



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

## ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Métallurgie

Thème

INFLUENCE DU TRAITEMENT  
D'HYPERTREMPE ET DU TEMPS DE REVENU SUR LA  
MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES DE DURETE  
DE L'ACIER DUPLEX 2205

Proposé par :  
CSC

Dirigé par :  
M.E. DJEGHLAL  
R. BADJI

Etudié par  
MAKAOUI Karim

Soutenu le Samedi 03/06/2004, devant le jury composé de:

K. ABADLI	Chargé de cours E.N.P	Président
E. SALHI	Professeur E.N.P	Examineur
M. KEDDAM	Maître de conférences U.S.T.H.B	Examineur
M. BOUABDALLAH	Professeur E.N.P	Examineur
M. E. DJEGHLAL	Maître de conférences ENP	Promoteur
R. BADJI	CSC	

## REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma gratitude et mes remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ma formation d'ingénieur polytechnicien et je citerai particulièrement :

Mon promoteur Mr M.E. DJEHLAL.

Tous mes enseignants et mes professeurs et notamment Mr M. BOUABDALLAH et Mr K.ABADLI.

Les agents du centre de soudage de Cheraga.

## DEDICACES

A toute ma famille qui m'a soutenu.

A tous mes amis qui m'ont aidé.

## Résumé :

On a essayé, à travers ce mémoire de traiter l'effet de la température d'hypertrempe et du temps de revenu sur la microstructure et les propriétés de dureté de l'acier inoxydable duplex 2205. La précipitation de la phase intermétallique sigma ( $\sigma$ ) et des carbures de chrome ont été investiguées.

Après traitement thermique à haute température et traitement de maintien à plus basse température, on a effectué l'observation de la microstructure au microscope optique, les mesures de dureté et de micro dureté, l'évaluation des proportions des phases par analyse d'image et l'analyse par diffraction de rayons X

**Mots clefs :** Acier inoxydable duplex, traitement thermique, traitement de revenu, phase ( $\sigma$ ), carbures de chrome, dureté, microstructure.

## Abstract :

Through this work, we have tried to treat the high temperature exposure and aging time effects on the microstructure and hardness properties of duplex stainless steel 2205.  $\sigma$ -phase and Cr-carbides precipitates were investigated.

After thermal treatment at high temperature and aging treatment at lower temperature, we did the microstructural observation, hardness measurements and X-Ray diffraction.

**Key words:** Duplex stainless steel, thermal treatment, aging treatment,  $\sigma$ -phase, Cr-carbides, hardness, microstructure.

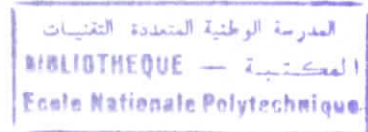
## ملخص

حاولنا من خلال هذا العمل دراسة الاثار على البنية المكونية و على صلابة الفولاذ الغير قابل للتاكسد الاوستينو فريتي 2205 التي تتركها حرارة التصليد العالي (السقاية أو النقع في الماء) وكذلك طول زمن التثبيت داخل الفرن و بعد معالجة حرارية بدرجة عالية و درجة حرارة تثبيت اقل قمنا بدراسة ترسب الاطوار ( $\sigma$ ) و ( $Cr_{23}C_6$ ) ما بين المعادن و حققنا كشف البنية المكونية بالمجهر النظري مع قياس الصلابة و المكون صلابة و اخيرا التحليل عن طريق تشتت اشعة س.

## كلمات مفتاحية

فولاذ غير قابل للتأكسد أو ستينو فريتي 'معالجة حرارية' معالجة بالتثبيت' صلابة' ( $\sigma$ ) و ( $Cr_{23}C_6$ ) بنية مكونية.

## SOMMAIRE



<b>Introduction générale.....</b>	<b>4</b>
<b>CHAPITRE I : Généralités</b>	
<b>I-1-Les aciers inoxydables.....</b>	<b>6</b>
I-1-1-Introduction.....	6
I-1-2-Structure des aciers inoxydables.....	7
I-1-2-1-Système Fe-Cr.....	8
I-1-2-2 Système Fe-Cr-Ni .....	10
I-1-3-Influence des éléments d'alliage.....	10
I-1-4-Classification des aciers inoxydables.....	13
I-1-4-1-Aciers inoxydables martensitiques.....	14
I-1-4-2-Aciers inoxydables austénitiques.....	14
I-1-4-3-Aciers inoxydables ferritiques.....	15
I-1-4-4-Aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	16
I-1-4-4-1-Coupe pseudo binaire du diagramme Fe-Cr-Ni.....	17
I-1-4-4-2-Principaux aciers dérivés de la nuance X2CrNiMoN22-5-3/1.4462.....	18
I-1-5-Propriétés physiques et caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables.....	18
I-1-5-1-les propriétés physiques des différentes classes.....	18
I-1-5-2-Magnétisme.....	19
I-1-5-3-Propriétés mécaniques.....	20
<b>I-2-Phénomène de précipitation dans les aciers austéno-ferritiques.....</b>	<b>20</b>
I-2-1 variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.....	20
I-2-1-1-Influence de la teneur en ferrite sur la déformation à haute température.....	21
I-2-2-Précipitation de carbures et de nitrures.....	21
I-2-2-1-Mécanisme de précipitation des carbures de chrome.....	23
I-2-3-Formation de composés intermétalliques.....	25

