, ensuite, après transformations, elles apparaissent en nuances de gris, enfin et en ajustant la luminosité et le contraste de l'image transformée, on obtient une image finale binaire où apparaît la phase sigma en une couleur qu'on choisit et le reste en blanc. Toutes ces étapes sont illustrées dans la Figure IV.7. Nous avons calculé le

taux de la phase sigma qui précipite en fonction du temps de maintien, de la température d'hypertrempe – et donc en fonction du taux de ferrite et de la surface spécifique des joints de grains – et dans les trois zones de la soudures (MB, ZAT et ZF).

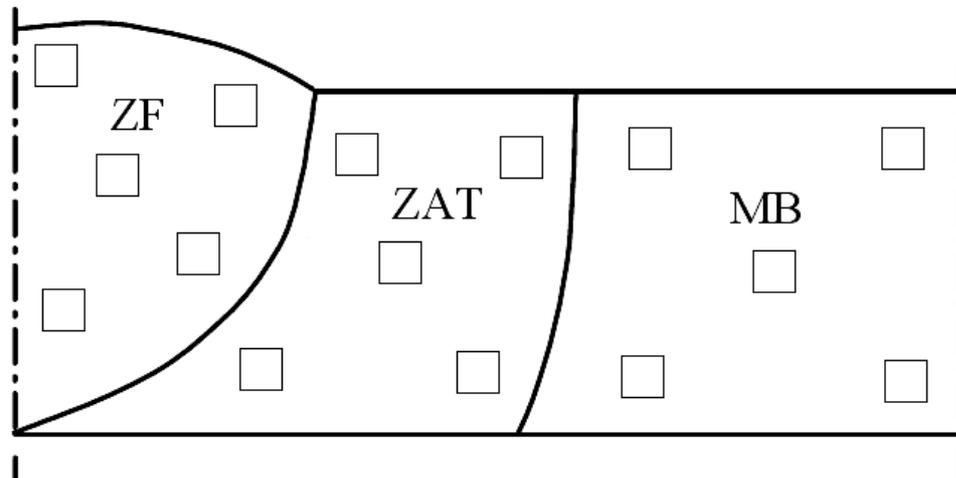


Figure IV.5 : Schéma montrant le prélèvement aléatoire pour le traitement d'images.

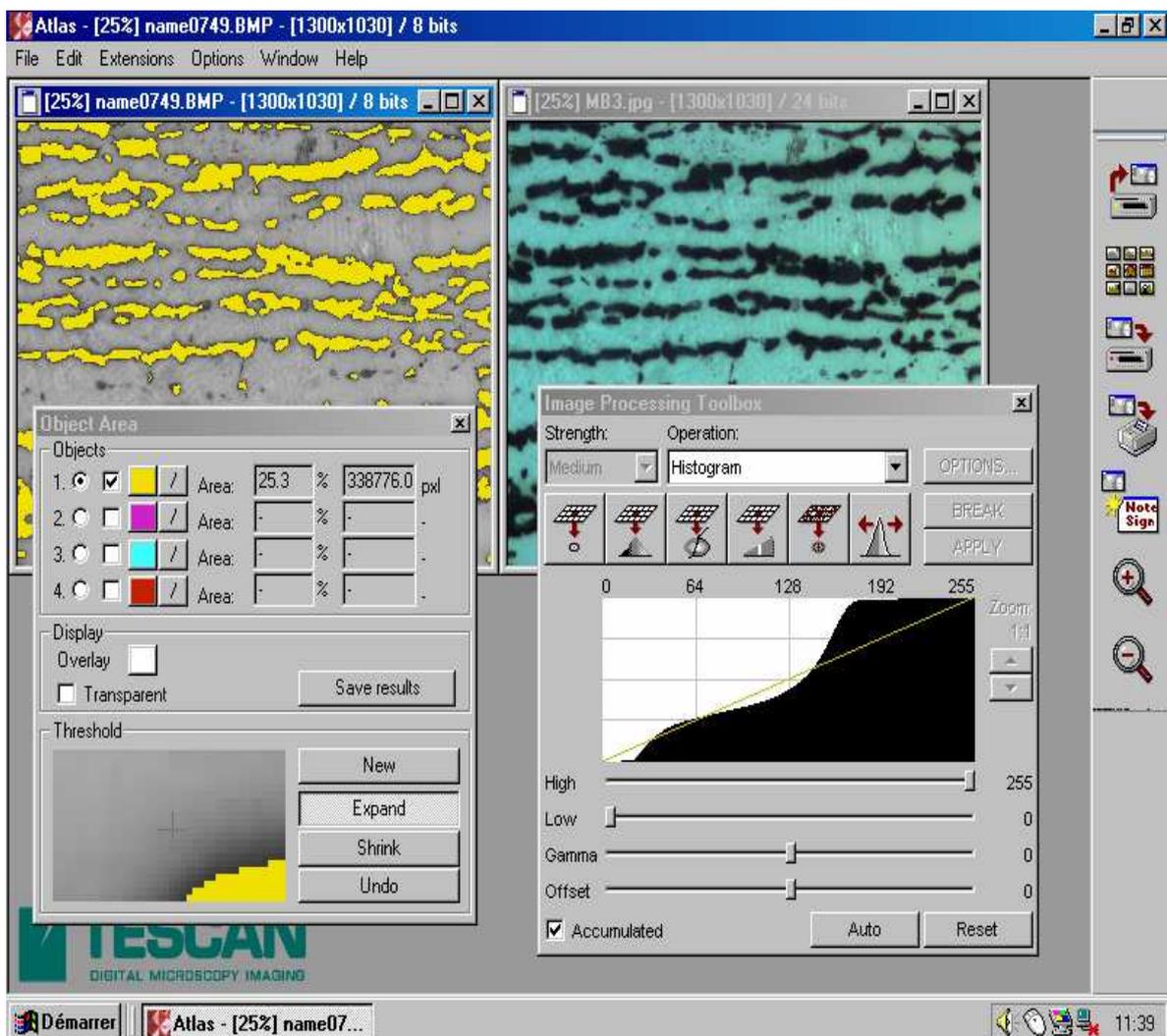


Figure IV.6 : Le logiciel de traitement d'images ATLAS.

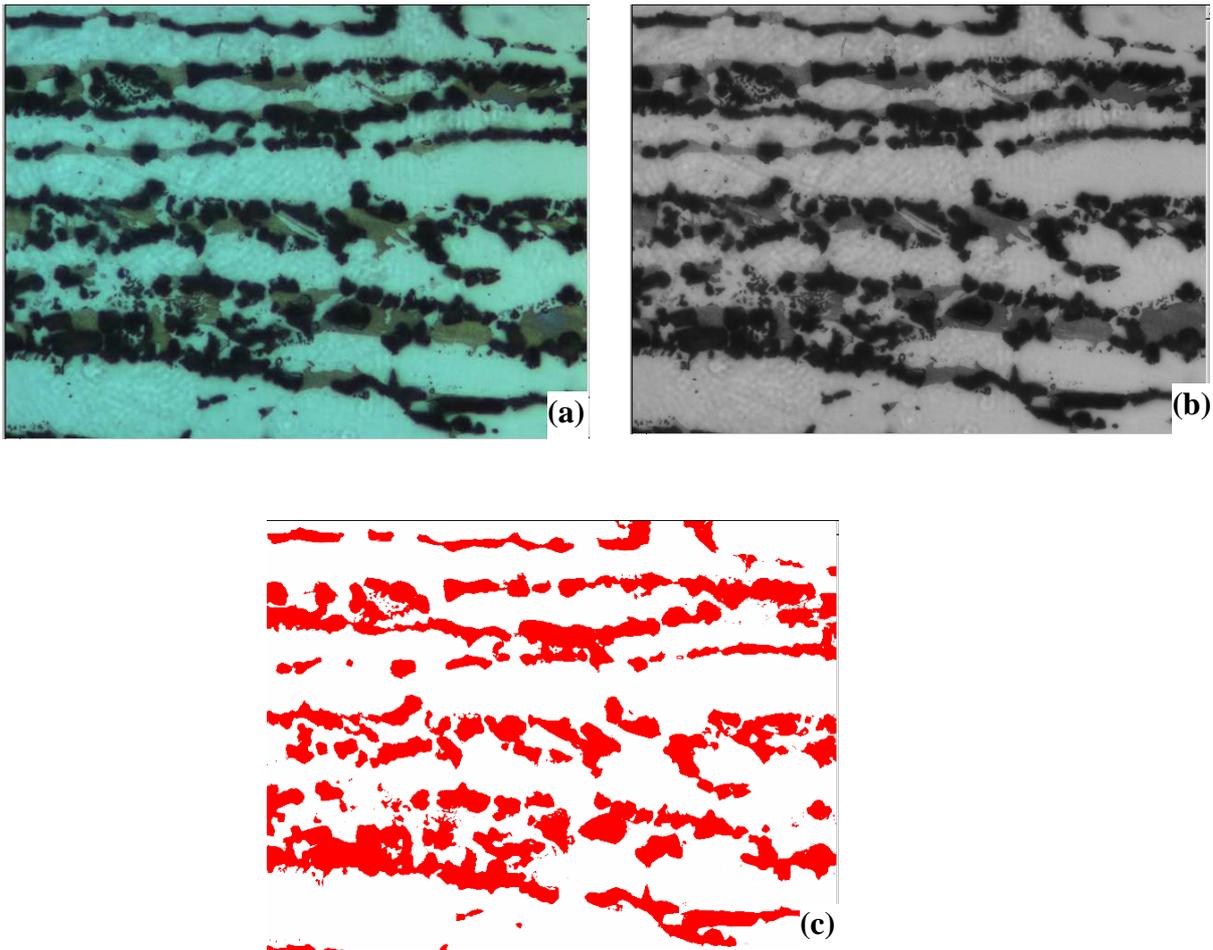


Figure IV.7 : Les différentes étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image : (a) L'image initiale non traitée ; (b) L'image transformée en nuances de gris ; (c) L'image finale binaire.

IV.5.1.3.3 Microscopie Electronique à Balayage

Pour affiner l'investigation des microstructures et confirmer les résultats obtenus par microscopie optique, on a été appelé à utiliser la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) investigation réalisée au CDTA, le microscope électronique utilisé est de type JEOL JSM-6360 LV en utilisant le signal produit par l'émission d'électrons secondaires qui sont sensibles au micro relief de la surface optique (Figure IV.8). Il est couplé à un système de microanalyse (EDX) et de diffraction de rayons X. les échantillons doivent présenter une conductibilité superficielle de l'électricité pour écouler les charges, c'est pourquoi l'enrobage des échantillons est enlevé [27].

IV.5.1.3.4 Analyse ponctuelle par EDX

Pour identifier les différentes phases existantes, nous avons utilisé l'analyse ponctuelle par EDX (pour Energy Dispersive X-ray fluorescence). Elle permet d'analyser le spectre d'un rayonnement de rayons X en regardant l'énergie d'un photon détecté. On dispose pour cela d'un détecteur semi conducteur, en général du Silicium dopé au Lithium (Si(Li)).

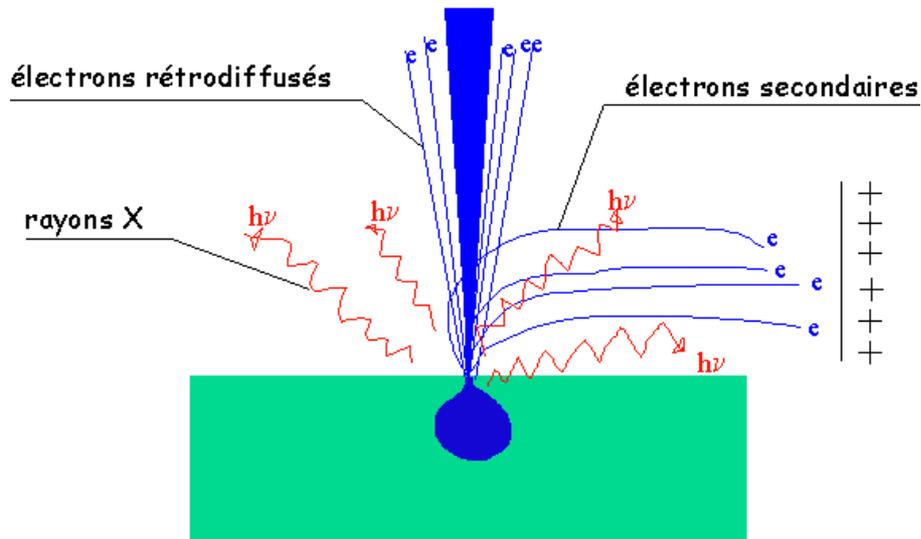


Figure IV.8 : Interaction électron/matière: les différents signaux produits [28].

Ce détecteur est soumis à une tension de prépolarisation. Lorsqu'un photon X pénètre dans le détecteur, il engendre des défauts (paires électron/trou) qui permettent le passage d'un courant électrique. Ce courant est une impulsion électrique. Plus un photon a de l'énergie, plus il crée des défauts dans le Si(Li), donc plus l'impulsion générée sera forte. La hauteur de l'impulsion est proportionnelle à l'énergie du photon, on peut ainsi immédiatement savoir de quel photon il s'agit. Après, il suffit de compter le nombre d'impulsions d'une hauteur donnée pour savoir le nombre de photons d'une énergie que le détecteur a reçu. Il est alors possible de stopper le balayage et donc d'analyser en un point de l'image de son choix. Le détecteur détermine l'énergie des photons qu'il reçoit, on tracera ensuite un histogramme avec en abscisse les énergies des photons et en ordonnée le nombre de photons reçus. L'interprétation des spectres est facilitée par une base de donnée qui contient pour chaque élément les énergies et les intensités des raies qu'il produit. Il est possible de faire apparaître pour chaque énergie du spectre la liste des éléments qui possèdent une raie dans ce domaine énergétique.

IV.5.1.3.5 Diffraction des Rayons X

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule. Ils sont accélérés par un champ électrique créé par une différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par la cible (l'échantillon). Cette cible est refroidie par une circulation d'eau. 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 :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{IV.1})$$

n : ordre de la diffraction.

λ : longueur d'onde du faisceau de rayon X.

d : distance de deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

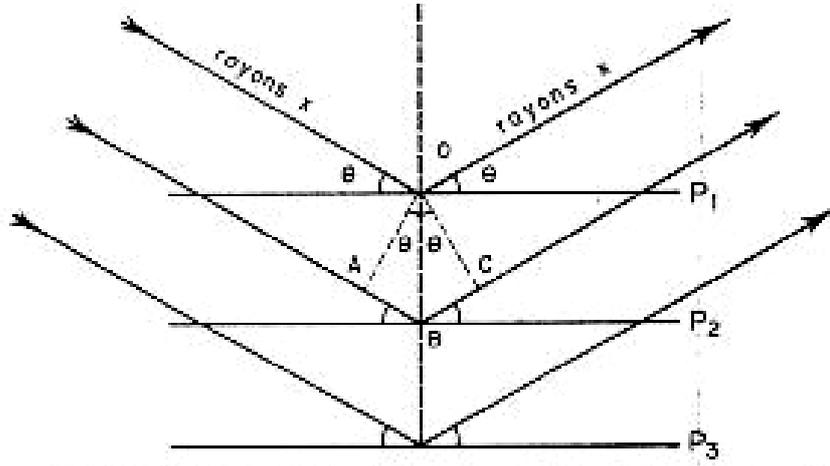


Figure IV.9 : Schéma de diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires [29].

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure IV.9). Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est dévié est égale à l'angle d'incidence θ et est caractéristique de la distance interplanaire ou interréticulaire d . Si l'on connaît la longueur d'onde λ du faisceau de rayon X, on peut mesurer à partir de l'angle θ l'équidistance d et ainsi identifier la nature du cristal.

IV.5.2 Caractérisation mécanique

On se propose dans cette partie d'étudier l'évolution de l'énergie de rupture en fonction du temps de maintien ainsi que les faciès de rupture issus de l'essai de résilience.