I-2-4-Evolution de la teneur et de la morphologie de la phase austénitique.....	26
I-2-5-Fragilisation par précipitation de la phase $\alpha'$ .....	26
I-2-6-Diagramme temps-température de précipitation de l'acier Z2CND22.05Az.....	27
<b>I-3-Traitements thermiques des aciers inoxydables austénoferritiques.....</b>	<b>27</b>
I-3-1-Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques de l'acier Z2CN22.5Az.....	29
 <b>CHAPITRE 2 : Techniques expérimentales</b>	
II-1-Introduction .....	31
II-2-Présentation des matériaux étudiés.....	31
II-3-Traitements thermiques .....	31
II-4-Traitements de revenu .....	32
II-5-Caractérisation de la microstructure.....	32
II-6-Analyse de phases par diffraction de rayons X.....	33
II-7-Mesures de dureté et de micro dureté.....	36
II-8-Evaluation des proportions de phases par analyse d'images.....	36
 <b>CHAPITRE III : Résultats et interprétations</b>	
III-1-Caractérisation de la microstructure :(précipitation).....	39
III-1-1-Traitement thermique à 1100°C .....	39
III-1-2-Traitement thermique à 1200°C.....	42
III-2-Evolution de la phase intermétallique sigma.....	45
III-3-Evolution de la phase ferritique.....	48
III-5-Mesures de dureté .....	49
III-4-Mesures de micro dureté.....	50
III-5-Diffractogrammes et interprétations.....	54
 <b>Conclusion générale .....</b>	<b>61</b>
 <b>Références bibliographiques.....</b>	<b>62</b>

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# Introduction Générale

## Introduction générale

Les aciers inoxydables duplex ont largement été utilisés pour une variété d'applications dans la construction marine, industries chimiques et pétrochimiques grâce à leur excellente combinaison de propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion. Il est connu que ces bonnes propriétés sont liées à la structure biphasée de proportions presque égales en austénite et en ferrite. Toutefois, la détérioration de la ténacité et de la résistance à la corrosion durant l'exposition aux hautes températures (qui est rencontrée pendant la fabrication) est un problème typique pour cette famille d'acier. En effet, les phases indésirables telles que les phases intermétalliques, carbures et nitrures peuvent exister dans ces aciers et affectent profondément leurs propriétés si les procédés de fabrication ne sont pas correctement contrôlés. Parmi ces précipités secondaires, la phase sigma ( $\sigma$ ) et les carbures de chrome qui ont une cinétique de formation très rapide ont été investigués. Le but de notre travail est de trouver l'influence du traitement d'hypertrempe et du traitement de revenu durant le revenu sur la microstructure ainsi que sur la dureté et la micro dureté de l'acier duplex 2205, le plus représentatif de cette famille.

Pour ce faire, nous effectuerons deux traitements thermiques différents, l'un à 1100°C et l'autre à 1200°C pendant une heure de maintien, les échantillons obtenus subiront un traitement de revenu à différents temps de maintien pour une même température de 750°C. Puis nous effectuerons :

- l'observation de la microstructure au microscope optique,
- les mesures de dureté et de micro dureté des phases structurales ( $\delta$ ,  $\gamma$ ) des différents échantillons,
- l'évaluation des proportions des phases par analyse d'image,
- l'analyse par diffraction de rayons X..

## I-1-Les aciers inoxydables :

### I-1-1-Introduction:

Les aciers inoxydables sont des alliages à base de fer (la teneur en fer est d'au moins 50%), ils contiennent un minimum de 10.5% de chrome et un maximum de 1.2% de carbone (selon la norme européenne EN 10088-1) ainsi que d'autres éléments d'addition qui influencent la structure de l'acier selon leur caractère alphagène ou gammagène.

Un acier est considéré comme inoxydable s'il possède les caractéristiques suivantes :

- Haute résistance contre des éléments chimiques agressifs.
- Bonne résistance à la corrosion (en milieu aqueux et au contact de l'air humide).
- Résistance aux tâches, aux rouilles et aux piqûres ainsi qu'à l'oxydation à chaud.

Le chrome (Cr) est l'élément d'alliage essentiel qui confère à l'acier inoxydable ses caractéristiques. Il produit un état passif par la formation d'oxyde chromique à la surface de l'acier, cette couche protège le métal de son agresseur.

Si la teneur en chrome augmente, celui-ci confèrera à l'alliage une amélioration de la résistance à la chaleur ainsi que l'inoxidabilité à chaud de façon marquante.