▪ Essai de résilience

La résilience caractérise la capacité d'un matériau à absorber les chocs sans se rompre. Elle peut être mesurée sur des machines de type Charpy (éprouvettes sur deux appuis, Figure IV.10). La résistance au choc Charpy représente l'énergie de choc absorbée par la rupture de l'éprouvette, rapportée à la section droite initiale de l'éprouvette. L'essai sur mouton Charpy mesure l'énergie qu'il faut fournir à un pendule pesant (Figure IV.11) pour briser une éprouvette entaillée à tester. L'énergie absorbée par l'éprouvette est égale à la différence des énergies potentielles du pendule entre le départ et l'arrivée. Pour connaître la résistance au choc Charpy (ou résilience), dans le cas d'une éprouvette entaillée, on utilise l'équation :

$$a_{CN} = \frac{W}{hb_N} \quad (IV.2)$$

a_{CN} : résilience

h : épaisseur de l'éprouvette en mm

b_N : largeur de l'éprouvette en mm

W : énergie absorbée par l'éprouvette en J

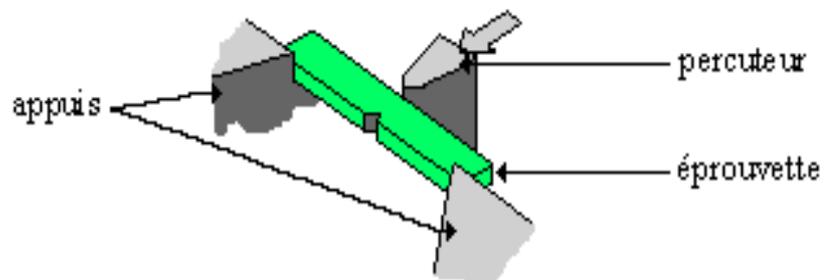


Figure IV.10 : Principe du choc Charpy [31].

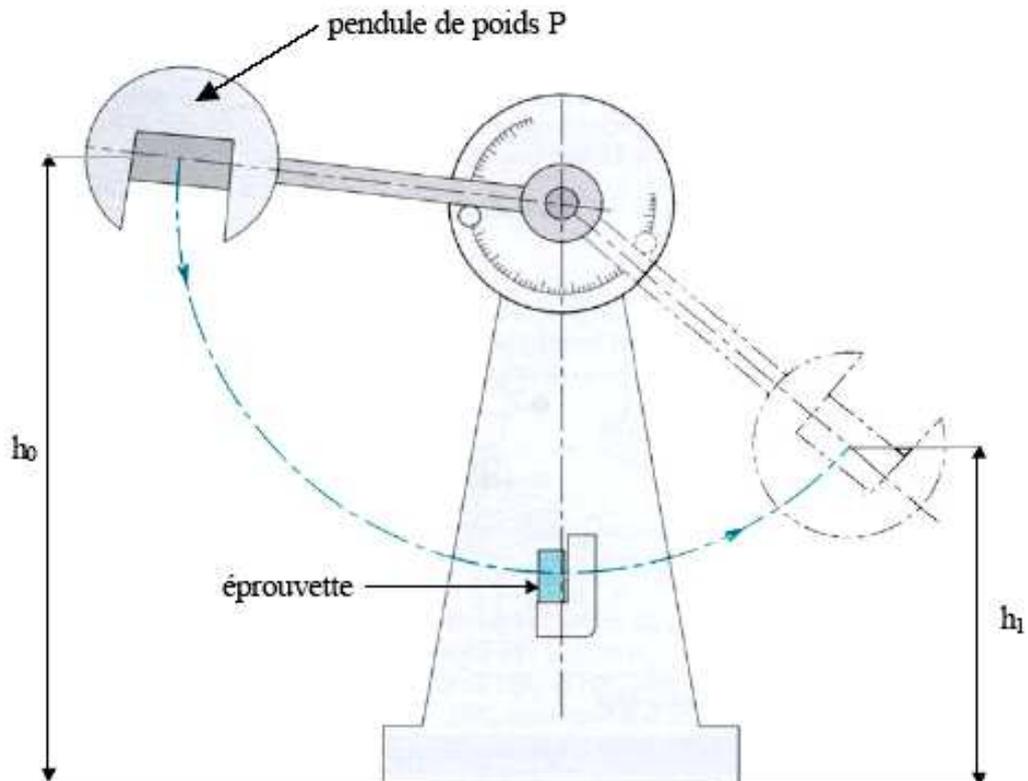


Figure IV.11 : Schéma illustratif du mouton Charpy [31].

Pour satisfaire à l'essai, nous avons prévu deux éprouvettes entaillées, l'une au niveau de la ZAT et l'autre dans la ZF de chaque barreau traité, comme illustré dans la Figure IV.12. L'essai de résilience a été réalisé au niveau de l'entreprise des Grands Travaux Pétroliers (GTP) en utilisant un mouton Charpy type INSTRON WOLPER RT PW 30 à température ambiante ($T=20^{\circ}\text{C}$) selon la norme ASME sous une charge initiale E de 300 J. Les dimensions de nos éprouvettes sont données dans le Tableau IV.3 (voir aussi la Figure IV.13).

Tableau IV.3: Dimensions de l'éprouvette de l'essai de résilience.

Longueur (l)	Largeur (b)	Epaisseur (h)	Angle d'ouverture (α)	Largeur à partir du front de l'entaille (b_N)
55 mm	10 mm	5 mm	45°	8 mm

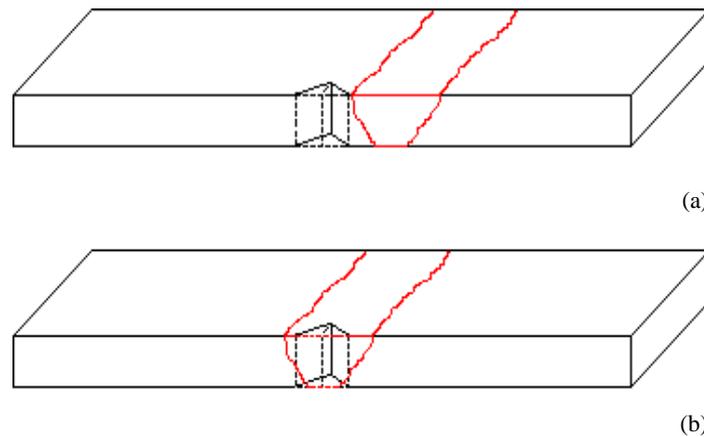


Figure IV.12 : Schéma des éprouvettes utilisées pour l'essai de résilience (a) entaille au niveau de la zone affectée thermiquement ; (b) entaille au niveau de la zone fondue.

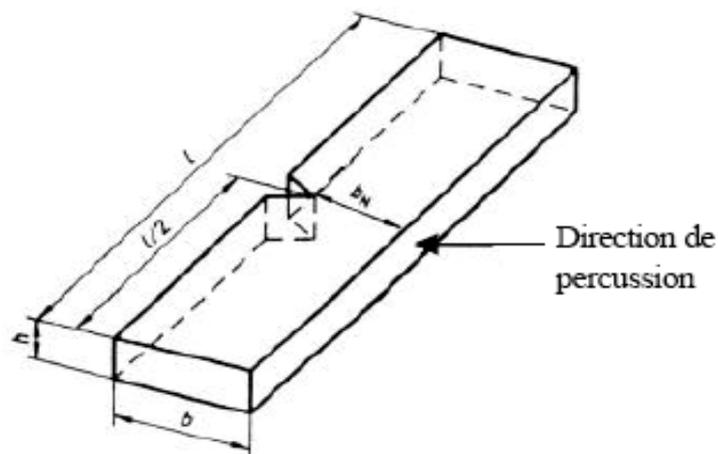


Figure IV.13 : Choc Charpy en position debout avec éprouvette à simple entaille [31].

Chapitre V

Résultats et interprétations

1. Caractérisation structurale
 2. Cinétique de la précipitation de la phase sigma
 3. Caractérisation mécanique
-

V.1 Caractérisation structurale

V.1.1 Evolution structurale lors de l'opération de soudage

La Figure V.1 représente les trois zones de l'acier soudé (la zone fondue, la ZAT et le métal de base non affecté). Dans le métal de base (Figure V.1a) nous remarquons l'apparition d'une structure en bande constituée de grains d'austénite et de ferrite. Les grains semblent allongés dans la direction du laminage. L'austénite qu'on peut facilement repérer à cause des macles qu'elle contient, apparaît en clair, tandis que la ferrite est plus foncée.

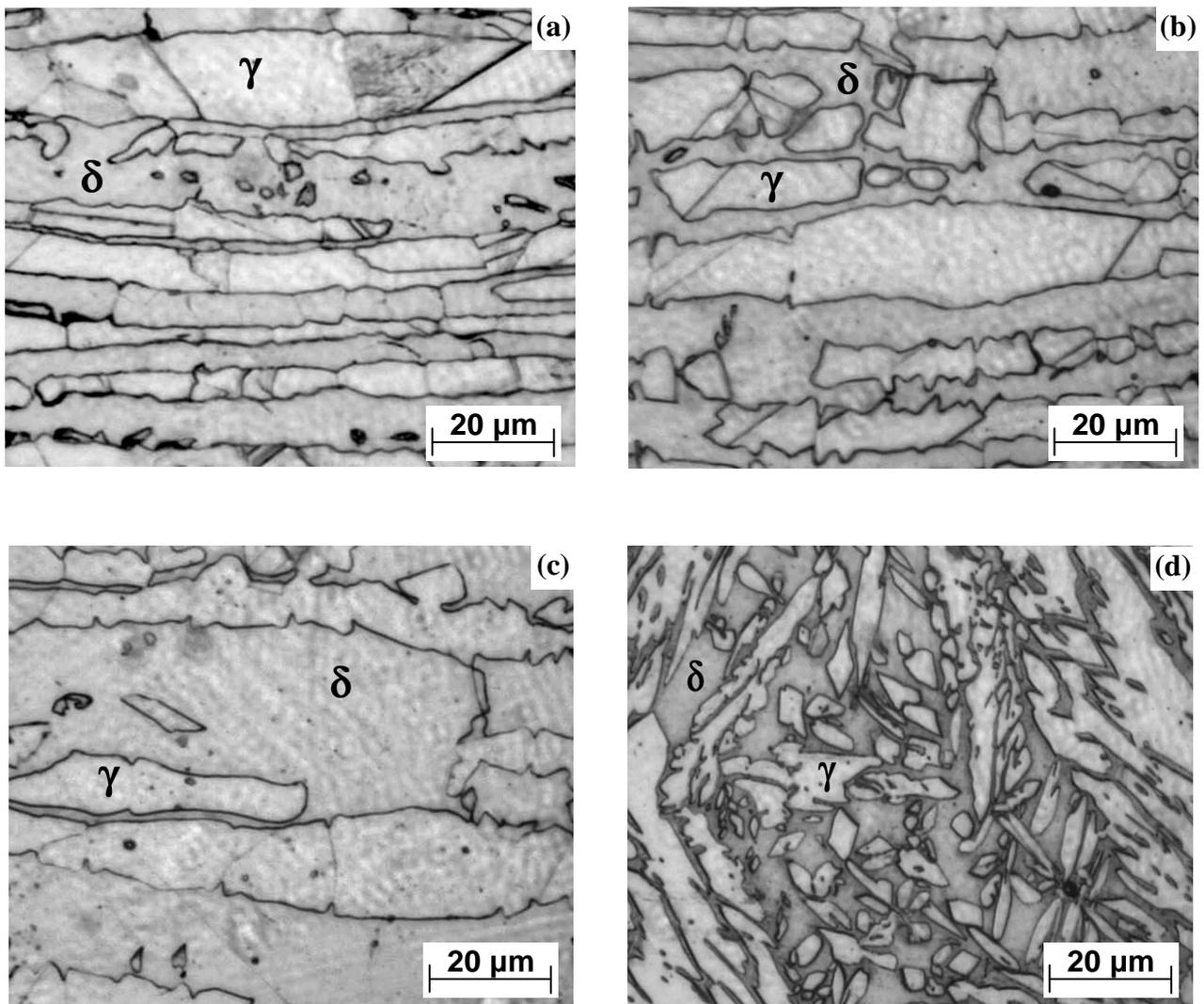


Figure V.1 : Effet du soudage sur la microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205.

La Zone Affectée Thermiquement est constituée de deux sous zones à savoir la zone surchauffée et la zone recuite. Dans la ZAT recuite (Figure V.1b) la structure est semblable à celle du MB, si ce n'est la diminution de la densité des macles dans l'austénite et la nouvelle répartition de l'austénite puisqu'elle apparaît comme des îlots qui baignent à l'intérieur de la matrice ferritique. Dans la ZAT surchauffée (Figure V.1c), on constate un grossissement du

grain ferritique et une augmentation du taux de ferrite. Ces transformations sont causées par le chauffage et le refroidissement que subit la ZAT à chaque passe réalisée lors du soudage.

Dans la ZF (Figure V.1d) il y a apparition de l'austénite type widmanstätten (structure aciculaire) et de l'austénite intragranulaire sous forme globulaire.

Une constatation importante mérite d'être signalée, c'est qu'il n'y a aucun signe de précipitation dans la structure brute de soudage, car l'optimisation de la composition chimique du métal d'apport et des paramètres de soudage (énergie de soudage, température d'interpasses, vitesse de refroidissement...etc.) permet de s'affranchir de toute précipitation.

Nous remarquons aussi, comme illustré dans la Figure V.2, que le taux de ferrite dans la ZAT surchauffée est plus élevé que dans la ZAT recuite lui-même plus élevé que celui de la zone fondue, le métal de base présentant le taux de ferrite le plus faible.

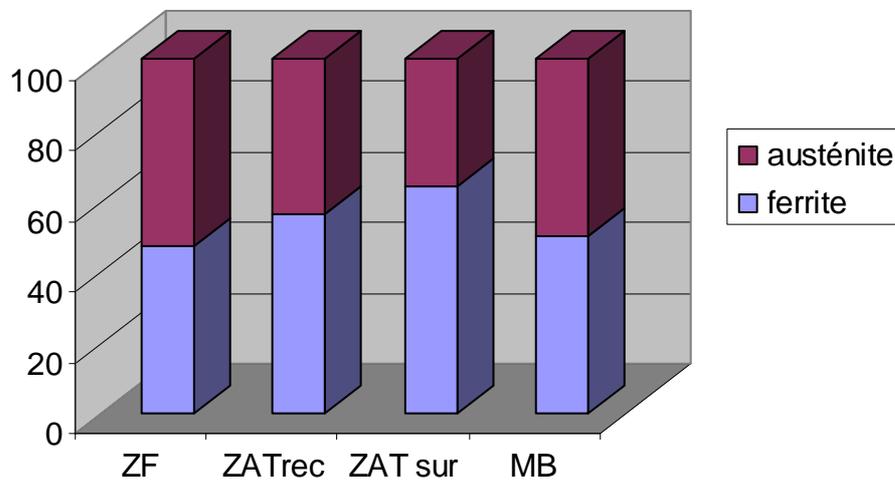


Figure V.2 : Estimation du taux de ferrite dans les différentes zones de la soudure.

En retiendra ainsi que l'opération de soudage provoque une augmentation du taux de ferrite dans la ZAT et dans la zone fondue, les cycles thermiques de soudage étant assez rapides ne permettent pas la reformation complète de l'austénite, ils permettent aussi d'éviter toute précipitation de phases secondaires.

V.1.2 Effet des traitements thermiques sur l'évolution de la microstructure

V.1.2.1 Effet du traitement d'hypertrempe

L'évolution de la microstructure en fonction de la température d'hypertrempe est illustrée dans les Figures V.3, V.4 et V.5. On constate, en premier lieu, une homogénéisation de la structure. On remarque aussi le grossissement des grains lorsque la température d'hypertrempe augmente. En fait, si on appelle d la taille de grain et d_0 la taille initiale, alors la croissance du grain en fonction du temps et de la température s'écrit :

$$(d - d_0) = [B.t.exp(-Q/RT)]^m \quad (V.1)$$

avec :

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

Q : l'énergie d'activation de grossissement de grain

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

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

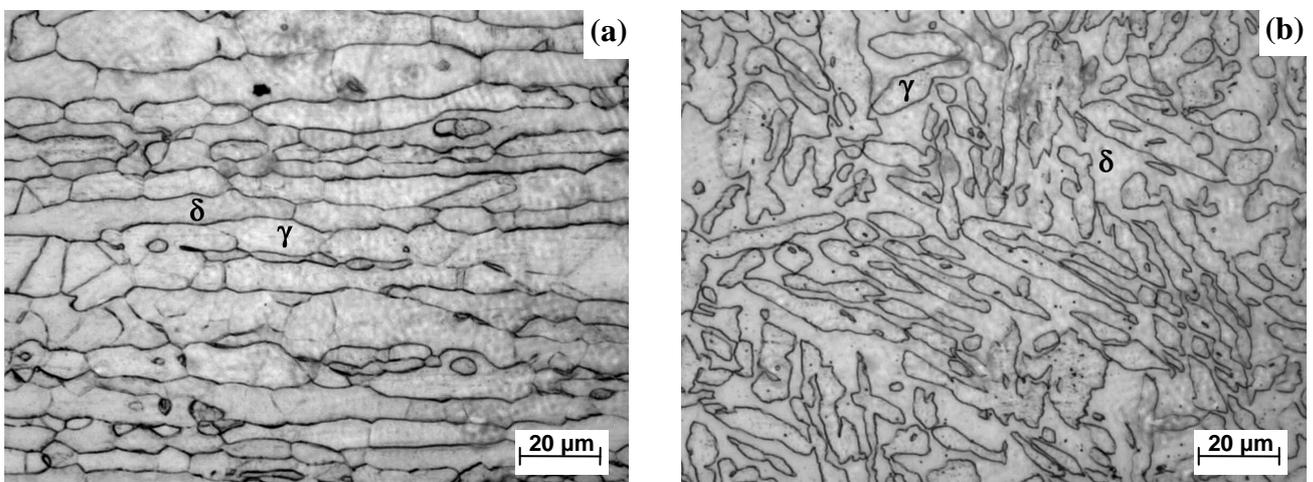


Figure V.3 : Evolution de la microstructure après une hypertrempe à partir de 1050 °C : (a) dans la ZAT ; (b) dans la ZF.

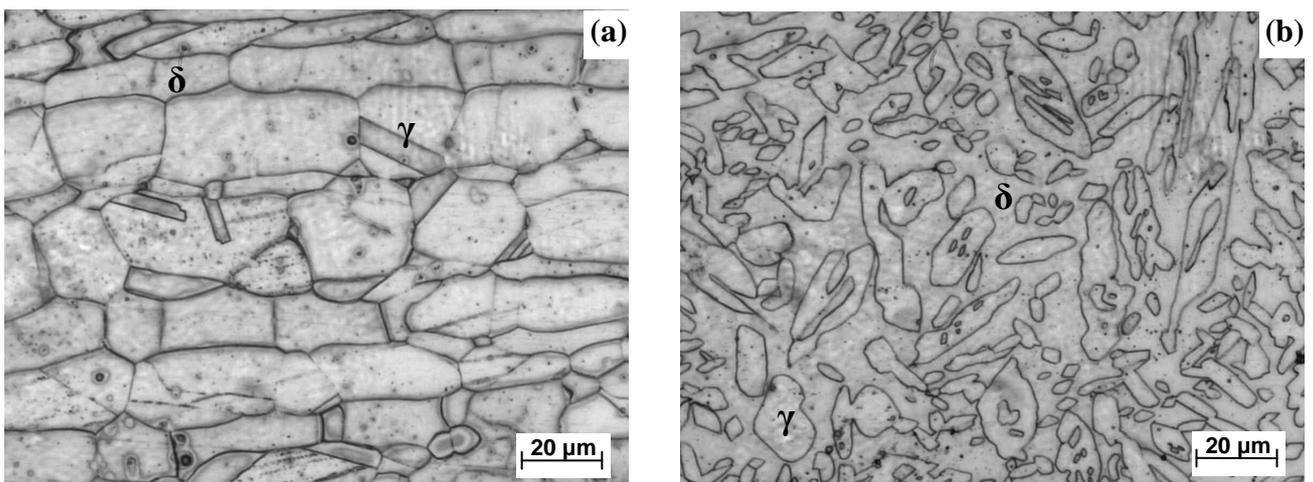


Figure V.4 : Evolution de la microstructure après une hypertrempe à partir de 1150 °C (a) dans la ZAT ; (b) dans la ZF.

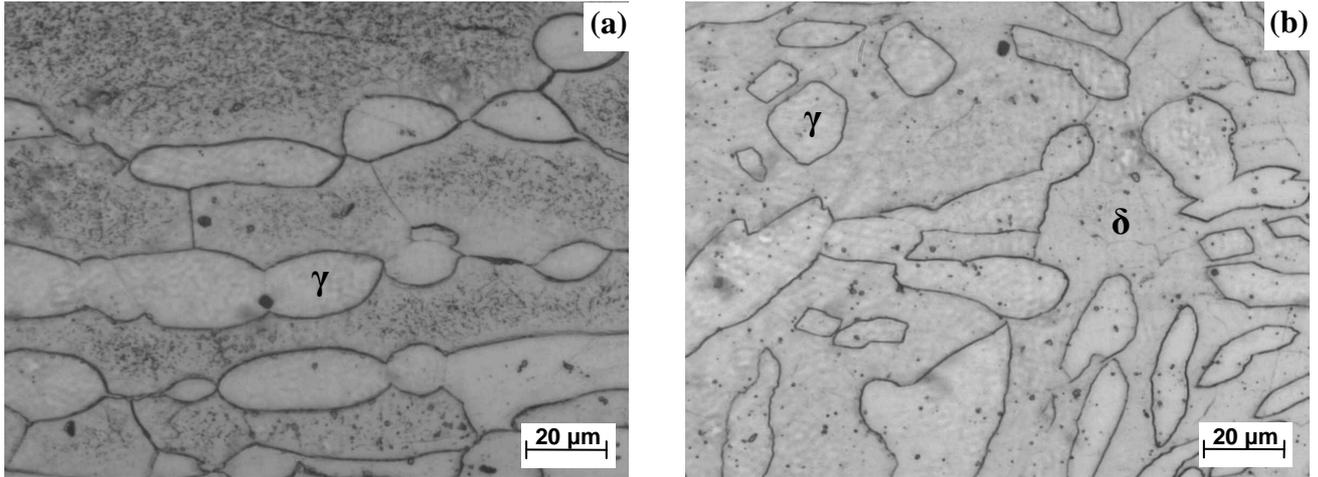


Figure V.5 : Evolution de la microstructure après une hypertrempe à partir de 1250 °C (a) dans la ZAT ; (b) dans la ZF.

Le grossissement des grains est moins significatif à 1150 °C mais devient plus important à 1250 °C (Figure V.7), et il concerne plutôt la phase ferritique, le grossissement des grains austénitiques étant d'un degré moindre. On remarque aussi la diminution de la densité des macles, ainsi qu'une coalescence des grains austénitiques. La Figure V.6 indique l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe. Nous constatons qu'il augmente avec l'augmentation de la température d'hypertrempe, cette augmentation est plus significative entre 1150 °C et 1250 °C.

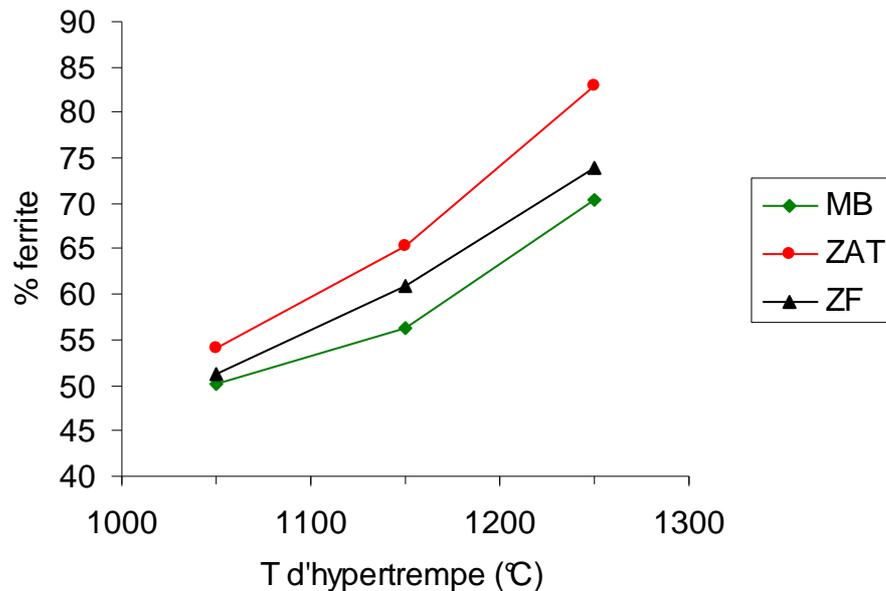


Figure V.6 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.

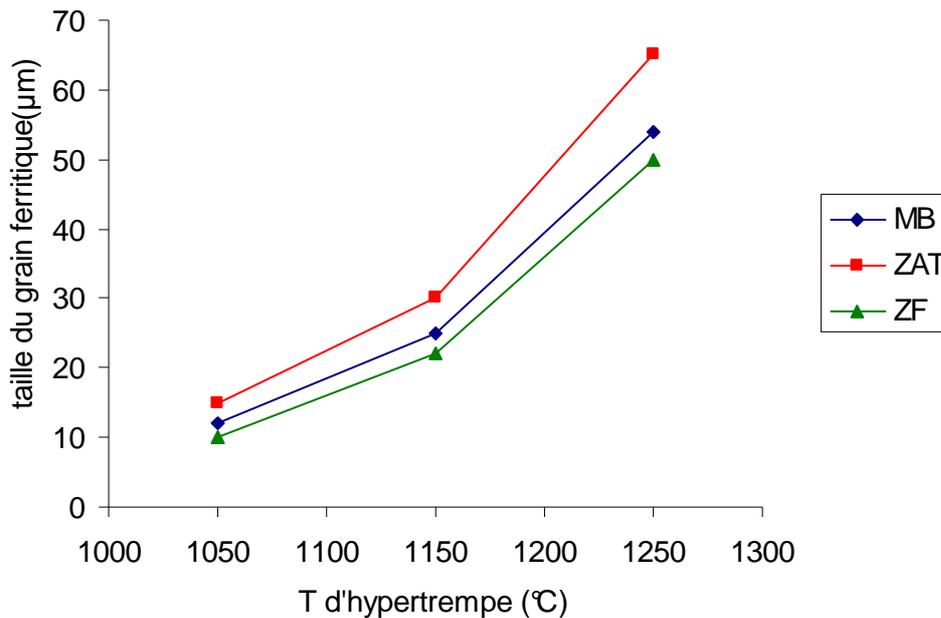


Figure V.7 : Evolution de la taille du grain de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.

On remarque aussi l'évolution de la structure en bande. En effet, avec l'augmentation de la température d'hypertrempe, la structure laminée tend à disparaître, les grains retrouvent quasiment la forme equiax et on arrive, par exemple, à distinguer aisément les joints de grains.

Ainsi, l'hypertrempe permet de dissoudre tous les précipités. Elle engendre, toutefois, une augmentation du taux de ferrite et un grossissement des grains (donc une diminution de la surface spécifique des joints de grains). On observe aussi que plus la température d'hypertrempe est élevée, plus les grains ferritiques et austénitiques préalablement laminés tendent à retrouver la forme equiax.

V.1.2.2 Effet du traitement de revenu

Dans la Figure V.8 sont exposés les résultats du traitement de revenu pour les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C. On remarque en premier lieu l'apparition d'une nouvelle phase qui sera identifiée par la suite (résultats de la diffraction X et de l'EDX) pour être la phase sigma. Dans la Figure que nous présentons la ferrite apparaît en gris foncé, l'austénite en gris clair et la phase sigma en blanc. Cette phase précipite au niveau des interfaces γ/δ et δ/δ . Ces interfaces sont en grande partie à grand angle de désorientation, et sont donc considérées comme étant des sites préférentiels de précipitation [32]. La formation de la phase sigma a lieu par germination hétérogène selon un processus de germination et croissance par diffusion.

En suivant l'évolution de la microstructure avec le temps de vieillissement, on remarque qu'après sa germination, la phase sigma croît à l'intérieur de la ferrite. Plus le temps de

maintien à 850 °C est important, plus le taux et la taille de la phase sigma qui précipite sont élevés, et au bout de 7 h de maintien on constate que la ferrite est presque entièrement concernée par la précipitation. On remarque aussi que les transformations ont lieu exclusivement dans la ferrite, l'austénite ne subit aucun changement durant le traitement de revenu. On constate aussi que la structure en bande évolue avec les temps de maintien ; au fur et à mesure que le temps de maintien à 850 °C augmente, la structure en bande tend à disparaître en particulier dans la phase austénitique. Durant sa croissance, la teneur de la phase sigma augmente au détriment de celle de la ferrite, les petits grains de ferrite seront alors éliminés cédant la place au précipités de la phase sigma.

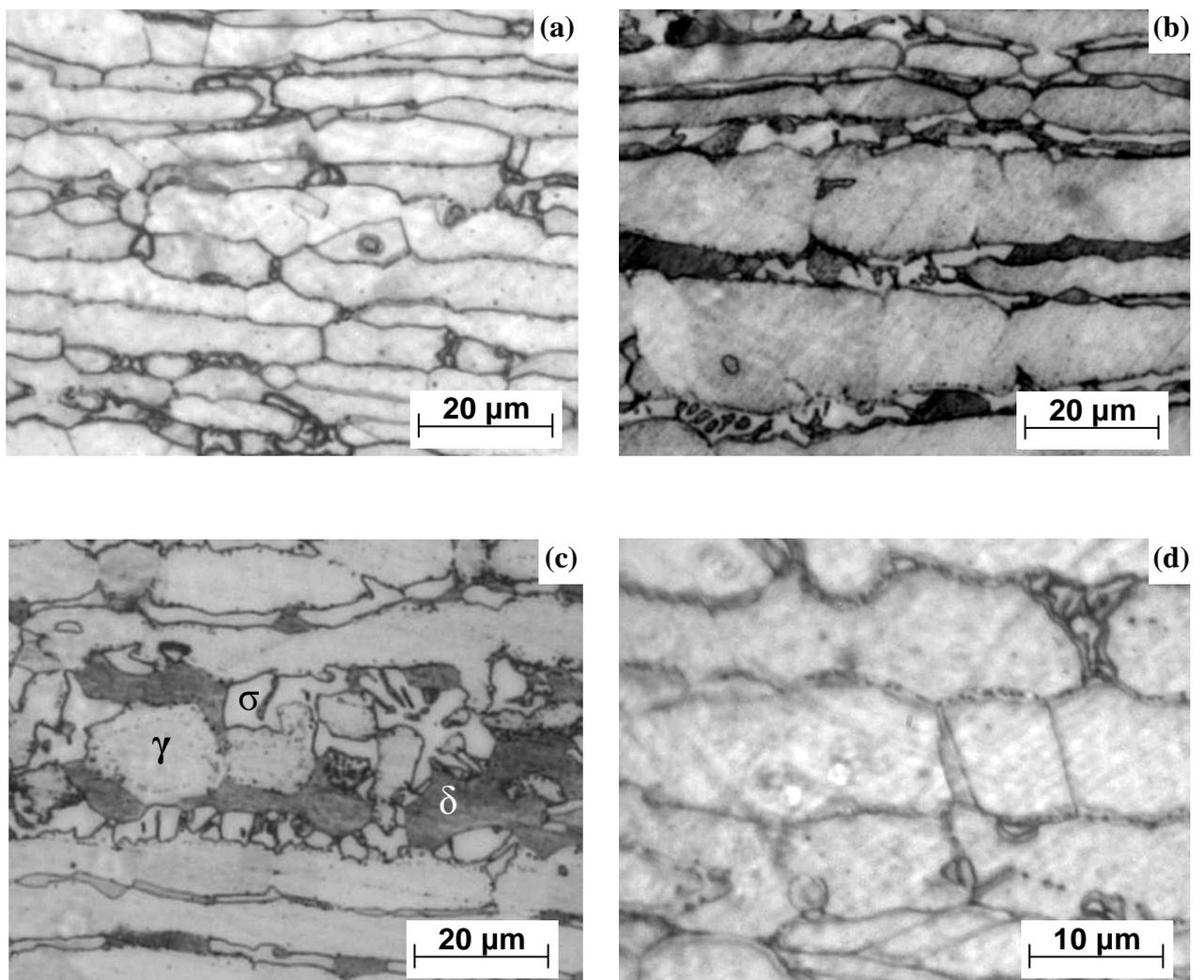


Figure V.8 : Résultats de la microscopie optique au niveau du métal de base pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1050 °C puis revenu à 850 °C pendant : (a) 15 min ; (b) 180 min ; (c) 420 min grossissement $\times 500$; (d) 15 min grossissement $\times 1000$.

On observe aussi la précipitation de fines particules dispersées le long des joints de grains, ces particules seront identifiées par la suite pour être des carbures de Chrome type $Cr_{23}C_6$. L'alignement des particules de carbures de Chrome le long du joint est interrompu au niveau de quelques précipités de la phase sigma (Figure V.8d), on peut alors supposer que les particules de carbures de Chrome servent de sites favorables pour la formation de la phase sigma puisque selon le diagramme TTT (Figure II.5b), les carbures de Chrome apparaissent bien avant la phase sigma.

Les Figures V.9 et V.10 montrent l'évolution de la microstructure dans la ZAT et dans la ZF de l'échantillon hypereutecté à partir de 1050 °C en fonction du temps de maintien. On peut, en premier lieu, constater que la précipitation de la phase sigma a lieu de la même manière que dans le MB aussi bien dans la ZAT que dans la ZF, c'est-à-dire au niveau des interfaces γ/δ et δ/δ . On peut facilement observer la décomposition semblable à la transformation eutectoïde de la ferrite en phase sigma et en austénite secondaire (γ_2). La précipitation est plus importante que dans le métal de base.