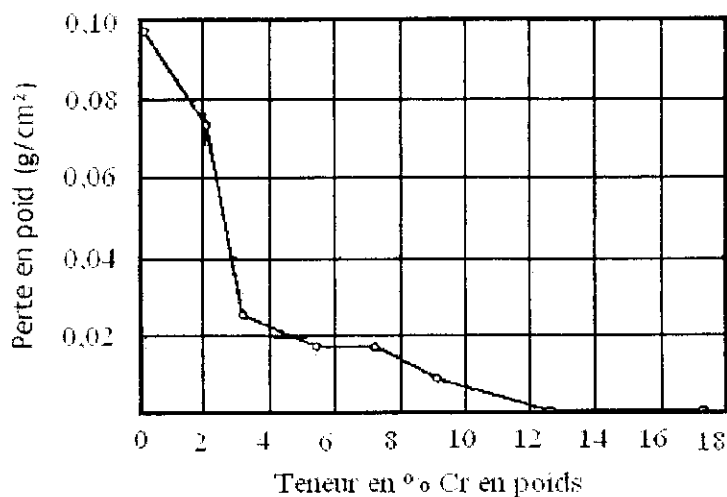


Fig.1 Corrosion des aciers au Cr en atmosphère industrielle [1].



Au-delà de 12% de chrome, l'acier possède une bonne résistance à la corrosion.

### I-1-2-Structure des aciers inoxydables :

Comme le fer est l'élément de base de ces aciers, leur structure dépendra de la nature allotropique du fer.

<b>Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes</b>		
Fer $\alpha$ (ferrite) T < 910°C	Fer $\gamma$ (austénite) 910°C < T < 1400°C	Fer $\delta$ (ferrite) T > 1400°C
Structure cubique centrée	Structure cubique à faces centrées	Structure cubique centrée

Cette structure sera notamment influencée par la nature et la teneur en élément d'alliage, ils sont classés en deux groupes :

#### -Éléments alphagènes :

Ils favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique centrée (ferrite) comme le chrome, molybdène, silicium, titane, niobium, vanadium, tungstène, aluminium et le tantale.

#### -Éléments gammagènes :

Ce sont les éléments qui favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique à faces centrées (austénite) comme le nickel, carbone, azote, cobalt et le manganèse.

C'est sur ces bases que plusieurs diagrammes ont été proposés, les digrammes Fe-Cr et Fe-Cr-Ni nous renseignent sur la structure des aciers inoxydables.

**I-1-2-1-Système Fe-Cr :**

Le domaine d'existence de l'austénite (boucle  $\gamma$ ) est d'autant plus faible que la teneur en chrome est élevée. Le chrome (élément alphasgène) favorise l'existence du fer ( $\alpha$ ) de structure cubique centrée. Cela est dû à un phénomène classique d'isomorphisme, le chrome ayant une structure cubique centrée comme le fer ( $\alpha$ ) [2].