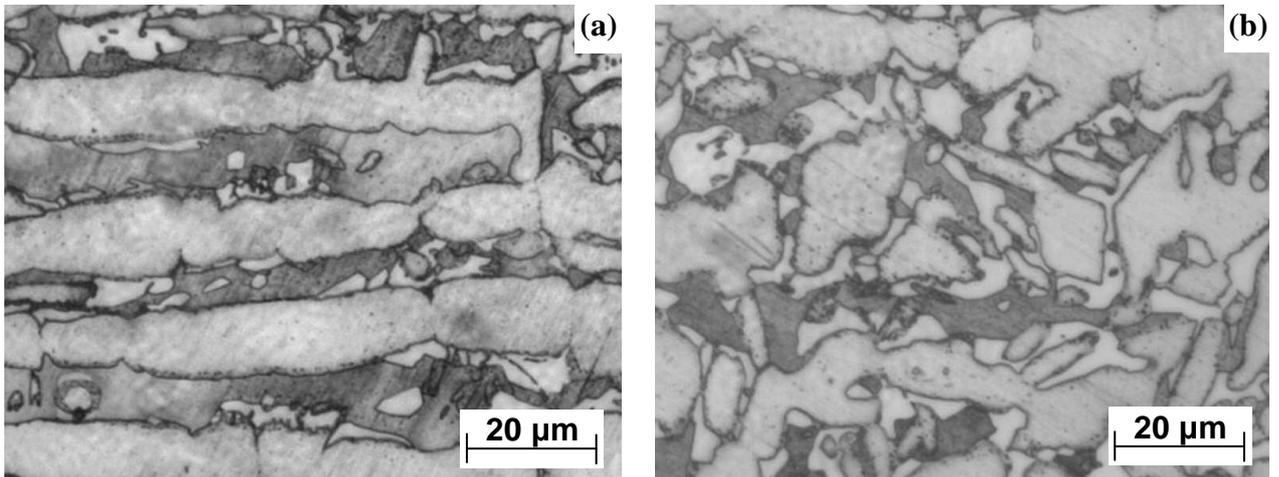


Figure V.9 : Exemple de la précipitation de la phase sigma dans l'échantillon hypereutecté à partir de 1050 °C puis vieilli à 850 °C dans la ZAT (a) pendant 180 min ; (b) pendant 420 min.

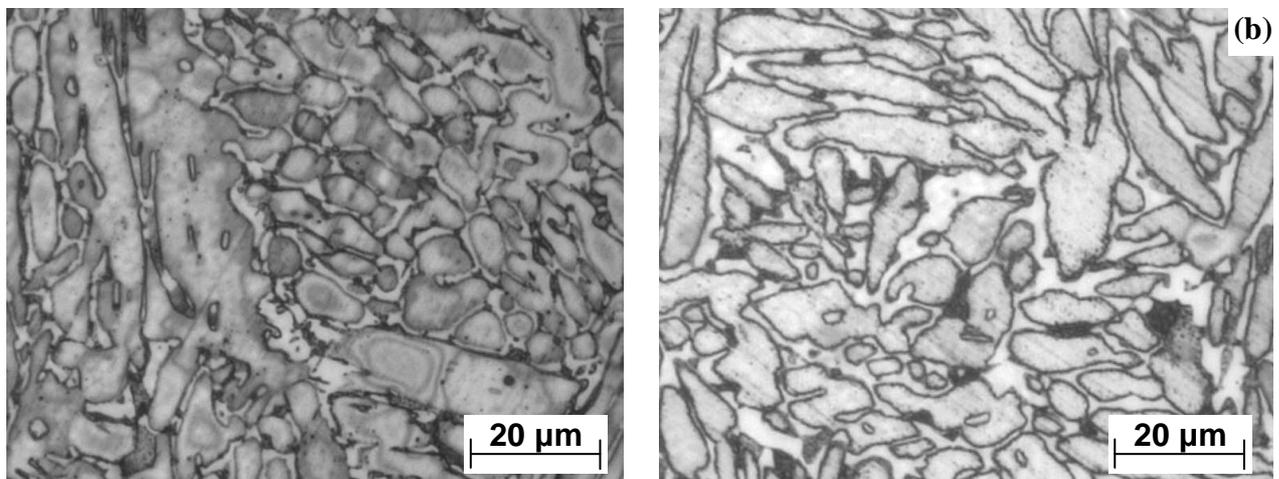


Figure V.10 : Exemple de la précipitation de la phase sigma dans l'échantillon hypereutecté à partir de 1050 °C puis vieilli à 850 °C au niveau de la zone fondue (a) pendant 180 min ; (b) pendant 420 min.

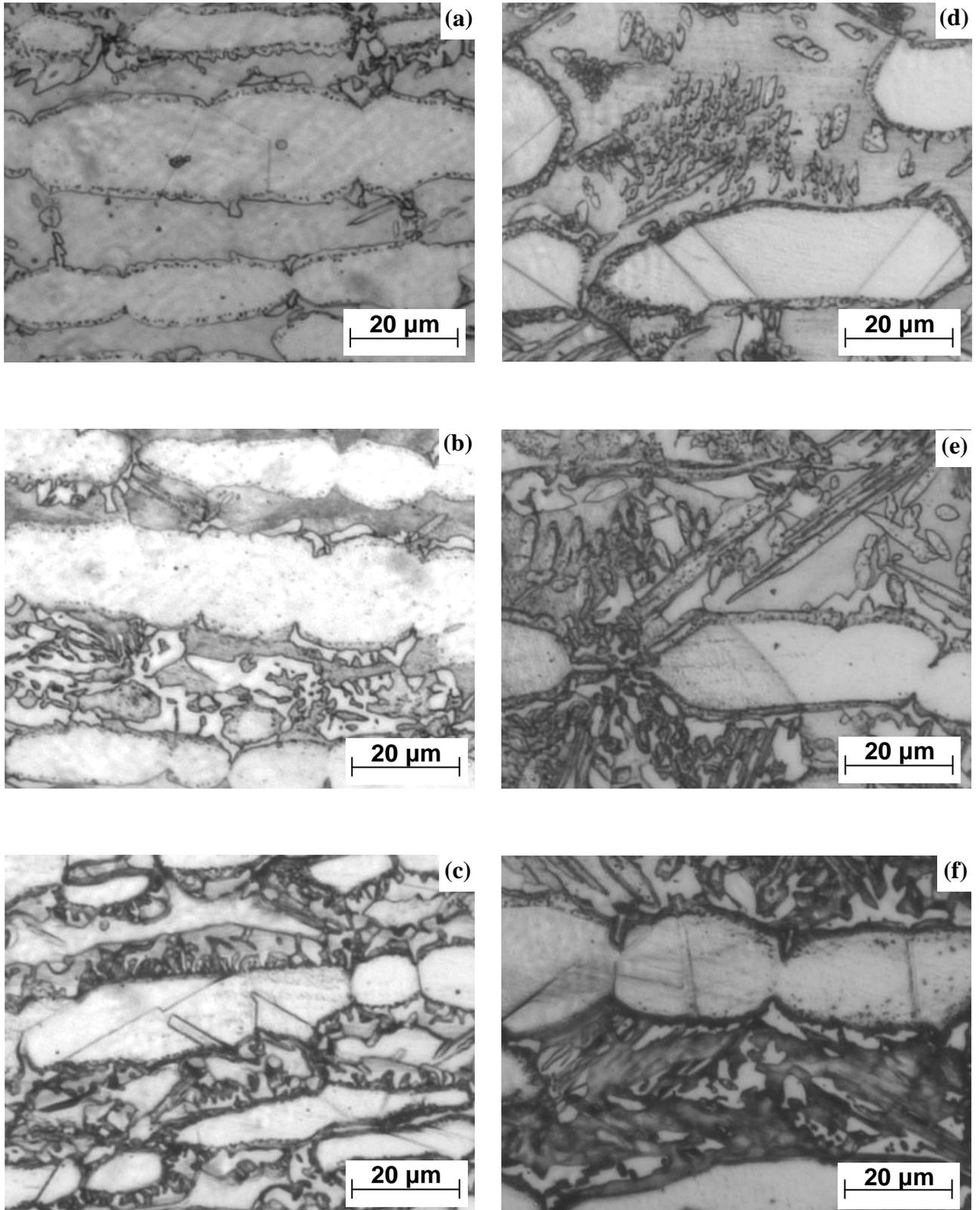


Figure V.11 : Evolution de la microstructure en fonction de la température d'hypertrempe dans le MB pour l'échantillon hypertrempe à partir de 1150 °C : (a) pendant 60 min ; (b) pendant 180 min ; (c) pendant 420 min ; et pour l'échantillon hypertrempe à partir de 1250 °C : (d) pendant 60 min ; (e) pendant 180 min ; (f) pendant 420 min.

Les micrographies issues de la Microscopie Electronique à Balayage et présentées dans les Figures V.12, V.13 et V.14 confirment bien les résultats de la Microscopie Optique, à savoir la précipitation de la phase sigma et des carbures de Chromes au niveau des interfaces γ/δ et δ/δ . Le relief de ces figures donne l'impression que la phase sigma apparaît au dessus de la ferrite qui elle-même est au dessus de l'austénite. On peut attribuer cela à l'attaque chimique puisque la phase sigma qui est la plus riche, parmi ces trois phases, en Chrome et en Molybdène serait la moins attaquée alors que l'austénite qui en est la moins riche sera la plus attaquée.

On observe aussi le déplacement des joints de grains au niveau des interfaces γ/δ conformément à la relation de Thomson [22] (Equation V.2) qui stipule que la tension de vapeur est fonction du rayon de courbure du joint tel que la tension de vapeur au joint du grain de forme convexe est supérieure à celle du joint de forme concave de manière à ce que les atomes se déplacent du joint convexe vers le joint concave et le joint de grain dans le sens inverse. Ainsi, les grains dont les joints sont concaves (qui dans notre cas sont les grains ferritiques) ont tendance à s'éliminer, tandis que les grains dont les joints sont convexes (qui dans notre cas sont les grains austénitiques) tendent à grossir.

$$\log \frac{P}{P_0} = \frac{\tau V}{RT} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (\text{V.2})$$

P, P_0 : pressions aux extrémités du joint de grain.

τ : tension superficielle.

V : volume d'un atome.

R : constante des gaz parfaits.

T : température.

r_1, r_2 : rayons de courbure des deux grains adjacents.

En observant de plus près les carbures de Chrome qui précipitent (Figure V.12) on constate que leur forme n'est pas sphérique mais sont plutôt sous forme de bâtonnets minces orientés dans une direction privilégiée perpendiculaire au joint de grain γ/δ .

Suite au déplacement des joints de grains, les carbures de Chrome se retrouvent enveloppés à l'intérieur de l'austénite (Figure V.13).

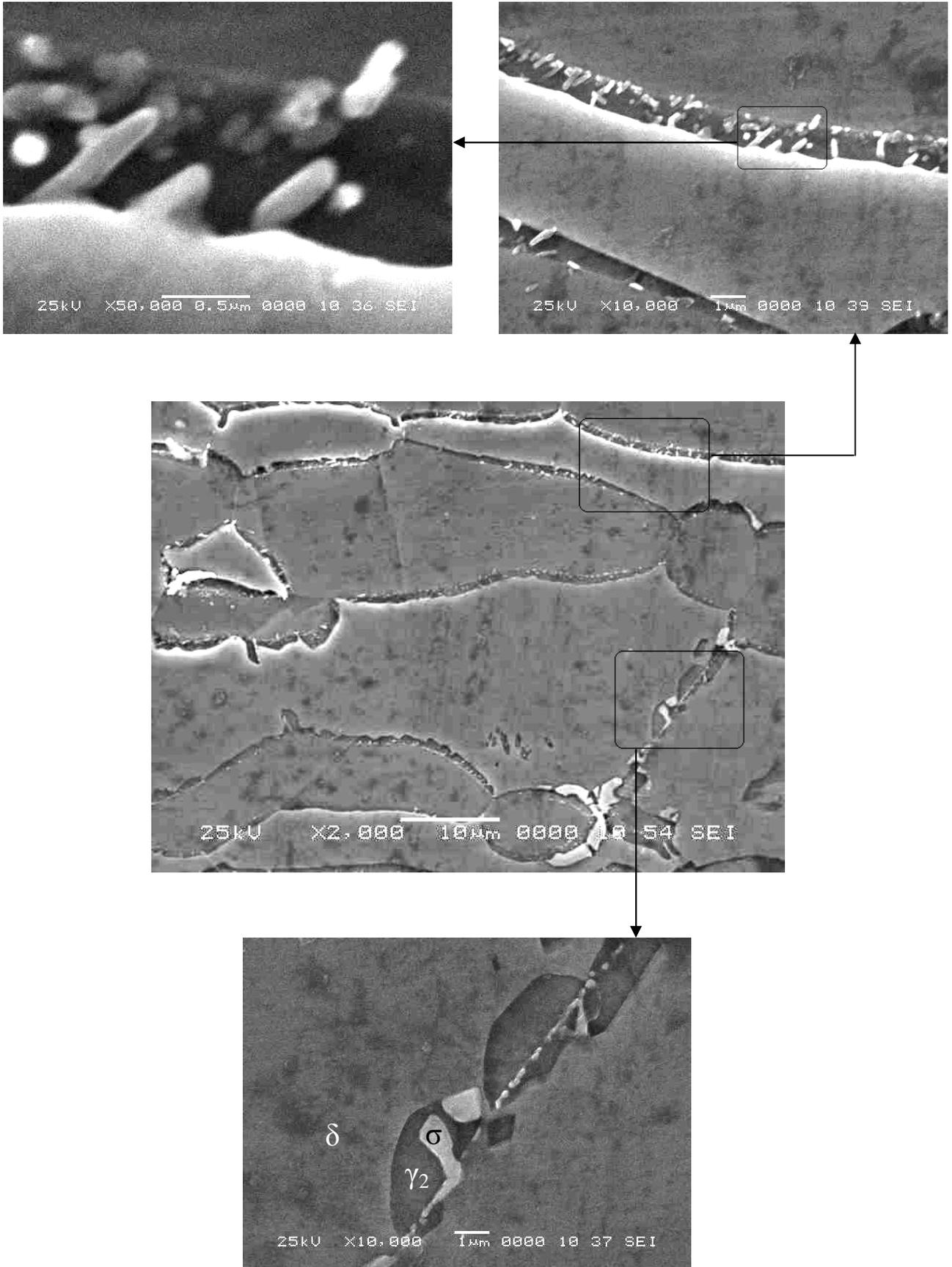


Figure V.12 : Résultats de la Microscopie Electronique à Balayage illustrant la précipitation de la phase sigma et l'orientation privilégiée des carbures de Chrome au niveau des joint de grains.

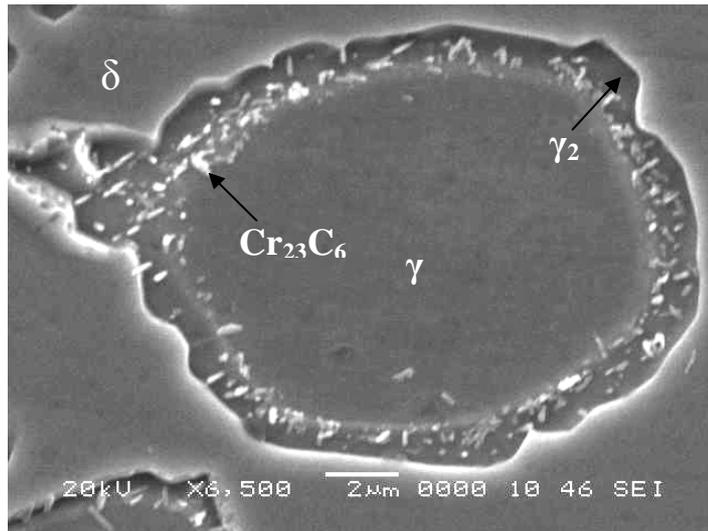


Figure V.13 : Enveloppement des carbures de Chrome à l'intérieur de l'austénite.