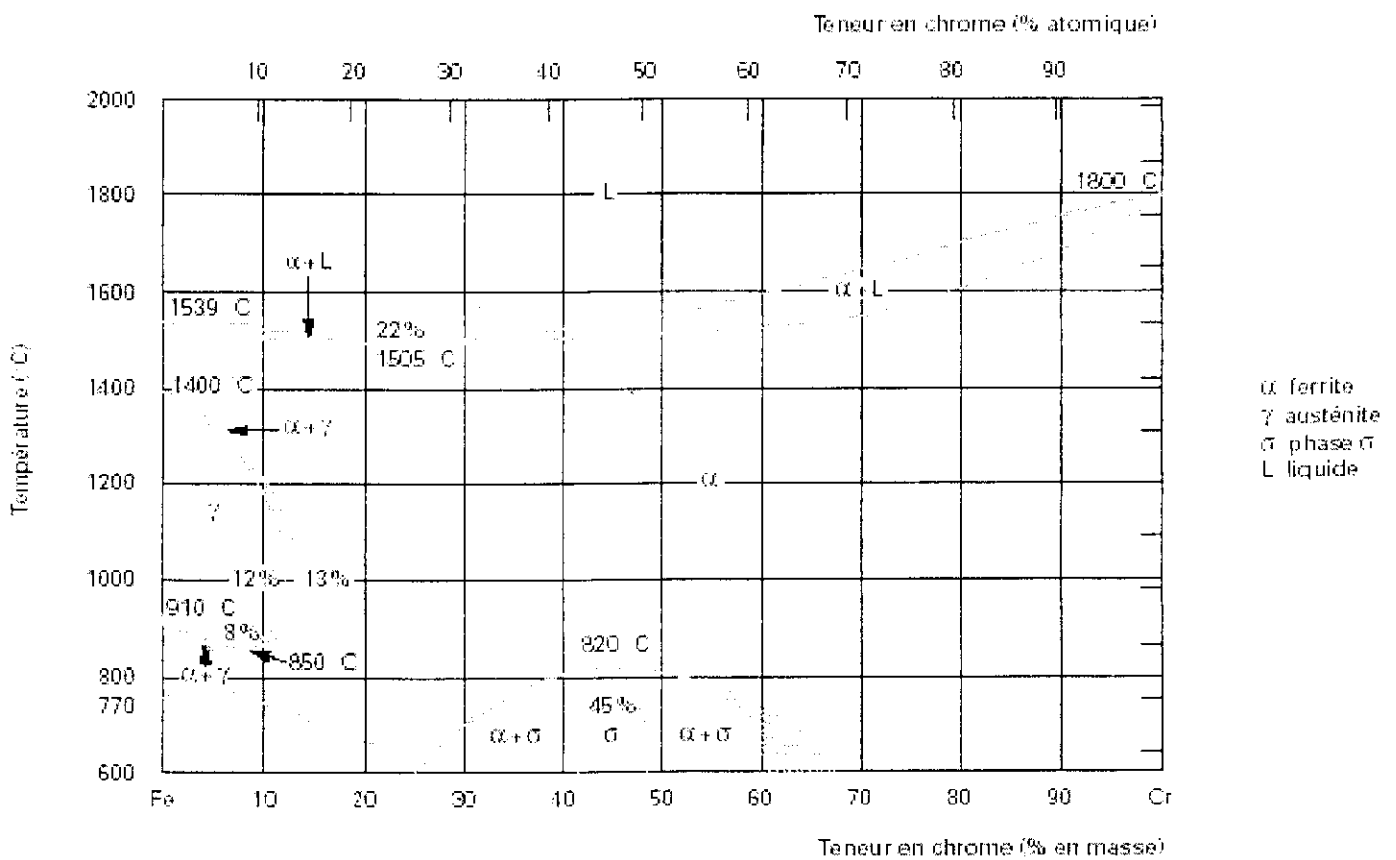


Fig.2 Diagramme d'équilibre Fe-Cr [3].

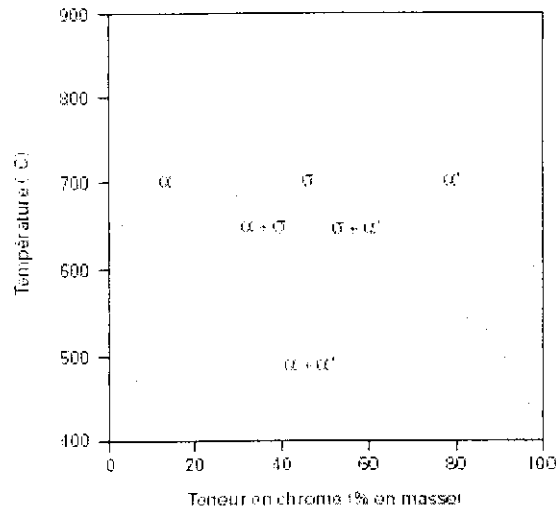


Fig.3 Diagramme d'équilibre Fe-Cr au-dessous de 850°C [3].

Le diagramme Fe-Cr comprend une phase intermétallique dite phase sigma ( $\sigma$ ) qui apparaît aux températures inférieures à 820°C de composition comprise entre 45 et 50% de chrome. Ce composé de structure quadratique complexe est extrêmement fragile.

Entre 400 et 550°C se produit une démixtion de la phase ( $\alpha$ ) en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome qui est connue sous le terme de phase  $\alpha'$  (cubique centrée). Elle se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice ( $\alpha$ ). Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner à une fragilisation de l'alliage [2,3].

Au-delà de 13% de chrome, la phase ( $\gamma$ ) disparaît. Par contre, si l'on ajoute des éléments gammagènes, la boucle s'élargit.

### I-1-2-2 Système Fe-Cr-Ni :

Le domaine d'existence de la phase austénitique s'élargit lorsqu'on augmente la teneur en nickel (gammagène).

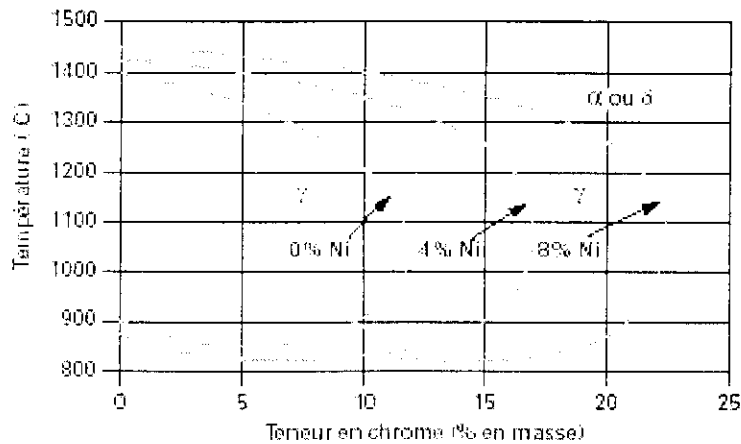


Fig.4 Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en nickel [3].

### I-1-3-Influence des éléments d'alliage : [1,2,3]

#### Le chrome

Le chrome est l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables :

- Élément stabilisateur de fer ( $\alpha$ ).
- Il est à l'origine de la passivation de l'acier
- Il augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique).

#### Le nickel

- Élément stabilisateur du fer ( $\gamma$ ).
- Il élargit le domaine d'existence de l'austénite jusqu'aux températures inférieures à 20°C. (figure 3)
- Il favorise la mise en œuvre par déformation plastique.
- Il améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension.

Le molybdène

- Élément formateur de fer ( $\alpha$ ), aux teneurs comprises entre 2 et 5%, il améliore la corrosion dans presque tous les milieux, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.
- En présence d'ions halogènes, il améliore la résistance à la corrosion par piqûres.
- Il augmente la résistance du film passif et la résistance mécanique à chaud.
- L'alliage contenant 2 à 5% de molybdène, exposé à des températures de 500 à 1000°C pendant des durées allant de 1 à 1000 heures manifeste la formation de différents composés intermétalliques (altération de la résistance à la corrosion ainsi que les caractéristiques mécaniques).

Le carbone

- Élément fortement gammagène, il contribue à la stabilisation de la phase austénitique lors de déformations à froid.
- Il provoque la formation de carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  diminuant la résistance à la corrosion intergranulaire.

Titane

- Élément formateur de fer ( $\alpha$ )
- Il possède une forte affinité pour le carbone et l'azote, ils forment ensemble des carbures et des nitrures de titane rendant l'acier insensible à la corrosion intergranulaire.

Niobium

- Élément formateur de fer ( $\alpha$ ).
- Il se combine également avec le carbone dans les aciers au Cr et au Cr-Ni et s'oppose à la corrosion intergranulaire.

Vanadium

- Élément formateur de fer ( $\alpha$ ).
- Il rend les aciers insensibles à la surchauffe et élève la résistance mécanique à chaud.

Manganèse

Classé comme élément gammagène mais il joue toutefois un rôle alphagène pour des teneurs supérieures à 7%, renforçant ainsi la résistance à la fissuration à chaud lors de solidifications rapides (rencontrées dans des opérations de soudage), il a un effet sigmagène marqué et accroît la solubilité de l'azote.

L'azote

- Puissant élément gammagène, stabilisateur du domaine austénitique.
- Sa solubilité augmente dans les aciers au Cr et au Cr-Ni avec l'accroissement de la teneur en Cr.
- Associé à une basse teneur en carbone, l'azote permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.
- Il retarde l'apparition de composés intermétalliques dans les aciers austéno-ferritique.

Le silicium

- Élément alphagène, il améliore les propriétés d'emploi à haute température (la résistance à l'oxydation à chaud) mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.
- Il augmente la résistance à la corrosion (en milieu concentré d'acide nitrique).
- Il possède un effet sigmagène.

**I-1-4-Classification des aciers inoxydables :**

Il existe différentes familles d'aciers inoxydables, le diagramme de Schaeffler, établi dans les conditions rencontrées en soudage à l'arc directement après solidification rapide, représente l'influence des éléments d'alliage sur la microstructure de l'acier. Cette influence est exprimée au moyen de chrome et de nickel équivalents, chaque élément d'alliage étant affecté d'un coefficient selon son impact du point de vue caractère alphasène ou gammagène. Le chrome et nickel équivalents sont exprimés comme suit :

- **Equivalent Nickel = %Ni + 30(%C) + 0.5(%Mn).**
- **Equivalent Chrome = %Cr + %Mo + 1.5(%Si) + 0.5(%Nb).**