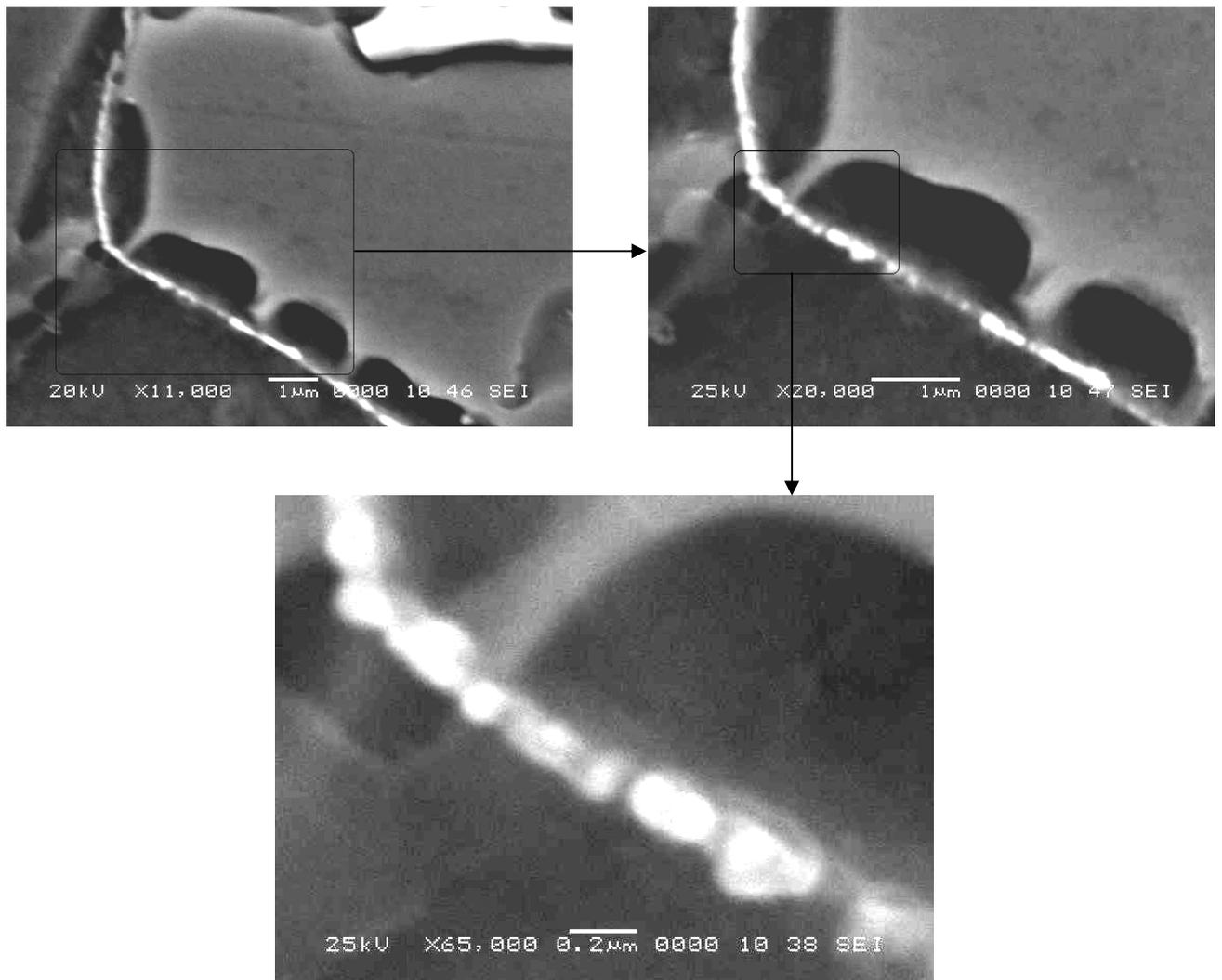
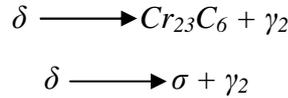


Figure V.14 : Résultats de la Microscopie Electronique à Balayage indiquant le déplacement des joints de grains et la discontinuité de la précipitation des carbures de Chrome.

Ceci dit, après l’hypertrempe, la ferrite qui en résulte est métastable, au cours du chauffage elle se décompose suivant une transformation semblables à la réaction eutectoïde en austénite secondaire, en carbures de Chrome type $Cr_{23}C_6$ et en phase sigma selon les réactions suivants :



En fait, lors du chauffage, l’austénite secondaire en se formant absorbe le Nickel qu’elle puise dans la ferrite et rejette le Chrome et le Molybdène. Ainsi, les régions ferritiques avoisinantes s’enrichissent en Molybdène et en Chrome et s’appauvrissent en Nickel ce qui engendre, en premier lieu, l’apparition des carbures de Chrome qui peuvent servir comme sites favorables pour la précipitation de la phase sigma qui apparaît en seconde position.

V.1.2.3 Caractérisation par rayons X et microanalyse

Un exemple des résultats de la diffraction des rayons X est donné dans la Figure V.15. Dans l’échantillon ayant subit le revenu pendant 15 min, on remarque principalement la présence des pics relatifs aux deux phases ferritique et austénitique. L’évolution des intensités des pics est telle que les intensités des pics de ferrite diminuent lorsque le temps de maintiens augmente, alors que les intensités des pics d’austénite augmentent légèrement. On remarque aussi l’apparition de nouveaux pics représentant de nouvelles phases et dont l’intensité augmente au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. Ces observations révèlent qu’au cours des traitements thermiques qu’ont subit les échantillons la ferrite se décompose en austénite secondaire (γ_2) et en phases secondaires ($Cr_{23}C_6$ et phase sigma).

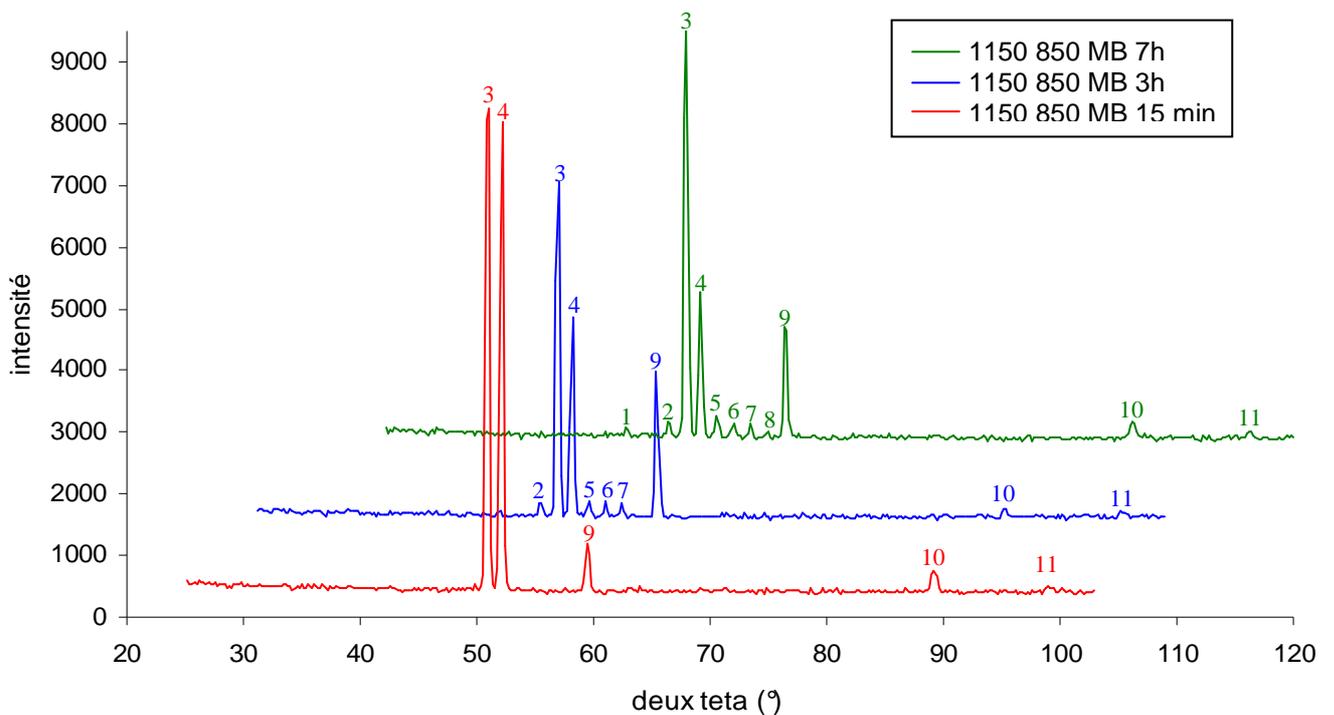


Figure V.15 : Résultats de la diffraction des rayons X pour l’échantillon hypertrempe à partir de 1150 °C.

Dans la Figure V.15 nous avons 1 : $Cr_{23}C_6$ (420) ; 2 : σ (410) ; 3 : γ (111) ; 4 : α (100) ; 5 : σ (202) ; 6 : σ (411) ; 7 : $Cr_{23}C_6$ (440) ; 8 : σ (331) ; 9 : γ (200) ; 10 : γ (220) ; 11 : α (211).

Les résultats de la microanalyse sont donnés dans la Figure V.16, le Tableau V.1 regroupe les compositions chimiques de la ferrite, de l'austénite et de la phase sigma.

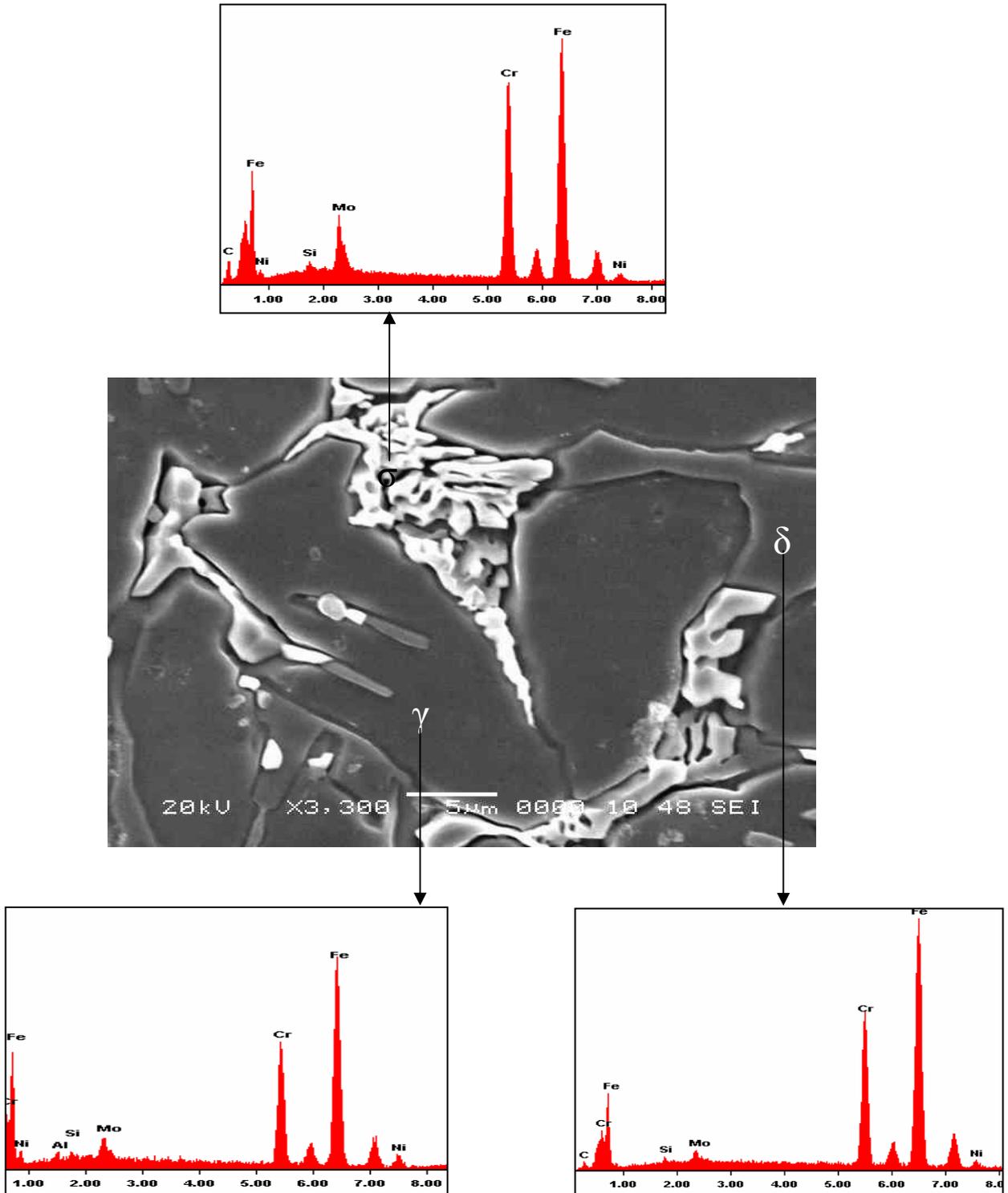


Figure V.16 : Résultats de la microanalyse pour l'échantillon hypertrempé à partir de 1050 °C puis revenu à 850 °C pendant 420 min .

Tableau V.1 : Compositions chimiques des trois phases austénite, ferrite et phase sigma.

	Si		Mo		Cr		Fe		Ni	
	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%
Austénite	0.47	0.92	2.92	1.69	21.77	23.27	66.53	66.24	8.32	7.88
Ferrite	0.40	0.78	2.09	1.21	25.70	27.26	67.81	66.99	4.00	3.76
Sigma	0.93	1.86	8.94	5.25	29.42	31.87	56.51	56.99	4.21	4.03

Ainsi donc, le traitement de revenu à 850 °C engendre la précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome. Cette précipitation a lieu par décomposition eutectoïde de la ferrite en phase sigma, en carbures de Chrome type $Cr_{23}C_6$ et en austénite secondaire (γ_2) par germination hétérogène sur des sites préférentiels que sont les joints de grains γ/δ et δ/δ . Ce résultat est confirmé par la diffraction des rayons X.

La microanalyse montre que la phase sigma, comme la ferrite, est riche en Molybdène et en Chrome tandis que l'austénite est riche en Nickel. La phase sigma après sa germination croît à l'intérieur de la ferrite.

Lorsque le temps de maintien à 850 °C augmente, le taux de la phase sigma qui précipite augmente, ce facteur est donc favorable à la précipitation.

V.2 Cinétique de la précipitation de la phase sigma

L'étude de la cinétique de précipitation de la phase sigma a été réalisée pour les trois températures d'hypertrempe (1050 °C, 1150 °C et 1250 °C). Cependant, nous nous contentons dans ce travail de présenter avec plus de détails l'évolution du taux de la phase sigma qui précipite en fonction du temps de maintien pour les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C puis revenu à 850 °C dans les trois zones de la soudure (Figure V.17). On remarque que la ZAT présente le taux de phase sigma le plus élevé, s'ensuit alors la ZF et enfin le MB.

Ceci est dû à l'effet combiné du taux de ferrite et de la répartition des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite. En effet, un taux de ferrite important est favorable à une précipitation plus rapide et plus significative de la phase sigma surtout quand on sait que le refroidissement assez rapide du joint soudé ne permet pas la diffusion des éléments d'alliage.

La Figure V.18 donne l'évolution de la fraction transformée y en fonction du temps avec :

y_1 : fraction transformée dans le métal de base.

y_2 : fraction transformée dans la ZAT.

y_3 : fraction transformée dans la zone fondue.

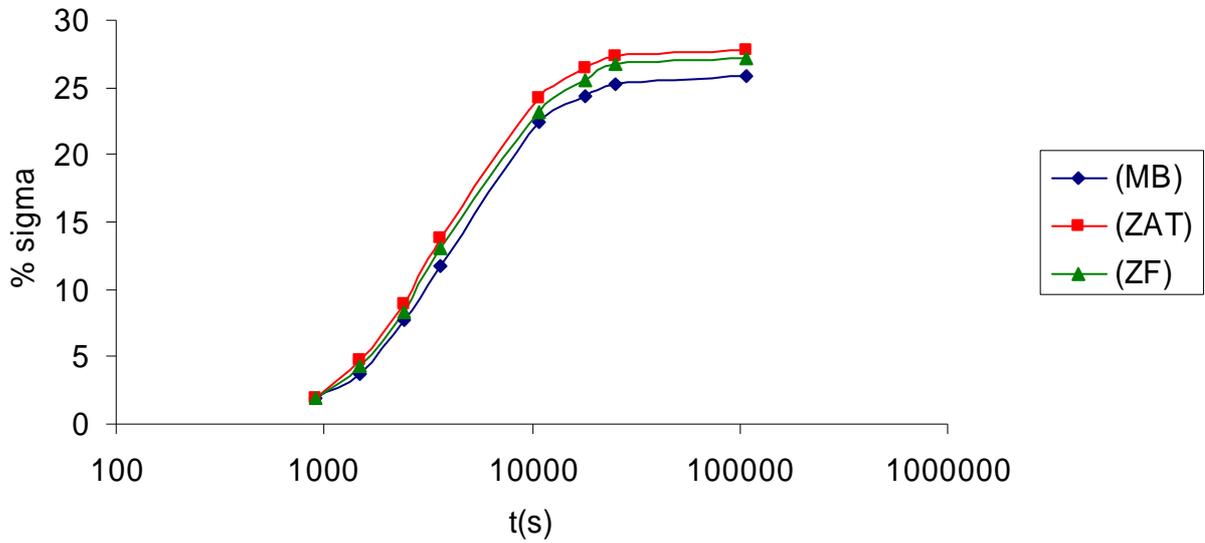


Figure V.17 : Courbe donnant l'évolution du taux de la phase sigma qui précipite en fonction du temps.

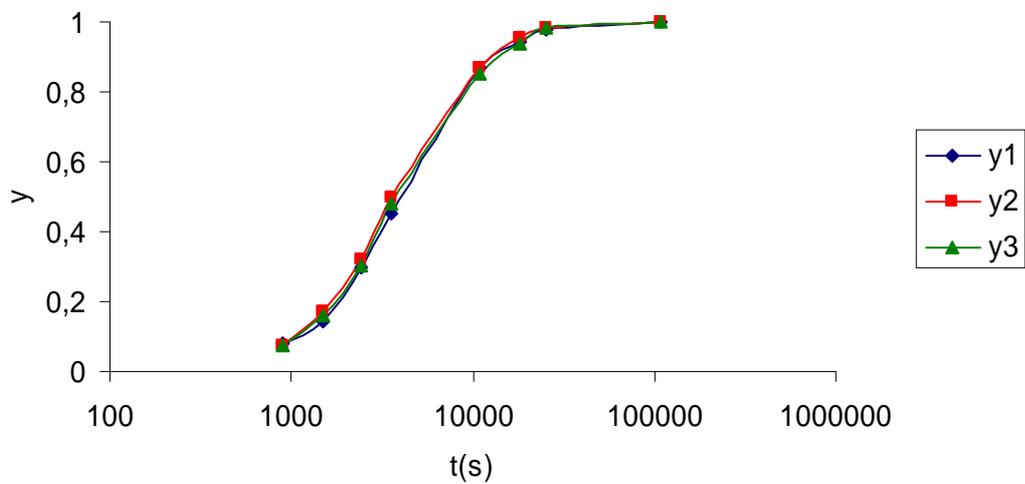


Figure V.18 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps dans les trois zones de la soudure.

La courbe d'évolution, dont la forme est sigmoïdale, suit une loi de JMA décrite par l'équation (III.7). En traçant la courbe $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$ (Figure V.19), on constate qu'elle est linéaire de type $z = ax + b$, avec une équation d'évolution donnée dans la relation V.3.

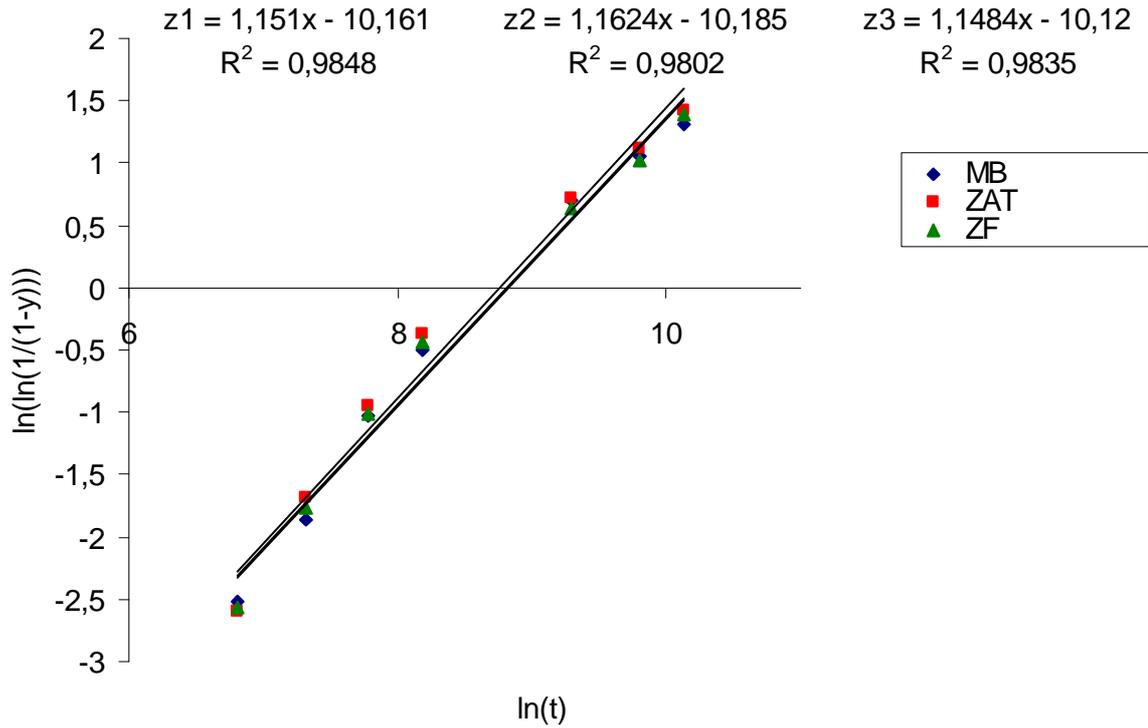


Figure V.19 : Courbe représentant l'évolution de $\ln(\ln(1/(1-y)))$ en fonction de $\ln(t)$ pour les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C puis revenus à 850 °C.

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-y}\right)\right) = \begin{cases} 1.1510 \ln t - 10.161 & \dots MB \\ 1.1624 \ln t - 10.185 & \dots ZAT \\ 1.1484 \ln t - 10.120 & \dots ZF \end{cases} \quad (V.3)$$

On détermine ainsi expérimentalement les paramètres k et n de l'Equation III.7 que nous présentons ci-dessous :

$$k = \begin{cases} 0.00014657 & \dots MB \\ 0.0001587 & \dots ZAT \\ 0.0001489 & \dots ZF \end{cases}, \quad n = \begin{cases} 1.151 & \dots MB \\ 1.1624 & \dots ZAT \\ 1.1484 & \dots ZF \end{cases}$$

On aura finalement la fraction transformée qui évolue avec le temps de maintien pour les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C puis revenus à 850 °C selon les équations suivantes :

$$y = \begin{cases} 1 - \exp(-0.00014657 t)^{1.151} & \dots MB \\ 1 - \exp(-0.0001587 t)^{1.1624} & \dots ZAT \\ 1 - \exp(-0.0001489 t)^{1.1484} & \dots ZF \end{cases} \quad (V.4)$$

En suivant les mêmes étapes que précédemment on détermine les différentes valeurs de k et n pour les deux autres températures d'hypertrémie que nous avons regroupé dans le Tableau V.2 et les Figures V.20 et V.21.

Tableau V.2 : Evolution des paramètres k et n en fonction de la température d'hypertrémie dans les trois zones de la soudure

	1050 °C			1150 °C			1250 °C		
	MB	ZAT	ZF	MB	ZAT	ZF	MB	ZAT	ZF
n	1.151	1.1624	1.1484	1.2341	1.3193	1.2639	1.515	1.4181	1.4476
$k \times 10^{-6}$ (s^{-1})	146.57	158.7	148.9	120.34	146.1	135.93	104.98	103.16	100.27

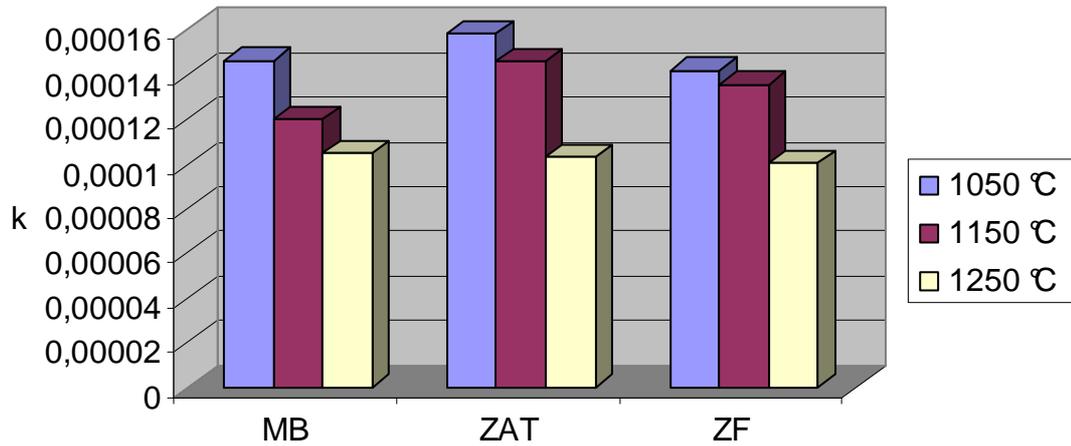


Figure V.20 : Evolution de la constante de vitesse k en fonction de la température d'hypertrémie dans les trois zones de la soudure.

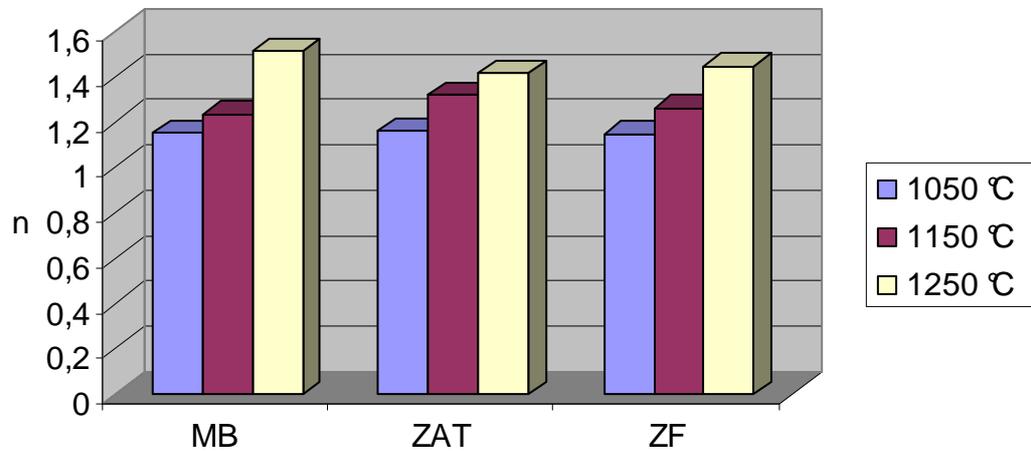


Figure V.21 : Evolution du paramètre n en fonction de la température d'hypertrémie dans les trois zones de la soudure.

On constate, en fait, que la valeur de la constante de vitesse k dans la ZAT est plus élevée que dans la zone fondue, le métal de base présente la valeur la plus faible. Ainsi la cinétique de précipitation est plus rapide dans la ZAT, elle décroît lorsque la constante de vitesse k diminue. Aussi dans toutes les zones de la soudure, la cinétique de précipitation est plus importante après une hypertrempe à partir de 1050 °C, s'ensuit après les échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C et enfin ceux hypertrempés à partir de 1250 °C.

La fraction transformée pour les échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C est donnée dans l'Equation V.5

$$y = \begin{cases} 1 - \exp(-0.00012034 t)^{1.2341} & \dots\dots MB \\ 1 - \exp(-0.0001461 t)^{1.3193} & \dots\dots ZAT \\ 1 - \exp(-0.00013593 t)^{1.2639} & \dots\dots ZF \end{cases} \quad (V.5)$$

Elle est pour les échantillons hypertrempés à partir de 1250 °C comme suit :

$$y = \begin{cases} 1 - \exp(-0.00010498 t)^{1.515} & \dots\dots MB \\ 1 - \exp(-0.00010316 t)^{1.4181} & \dots\dots ZAT \\ 1 - \exp(-0.00010027 t)^{1.4476} & \dots\dots ZF \end{cases} \quad (V.6)$$

La Figure V.22 représente l'évolution de la fraction transformée calculée en fonction du temps dans le métal de base pour les trois températures d'hypertrempe.

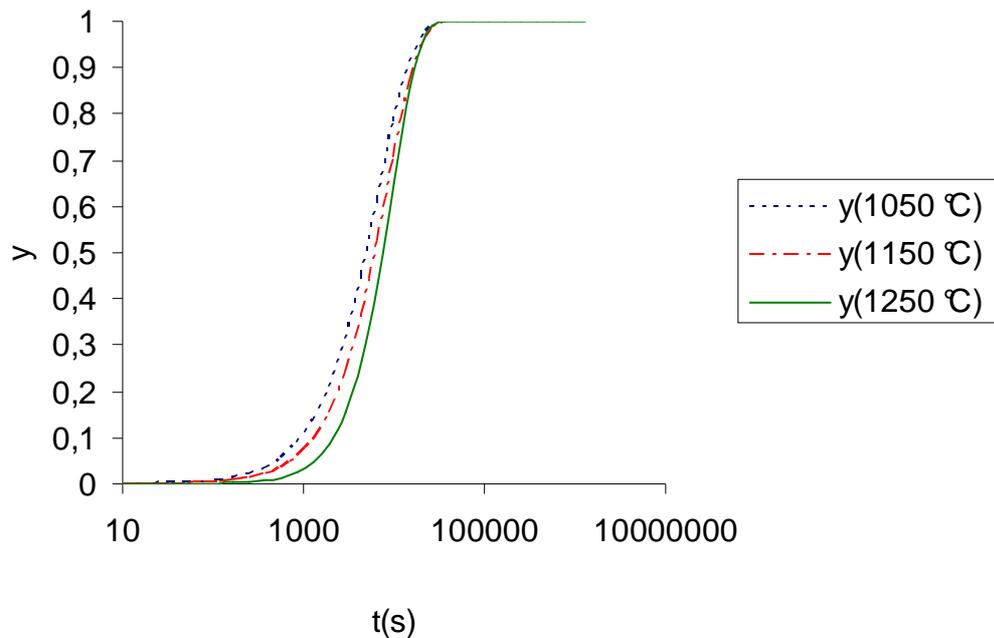


Figure V.22 : Evolution de la fraction transformée calculée en fonction du temps dans le métal de base pour les trois températures d'hypertrempe.

Si on regarde la courbe représentative de l'évolution de la vitesse de précipitation dy/dt en fonction du temps (Equation V.7) dans les trois zones de la soudure des échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C, comme illustré dans la Figure V.23, on remarque qu'on peut la diviser en trois parties :

$$dy/dt = nk (kt)^{n-1} \exp[-(kt)^n] \quad (V.7)$$

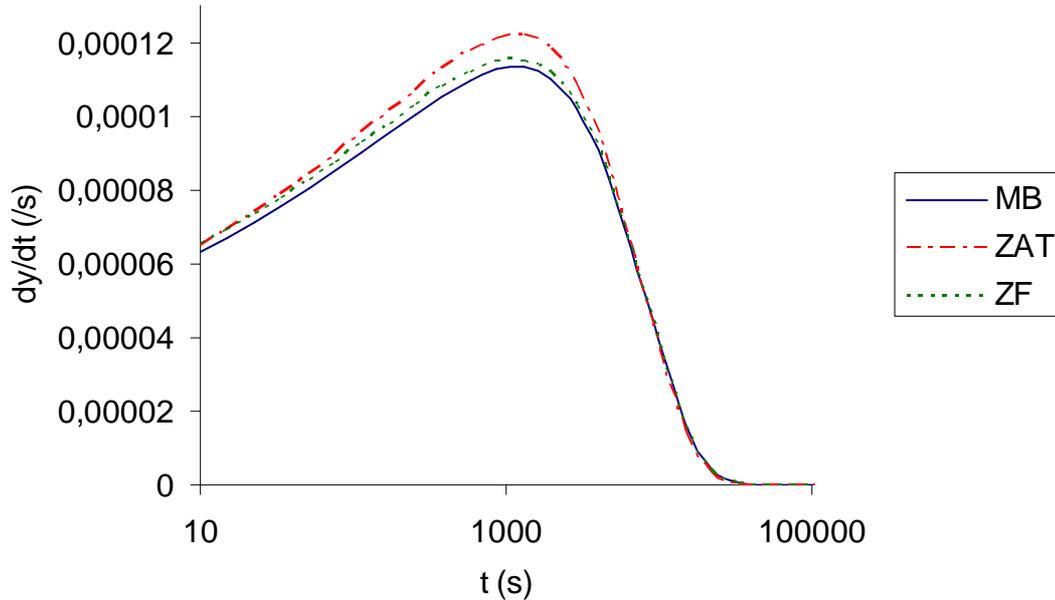


Figure V.23 : Evolution de la vitesse de précipitation (dy/dt) en fonction de $\ln(t)$ dans les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C.

- **$t \leq 20$ min**

Dans cette partie la vitesse croît avec le temps de maintien. Cette partie peut correspondre au premier stade de la transformation à savoir la précipitation des premiers germes de la phase sigma où l'on assiste à l'apparition de précipités dont le nombre est très élevé et la taille petite.

- **20 min $< t \leq 11$ h**

Dans cette partie la vitesse de précipitation décroît lorsque le temps de maintien augmente. Cette partie peut correspondre au deuxième stade de la transformation où on assiste à une compétition entre les premiers germes qui ont déjà précipité et qui dans ce stade tendent à croître et les nouveaux germes qui précipitent. Le nombre de précipités qui apparaissent est faible par rapport au premier stade.