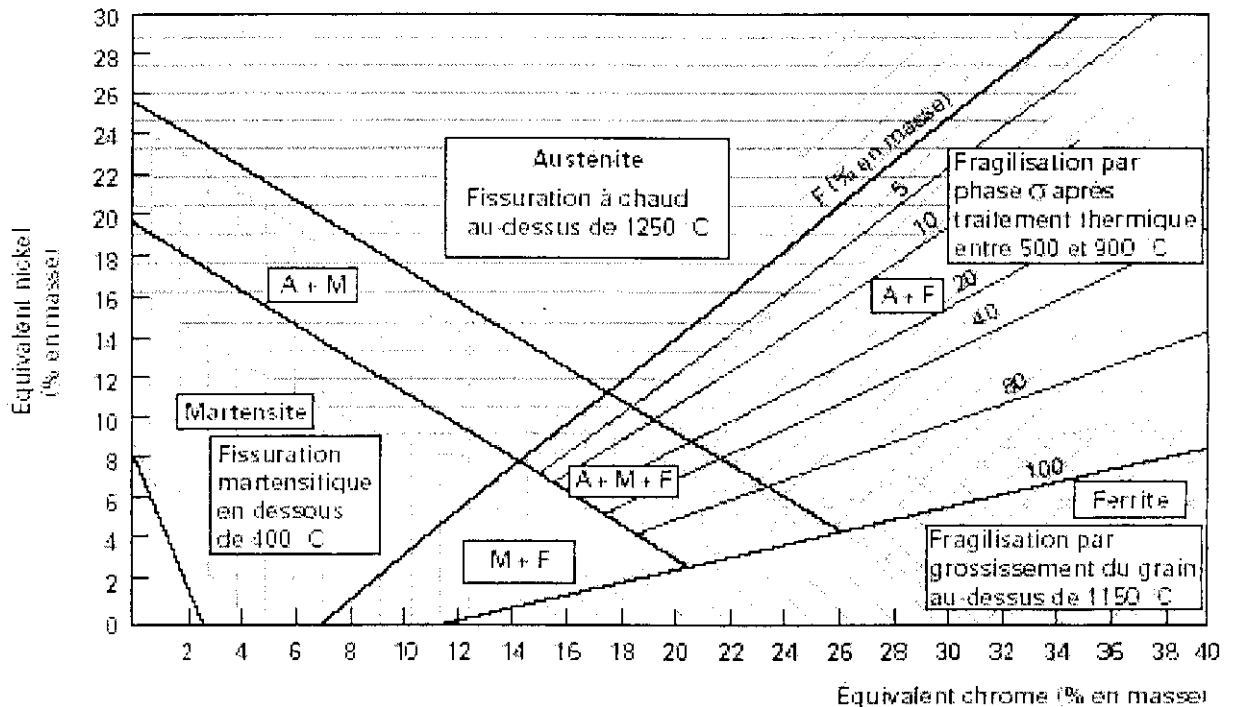


Fig.5 Diagramme de constitution des aciers inoxydables à l'état brut de soudage d'après Schaeffler [3].

**I-1-4-1-Aciers inoxydables martensitiques :**

Ces aciers contiennent de 11.5 à 18% de chrome, la teneur en nickel peut aller jusqu'à 6% (amélioration de la ténacité) tandis que pour le molybdène, la teneur est limitée à 1.5% (amélioration de la résistance à la corrosion et la trempabilité).

Comme pour tous les aciers non ou faiblement alliés, le carbone joue un rôle essentiel, la teneur maximale est limitée à 1.2% suivant la norme EN 10020.

Les aciers martensitiques sont obtenus après trempe de la structure austénitique (la teneur en carbone doit être d'autant plus forte que la concentration en chrome est élevée [2]), ce qui confère à ces nuances une haute dureté ainsi que des valeurs de résistance mécaniques élevées (limite d'élasticité, résistance à la rupture....) [3].

Suivant la composition chimique, les aciers inoxydables martensitiques sont divisés en quatre groupes :

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

Tableau 1 Classification des aciers inoxydables martensitiques [3].

**I-1-4-2-Aciers inoxydables austénitiques :**

Les aciers inoxydables austénitiques du type Fe-Cr-Ni représentent 80% du marché mondial. Ceci est dû au fait que leur structure cristallographique de type cubique à faces centrées leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles depuis les températures cryogéniques jusqu'à plusieurs centaines de degrés celsius, ainsi qu'une excellente soudabilité opératoire et métallurgique [3].



Ils sont utilisés à basse température pour le stockage de gaz liquides et à haute température dans les échangeurs à chaleur [4].

De nombreux alliages répondant à des utilisations spécifiques ont été développés en agissant sur les teneurs des différents éléments d'addition, ces teneurs sont comprises entre les limites suivantes :

Cr : 19 à 26%

Ni : 11 à 21%

C < 0.2%

Selon la norme EN 10095 [3].

La teneur en carbone des aciers inoxydables austénitiques doit être maintenue à un bas niveau afin d'éviter la précipitation des carbures de chrome ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) localisés dans les joints des grains de l'austénite qui sont sujettes à la corrosion intergranulaire.

D'autres éléments d'alliage tels que Ti, Nb y sont ajoutés pour résister à certains types de corrosion.

Pour résoudre des problèmes de corrosion encore plus difficile, ont été développés des nuances dites super-austénitiques, correspondant à des teneurs en chrome et molybdène supérieures [2].

#### **I-1-4-3-Aciers inoxydables ferritiques :**

Les aciers ferritiques sont exempts de transformation  $\alpha \leftrightarrow \gamma$ , leur structure reste ferritique (cubique centrée) dans tout l'intervalle de température (figure 2). La teneur en chrome est comprise entre 13 et 30% et le carbone est inférieur à 0.10%.

Outre les aciers inclus dans cet intervalle, on utilise aujourd'hui d'une façon importante des aciers contenant moins de 21% de chrome qui se prêtent à d'excellents emplois lorsque les aciers de construction ne sont pas économiques en raison de leur haut risque de corrosion. Ils se sont révélés très aptes à supporter la corrosion atmosphérique et celles développées dans des milieux agressifs modérés [4].

Selon leur teneur en chrome, ces aciers peuvent être divisés en trois groupes :

Groupe	Teneur en Cr (% en masse)	Teneur en C (% en masse)	Autres éléments (dont stabilisants)
1	10.5 à 13	$\leq 0.080$	Stabilisant : Ti
2	16 à 18	$\leq 0.080$	Stabilisants : Ti, Nb, Zr, V Résistance à la corrosion : Mo
3	> 20	$\leq 0.020$	Stabilisants : Ti, Nb Résistance à la corrosion : Mo

Tableau 2 Classification des aciers inoxydables ferritiques [3].

Pour les nuances du second groupe l'introduction de un ou deux stabilisants (titane et/ou niobium) permet d'abaisser la teneur en interstitiels (carbone et azote) en les fixant sous la forme de nitrures et de carbures ou de carbonitrures, cette stabilisation rend l'acier insensible à la corrosion intergranulaire.

On désigne généralement sous le nom de superferritiques les alliages du troisième groupe, leur basse teneur en carbone associée à une stabilisation par le titane confèrent une bonne ténacité ainsi qu'une résistance exceptionnelle, y compris dans les zones soudées, dans des milieux aussi agressifs que l'eau de mer [3].