- **$t > 11$ h**

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

La Figure V.24 montre l'évolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps de maintien à 850 °C dans le métal de base pour les trois températures d'hypertrempe. On remarque en premier lieu que la vitesse maximale diminue lorsque la température d'hypertrempe augmente, on constate aussi que durant les 85 premières minutes les échantillons hypertrempés à partir de 1050 °C présentent la cinétique de précipitation la plus élevée, viennent ensuite ceux hypertrempés à partir de 1150 °C et enfin les échantillons hypertrempés à partir de 1250 °C mais au-delà de 85 minutes, c'est l'inverse qui se produit puisque les échantillons hypertrempés à partir de 1250 °C présentent les vitesses de précipitation les plus élevées, viennent ensuite les échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C et enfin ceux hypertrempés à partir de 1050 °C.

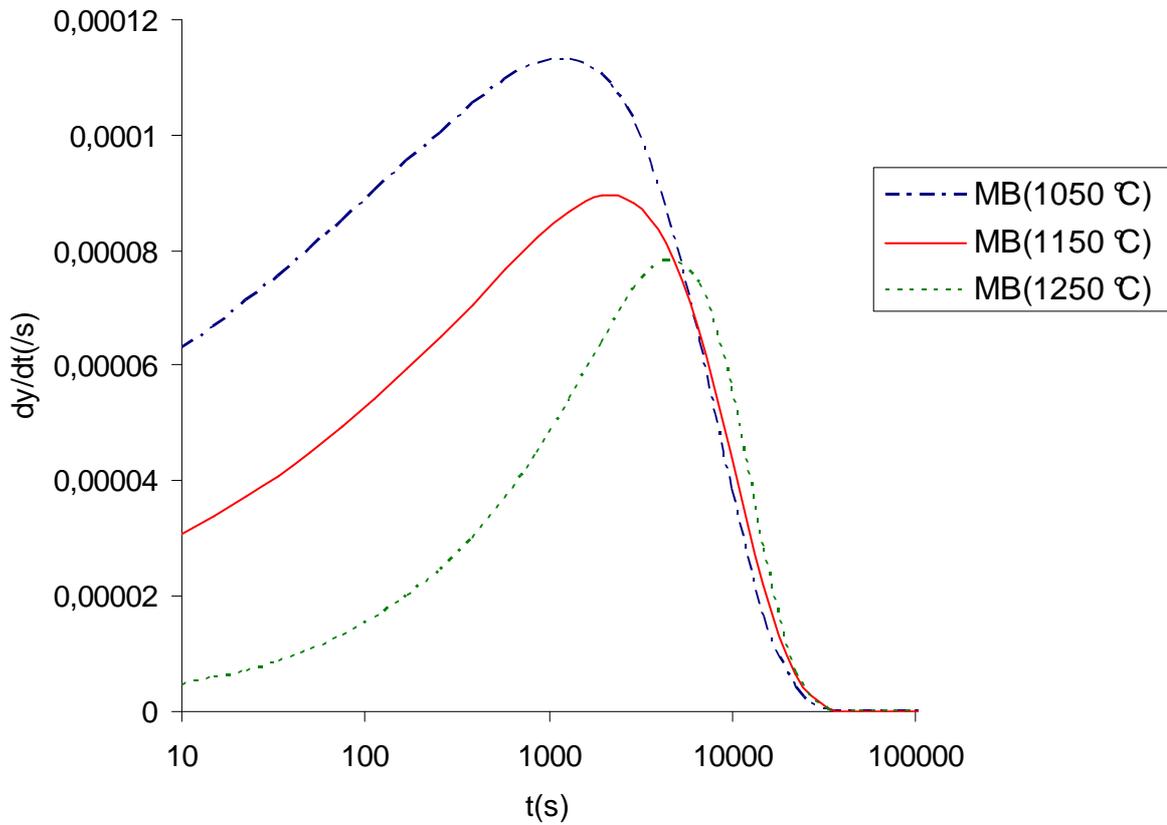


Figure V.24 : Evolution de la vitesse de précipitation en fonction du temps dans le métal de base pour les trois températures d'hypertrempe.

On peut aussi déterminer le temps et la fraction qui correspondent à la cinétique maximale de précipitation. Pour cela on calcule la dérivée de la vitesse de précipitation, on aura ainsi :

$$\frac{d^2 y}{dt^2} = (kt)^n n \cdot \exp[-(kt)^n] \frac{n-1-n(kt)^n}{t^2} \quad (V.8)$$

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

$$t_m = \frac{1}{k} \left(\frac{n-1}{n} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (\text{V.9})$$

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

$$y_m = 1 - \exp\left(\frac{1-n}{n}\right) \quad (\text{V.10})$$

On regroupe dans le Tableau V.3 les valeurs t_m et y_m pour les trois températures d'hypertrempe.

Tableau V.3 : valeurs de t_m et y_m pour les trois températures d'hypertrempe.

Température (°C)	1050 °C	1150 °C	1250 °C
t_m	11	17.8	40
y_m	0.123	0.173	0.288

On remarque donc que plus la température d'hypertrempe augmente, plus le temps et la fraction correspondant à la cinétique maximale de précipitation augmentent.

La Figure V.25 montre l'évolution du taux de phase sigma qui précipite en fonction de la température d'hypertrempe. On constate en fait que le taux de phase sigma qui précipite diminue lorsque la température d'hypertrempe augmente. En effet, quand la température d'hypertrempe augmente deux modifications ont lieu, d'abord l'augmentation de la teneur en ferrite et aussi le grossissement des grains.

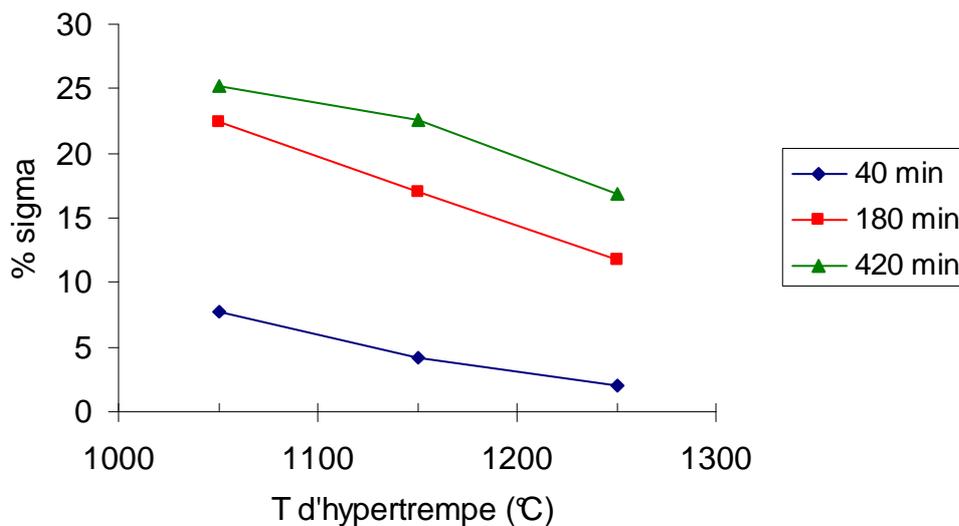


Figure V.25 : Evolution du taux de la phase sigma avec la température d'hypertrempe dans le métal de base.

En d'autres termes, lorsque la température d'hypertrempe augmente le taux de ferrite augmente ce qui est a priori favorable à la précipitation de la phase sigma tandis que la surface spécifique des joints de grains diminue ce qui est défavorable à la précipitation. Mais il faut prendre en considération l'évolution des coefficients de partage des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite avec la température (Figure II.3b), qui tendent vers l'unité quand la température augmente. Ainsi donc, lorsque la température augmente, le taux de ferrite augmente mais les teneurs en Chrome et en Molybdène dans la ferrite diminuent. En tenant compte de tous ces facteurs, on peut expliquer la diminution du taux de la phase sigma qui précipite lorsque la température augmente.

Ceci dit, 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.

V.3 Effet du revenu sur La résilience

L'évolution de l'énergie de rupture en fonction du temps de maintien est représentée dans la Figure V.26. On remarque d'abord une chute dramatique de l'énergie de rupture dès les premiers instants de maintien. Ainsi, elle passe de 26 J dans la ZAT après 15 min à 13 J (la moitié) après 60 min. ceci est un signe que l'acier perd de sa ductilité. De plus, on remarque que l'énergie de rupture dans la ZAT est plus élevée que dans la ZF. Ainsi donc, la ZAT est plus ductile que la ZF. La phase sigma est donc une phase fragile. Sa précipitation provoque la perte de la résilience de l'acier inoxydable duplex 2205.

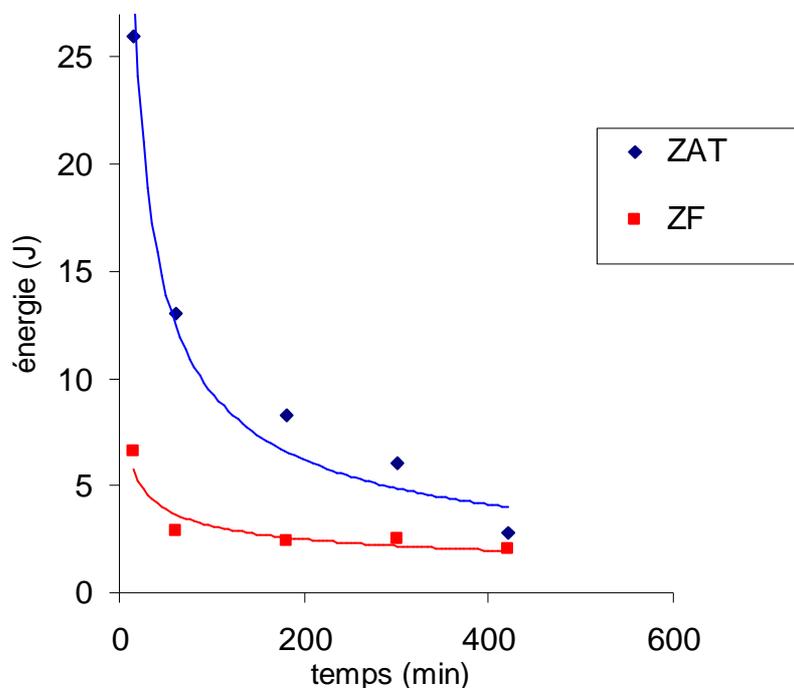


Figure V.26 : Résultats de l'essai de résilience à 20 °C pour les échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C.

Les Figures V.27 et V.28 montrent les résultats de l'observation au MEB des faciès de rupture des échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C. Elles indiquent que dans les premiers instants de maintien (Figures V.27a et V.28a) la rupture est typiquement ductile puisqu'on dénombre un nombre important de cupules profondes allongées dans la direction de la déformation plastique, on remarque aussi l'apparition de quelques facettes séparées par des languettes, mais après un maintien pendant 7h (Figures V.27b et V.28b), on constate que le mécanisme de rupture devient fragile. Ces Figures montrent des zones de clivages et font apparaître plusieurs fissures et des rivières qui séparent ces zones. Des travaux [25] ont montré que la dureté de la ferrite augmente considérablement lorsque le temps de maintien à 850 °C augmente, tandis que la dureté de l'austénite demeure pratiquement constante. En se basant sur ces observations, des études [13] ont supposé qu'en plus de l'effet fragilisant de la précipitation des phases secondaires cité précédemment, la chute brusque de la ductilité est aussi due à l'évolution microstructurale de la ferrite.

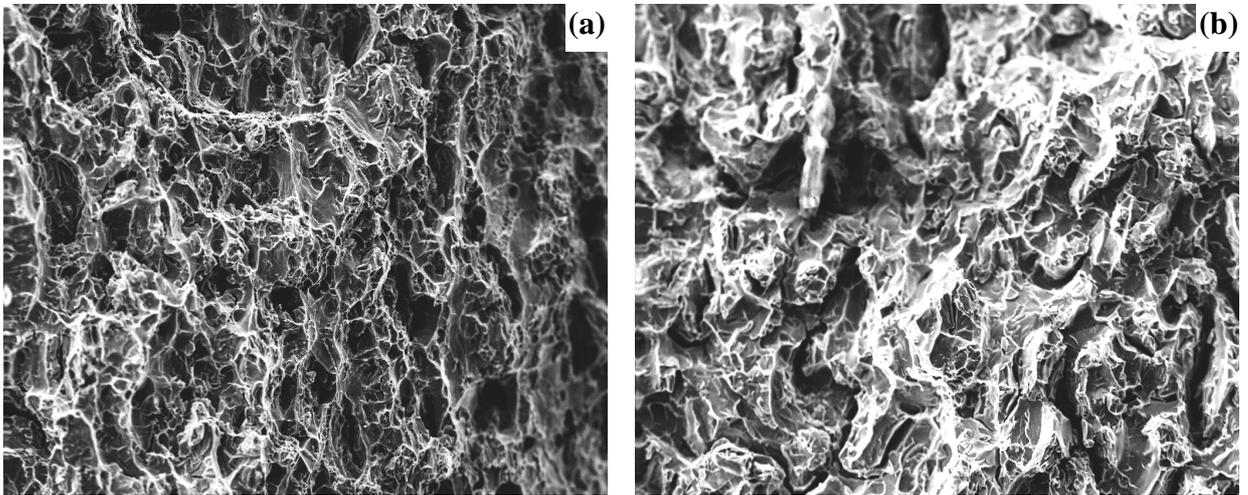


Figure V.27 : Résultats de l'observation au MEB des faciès de rupture dans la ZAT : (a) après maintien à 850 °C pendant 60 min ; (b) après maintien à 850 °C pendant 420 min.

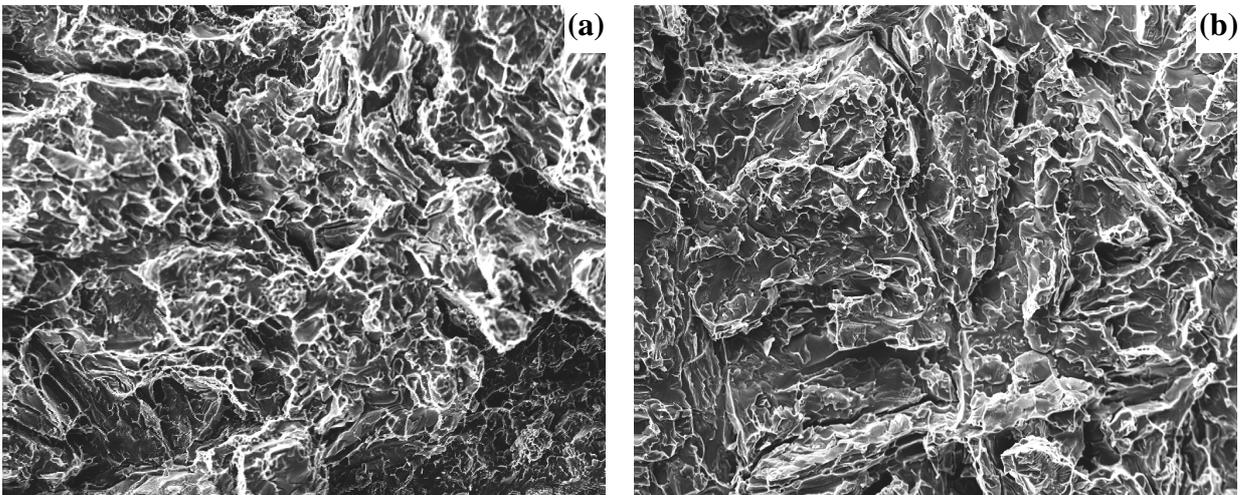


Figure V.28 : Résultats de l'observation au MEB des faciès de rupture dans la ZF : (a) après maintien à 850 °C pendant 60 min ; (b) après maintien à 850 °C pendant 420 min.

Conclusion Générale

Nous présentons au terme de cette étude l'ensemble de nos constatations :

- Les cycles thermiques de soudage conduisent à l'enrichissement de la ZAT et de la zone fondue en ferrite, ils provoquent aussi le grossissement des grains. Cependant, on n'observe aucun signe de précipitation de phases secondaires après l'opération de soudage.
- Les traitements thermiques d'hypertrempe permettent de dissoudre tous les précipités. Ils provoquent, toutefois, une augmentation du taux de ferrite et un grossissement des grains (donc une diminution de la surface spécifique des joints de grains), alors que le revenu à 850 °C conduit à l'apparition de la phase sigma et des carbures de Chrome.
- La microscopie optique et électronique à balayage (MEB) révèlent une décomposition semblable à la transformation eutectoïde de la ferrite en phase sigma, en carbures de Chrome type $Cr_{23}C_6$ et en austénite secondaire (γ_2) après maintien à 850 °C, résultat que confirme la diffraction des rayons X. La microanalyse montre que la phase sigma, comme la ferrite, est riche en Molybdène et en Chrome tandis que l'austénite est riche en Nickel. La précipitation de la phase sigma a eu lieu sur des sites préférentiels tels que les interfaces γ/δ , γ/γ et les carbures de Chrome qui apparaissent avant. Les précipités de phase sigma qui germent initialement au niveau des interfaces croient par la suite à l'intérieur de la ferrite.
- Le grossissement des grains implique la diminution des sites préférentiels de la précipitation et donc une diminution du taux de la phase sigma et de carbures de Chrome qui précipitent, c'est donc un facteur défavorable pour la précipitation.
- Bien que le taux de ferrite soit à priori favorable à la précipitation, son effet reste conditionné par la répartition des éléments, en particulier le Chrome et le Molybdène, entre l'austénite et la ferrite. Ainsi, même si le taux de ferrite est important lorsque la température d'hypertrempe est élevée, le fait que les coefficients de partage des éléments convergent vers l'unité au fur et à mesure que la température augmente et en tenant compte du grossissement des grains (et donc de la diminution de la densité des joints de grains), la teneur de la phase sigma et des carbures de Chromes type $Cr_{23}C_6$ qui précipitent diminue.
- Nous assistons aussi durant les traitements thermiques qu'ont subit les échantillons à une évolution de la structure en bande typique des aciers inoxydables duplex laminés qui tend à disparaître après l'opération de soudage, lorsque la température d'hypertrempe augmente et quand le temps de maintien à 850 °C augmentent.
- La cinétique de précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome peut être décrite par le modèle empirique de Johnson-Mehl-Avrami. Elle est plus rapide (pour une même température d'hypertrempe) dans la ZAT, s'ensuit alors la zone fondue et enfin le

métal de base, et pour une même zone après hypertrempe à partir de 1050 °C, puis 1150 °C et enfin 1250 °C.

- La précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome conduit à la fragilisation de l'acier inoxydable duplex 2205 qui perd sa ductilité dès les premiers instants de maintien à 850 °C, la phase sigma est donc une phase fragile.

Nous nous permettons, enfin, de proposer quelques recommandations qu'on peut résumer en ce qui suit :

- En plus des facteurs que nous avons évoqué dans cette étude et dont dépend la précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome, un autre facteur doit être pris en considération, à savoir, les relations d'orientation cristallographique entre les grains de la phase sigma et les grains d'austénite et de ferrite.
- Aussi faut-il prendre en considération l'évolution des coefficients de partages des éléments entre l'austénite et la ferrite au cours des traitements thermiques.
- Nous observons l'apparition de précipités de taille petite regroupés dans des colonies ainsi que des précipités parallèles sous formes d'aiguilles à l'intérieur de la ferrite. Ce phénomène est observé initialement dans les échantillons hypertrempés à partir de 1150 °C mais est beaucoup plus important dans les échantillons hypertrempés à partir de 1250 °C. il est donc recommandé de s'y intéresser.
- Nous souhaitons enfin souligner le fait que le diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe (Figure II.2) ne tient pas compte de la précipitation de la phase sigma à 850 °C dans les aciers inoxydables duplex.

Bibliographie

- [1] R. N. GUNN. Duplex Stainless Steels. 2000.
- [2] Stainless Steel – Introduction. Aalco. The Hersham Centre. Amari Metals Ltd.
- [3] P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER. Les aciers inoxydables. Les éditions de physique.1990.
- [4] P. J. CUNAT. Aciers Inoxydables. Fabrication. Traités Des Matériaux. Techniques de l'Ingénieur. M4543. 2002.
- [5] S. L. F. GARFIAS-MESIAS, J. M. SYKES, C. D. S. TUCK. The Effect of Phase Compositions on the Pitting Corrosion of 25Cr Duplex Stainless Steel in Chloride Solution. Corrosion Science, Vol.38, No.8, 1996. pp. 1319-1330.
- [6] Consommables pour le Soudage des Aciers Duplex. LEXAL. SAF
- [7] G. MURRY. Aciers, Généralités. Traités Des Matériaux. Techniques de l'Ingénieur. M300. 2002.
- [8] P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Critères de choix et structure. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. 2002.
- [9] J. M. VITEK, S A. DAVID, C. R HINMAN. Improved Ferrite Number Prediction Model that accounts for cooling Rate Effects–Part 1: Model Development. Welding Journal. January 2003.
- [10] J. SEDRIKS. Corrosion of Stainless Steels. John Wiley & sons, Inc. 1979.
- [11] A. ROOS, B. MILLET. Précis de métallurgie appliquée. Technique et documentation-Lavoisier. 1982.
- [12] R. G. NOUNING, Jr. Effect of Stabilizing Elements on The Precipitation Behaviour and Phase Stability of Type 409 Ferritic Stainless Steels. Master of Science. University of Pittsburgh. 1999.
- [13] K. L. WENG, T. H. CHEN, J. R. YANG. The High-Temperature and Low-Temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel. Bulletin of The College of Engineering. NTU, No.89, October 2003. pp. 45-61.
- [14] W. Curtis. Kovach. High Performance Stainless Steels. Technical marketing Ressources, Inc. Pittsburg. PA. USA.
- [15] R. A. RERRENT, T. SUTER, C. SOLENTHALER, G. GULLO, P. J. UGGOWITZER, H. BOHNI, M. O. SPEIDEL. Corrosion Resistance of Super Duplex Stainless Steels in Chloride Ion Containing Environments: Investigations by Means of a New Microelectrochemical Method II. Influence of Precipitates. Corrosion Science 43. 2001. pp. 727-745.

- [16] D. Y. KUBAYASHI, S. WOLYNEC. Evaluation of The Low Corrosion Resistant Phase Founed During The Sigma Phase Precipitation in Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, Vol.2, No.4. 1999. pp. 239-247.
- [17] I. ZUCATO, M. C. MOREIRA, I. F. MACHADO, S. M. GIAMPIETRI LEBAO. Microstructural Characterization and The Effect of Phase Transformations on Toughness of The UNS S31803 Duplex Stainless steel Aged treated at 850 °C. *Materials Research*, Vol.5, No3. 2002. pp. 385-389.
- [18] S. S. M. TAVARES, M. R. da Silva, J. M. NETO Magnetic Property Changes During Embrettlement of a Duplex Stainless Steel.. *Journal of Alloys and Compounds* 313. 2000. pp. 168-173.
- [19] I. F. MACHADO, A. F. PADILHA. Aging Behaviour of 25Cr-17Mn High Nitrogen Duplex Stainless Steel. *ISIJ International*, Vol.40, No.7. 2000. pp. 719-724.
- [20] H. GRANJON. Bases Métallurgiques du soudage. Publications de la Soudure Autogène.
- [21] L. DEPRADEUX. Simulation numérique du Soudage. Thèse de Doctorat. INSA LYON. Mars 2004.
- [22] M. BOUABDALLAH. Microstructure et Propriétés aux Interfaces Métalliques. 2004.
- [23] J. Burke. La cinétique des changements de phases dans les métaux. Masson et Cie éditeurs. 1968.
- [24] M. L. SUMPTER. Johnson-Mehl-Avrami Kinetics of Intracellular Ice Formation in Confluent Tissue Constrtucts. Master of Science. Georgia Institute of Technology. 2004.
- [25] Welding of Stainless Steels. Euroinox.
- [26] K. BETTAHAR. Etude de la Précipitation de la Phase Sigma et des Carbures de Chrome dans l'Acier Inoxydable Duplex 2205. Mémoire de Magister. Université de BLIDA. 2005.
- [27] J. P. EBERHART. Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides. Doin éditeurs. 1976.
- [28] <http://www.materiaux.ecam.fr/savoirplus/mebanglais/indeex.html>.
- [29] [http : //w.w.w.loic.portelette.free.fr/CV/GraziellaMarc.htm](http://w.w.w.loic.portelette.free.fr/CV/GraziellaMarc.htm).
- [30] J. Barralis. G. MAEDER. Précis de Métallurgie : Elaboration, structure – propriétés et normalisation. Editions F. Nathan. 1990.
- [31] C. DEMULE THENON, J. DEVALLOIR. Instrumentation d'un Choc Charpy. Ecole des Mines de Donai. 2002.
- [32] K. BETTAHAR, R. BADJI, B. BELKESSA, H. MAZZA, M. HADJI, M. BOUABDALLAH, Y. BELLAROUSI. Effet de la Précipitation des Carbures de Chrome et de la Phase Sigma sur le Comportement Mécanique de l'Acier Inoxydable Duplex 2205. *AJOT* 2005. pp. 149-155.

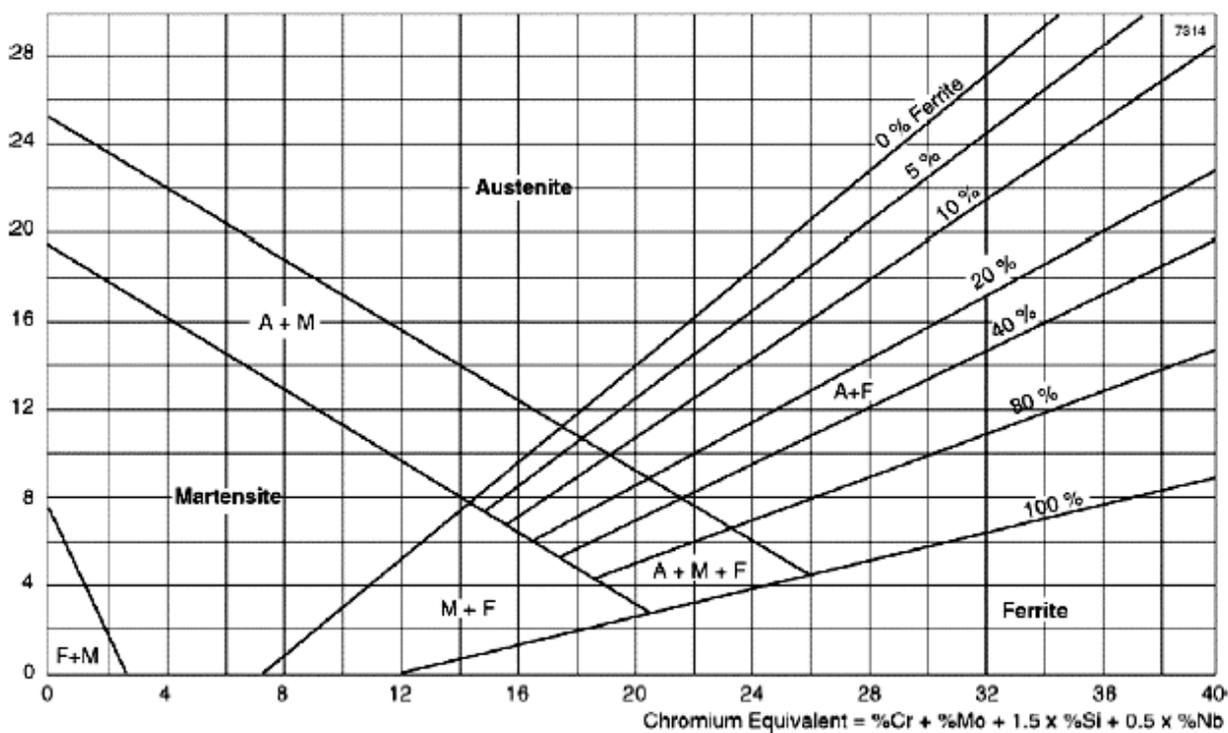
ANNEXES

I Les phases secondaires

Phase	Symbole	Type	Formule	Intervalle de température (°C)	Réseau cristallin	Paramètres cristallins
Carbure de Chrome	—	M ₇ C ₃	(Cr,Fe,Mo) ₇ C ₃	950 – 1050	Orthorhombique	a=4.52, b=6.69, c=12.11
Carbure de Chrome	—	M ₂₃ C ₆	(Cr,Fe,Mo) ₂₃ C ₆	600 – 950	Cubique	a=10.59 – 10.68
Carbure de Chrome	—	M ₆ C	(Cr,Fe,Mo) ₆ C	700 – 950	Cubique	a=10.93 – 11.28
Nitride de Chrome	—	M ₂ N	(Cr,Fe) ₂ N	650 – 950	Hexagonal	a=2.77, c=4.46
Nitride de Chrome	—	MN	CrN	—	Cubique	—
Nitride de Chrome	—	M ₅ N	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550 – 600	—	a=6.47
Sigma	σ	AB	(Fe,Cr,Mo,Ni)	550 – 1050	Tétragonal	a=8.79, c=4.54
Chi	χ	A ₄₈ B ₁₀	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀ (FeNi) ₃₆ Cr ₁₈ (TiMo) ₄	600 – 900	Cubique	a=8.86 – 8.92
Alpha prime	α'	—	CrFe	350 – 550	Cubique	a=2.877
Laves	η	A ₂ B	(FeCr) ₂ (Mo,Nb,Ti,Si)	550 – 900	Hexagonal	a=4.73 – 4.82, c=7.26 – 7.85
R	R	—	(Fe,Mo,Cr,Ni)	550 – 650	Rhombohedral	a=10.903, c=19.347
Tau	τ	—	—	550 – 650	Orthorhombique	a=4.05, b=4.84, c=2.86
G	G	—	≥ 14% Si	300 – 400	—	—
Austénite secondaire	γ ₂	— — —	Type1 Type2 Type3	< 650 650 – 850 700 – 900	CFC — —	— — —
Pi	π	—	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550 – 600	Cubique	a=6.47
Epsilon	ε	—	—	—	—	—

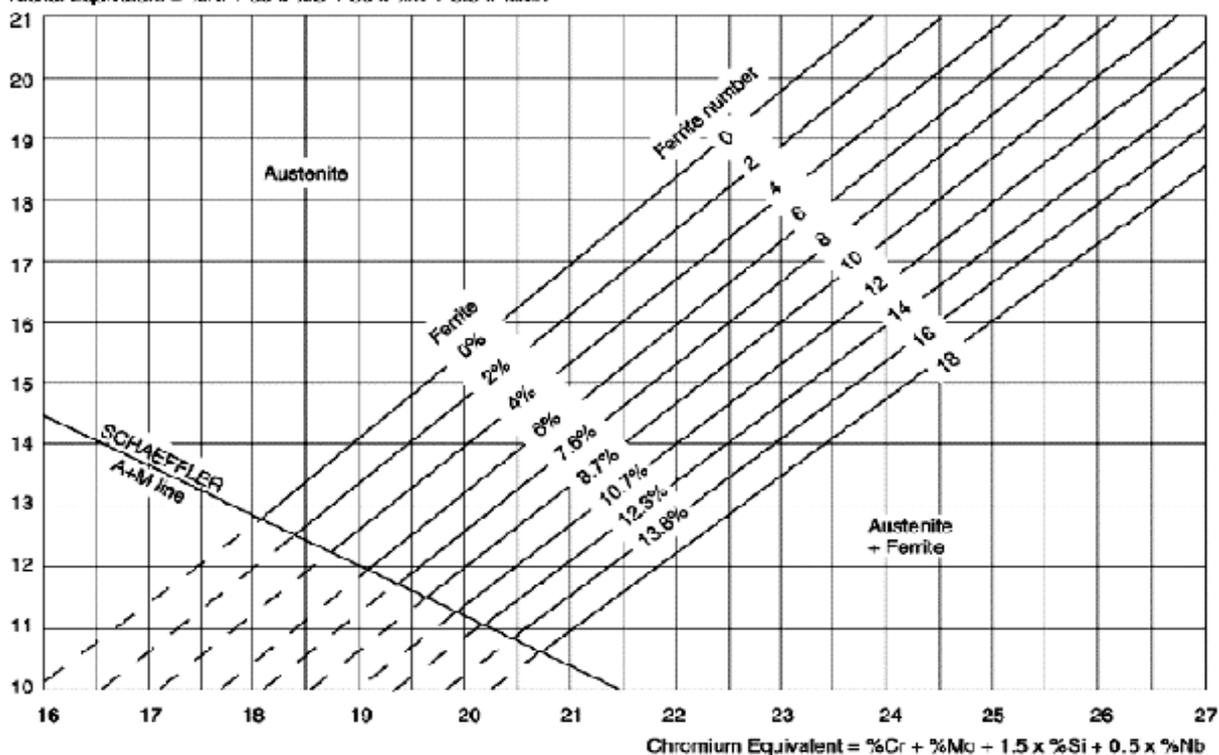
III Diagramme de Schaeffler

$$\text{Nickel Equivalent} = \%Ni + 30 \times \%C + 0.5 \times \%Mn$$



VI Diagramme de Delong

$$\text{Nickel Equivalent} = \%Ni + 30 \times \%C + 30 \times \%N + 0.5 \times \%Mn$$



V Diagramme WRC

$$\text{Nickel Equivalent} = \%Ni + 35 \times \%C + 20 \times \%N + 0.25 \times \%Cu$$