#### **I-1-4-4-Aciers inoxydables austénoferritiques :**

Les alliages biphasés dits « austénoferritiques » ont été découverts dans les années trente. Leurs propriétés mécaniques élevées permettent un allègement des structures et par leur tenue à la corrosion, ils présentent un rapport qualité/coût très attrayant pour de nombreux marchés spécifiques reconnus pour l'agressivité des milieux réactionnels (chimie, pétrochimie, eau de mer, dépollution, pâte à papier....) [4].

Les alliages austénoferritiques sont constitués d'un agrégat de grains ferritiques et de grains austénitiques. Les propriétés intrinsèques de ces nuances sont dues pour partie à leur structure biphasée  $\alpha+\gamma$ , les proportions recherchées sont 50% de ferrite et 50% d'austénite, ces

fractions dépendent de la composition chimique (influence des éléments d'alliage) et du traitement thermique que nous verrons ultérieurement.

Généralement ces aciers contiennent 22 à 27% de chrome et environ 4 à 8% de nickel, ainsi que des additions de molybdène, de cuivre et d'azote. La variété des domaines d'application a conduit à une optimisation de la composition chimique en fonction des propriétés en service requises.

#### I-1-4-4-1-Coupe pseudo binaire du diagramme Fe-Cr-Ni :

Les structures duplex ainsi que la possibilité de modifier les répartitions des quantités entre les deux phases structurales sont indiquées au moyen d'une coupe de diagramme quasi binaire Fe-Cr-Ni (à 70% de fer)

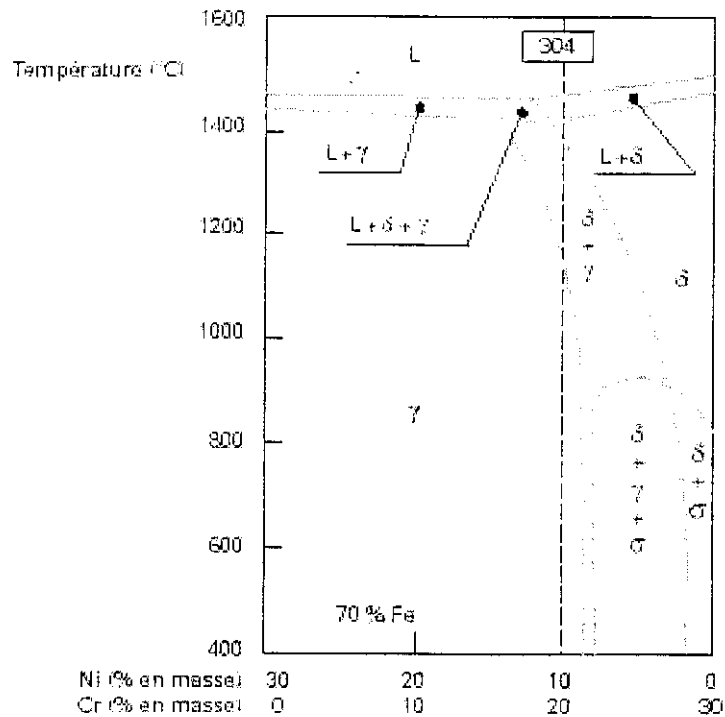


Fig.6 Coupe pseudo binaire du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni [3].

### I-1-4-4-2-Principaux aciers dérivés de la nuance X2CrNiMoN22-5-3/1.4462 :

L'alliage le plus représentatif de cette famille est désigné par X2CrNiMoN22-5-3/1.4462, caractérisé d'une bonne résistance aux corrosions intergranulaires, sous contraintes et par piqûres ainsi qu'une limite d'élasticité élevée. Les principaux aciers dérivés sont indiqués ci-dessous :

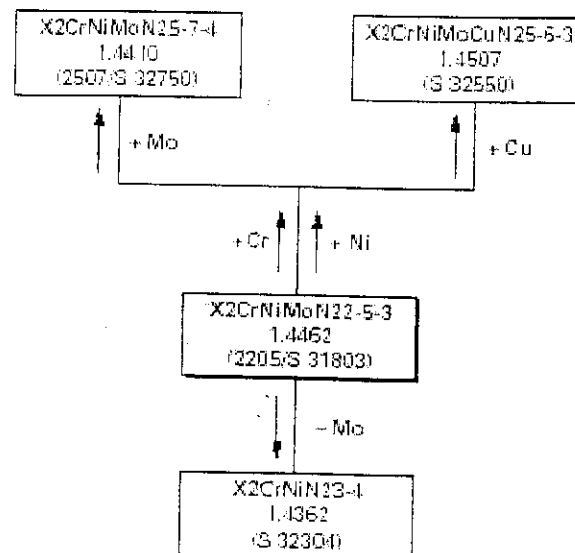


Fig.7 Principaux aciers inoxydables austéno-ferritiques dérivés de la nuance X2CrNiMoN22-5-3 [3].

### I-1-5-Propriétés physiques et caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables : [5,1]

#### I-1-5-1-les propriétés physiques des différentes classes :

Les propriétés physiques des différentes familles d'acier inoxydable se trouvent dans les tableaux ci-dessous :

**1-Aciers martensitiques :**

Masse volumique (Kg/dm <sup>3</sup> )	Module d'Young (N/mm <sup>2</sup> )	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200°C (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	Coefficient de dilatation à 300°C (10 <sup>-5</sup> K <sup>-1</sup> )	Capacité thermique massique (J.Kg <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup> )	Résistivité électrique à 20°C (μΩ.m)	Conductivité thermique à 20°C (Ω.m <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup> )
7.7	215000	10.5	10.8 à 11.5	460	0.55	25.1

**2-Aciers ferritiques :**

7.7	220000	10	10 à 11.5	460	0.6	20.9
-----	--------	----	-----------	-----	-----	------

**3-Aciers austénitiques :**

7.9	200000	16.0	16.5	500	0.73	14.6
-----	--------	------	------	-----	------	------

**4-Aciers austénoferritiques :**

7.8	200000	13.0	15	500	0.8	16.7
-----	--------	------	----	-----	-----	------

**I-1-5-2-Magnétisme :**

Les différentes familles	Magnétisme
Aciers martensitiques	Ferromagnétique
Aciers ferritiques	Ferromagnétique
Aciers austénitiques	Amagnétique
Aciers austénoferritique	Ferromagnétique

Tableau 4 Magnétisme des aciers inoxydables [2].

**I-1-5-3-Propriétés mécaniques :**

Structures	Limite d'élasticité Rp0.2 (N/mm <sup>2</sup> )	Résistance à la rupture Rm (N/mm <sup>2</sup> )	Allongement a la rupture A (%)
Ferritique	370	500	26
Austénoferritique	620	840	30
Austénitique	270	620	56

Tableau 5 Propriétés mécaniques des aciers inoxydables [6].

**I-2-Phénomènes de précipitation dans les aciers austénoferritique :**

Ces aciers présentent de nombreuses évolutions structurales dues en majeure partie à la phase ferritique où la diffusion des éléments d'alliages à chaque température est  $10^2$  à  $10^3$  fois plus rapide que dans la phase austénitique [5], ceci est dû à la plus faible compacité que présente le réseau cubique centré de cette phase. De plus, la phase ferritique est riche en chrome et en molybdène (éléments alphasènes), ces éléments privilégient la formation de phases intermétalliques. Il est donc indispensable de connaître la teneur en ferrite présente dans l'acier.

**I-2-1 variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe :**

La teneur en ferrite de l'acier Z2CN22-5/1.4462 est entre 900 et 1200°C une fonction croissante de la température, cette évolution est illustrée dans la figure ci-dessous.

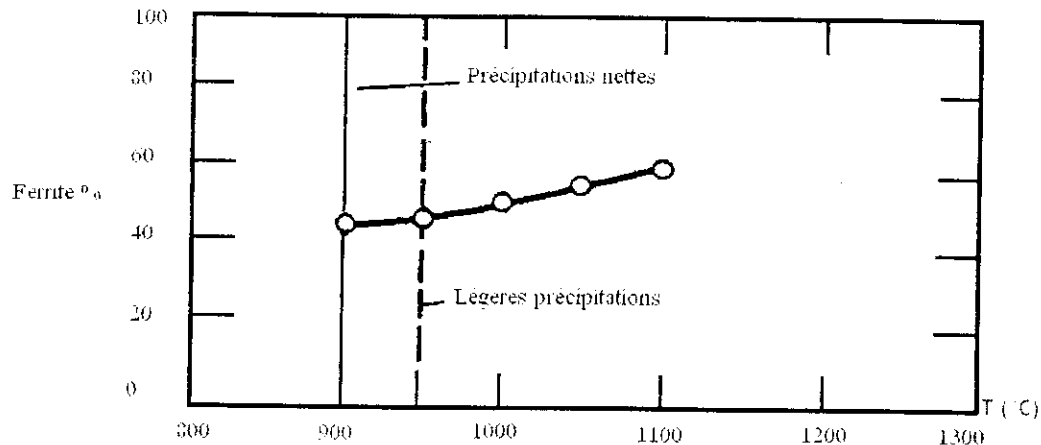


Fig.8 Influence du traitement thermique sur le taux de ferrite dans un acier Z2CND22.5Az [7].

Toutefois, les nuances à fort azote présentent une meilleure stabilité de la teneur en ferrite en fonction de la température. Lors d'une opération de soudage, cela peut éviter une ferritisation inopportune de la zone affectée thermiquement [8] (la ferritisation est également minimisée par une faible énergie de soudage limitant la vitesse de refroidissement en ZAT).

La teneur de la ferrite d'un acier austéno-ferritique en éléments alphas (Cr, Mo, Si), qui aggravent la cinétique de fragilisation de la phase, est supérieure à la teneur nominale de l'acier en ces éléments, car les éléments alphas tendent à ségréger dans la ferrite. Ainsi, le rapport entre la teneur de la ferrite et la teneur de l'austénite en l'élément considéré, appelé coefficient de partition peut aller de 1.1 à 1.2 pour le chrome et le silicium, et de 1.3 à 1.8 pour le molybdène [9].

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases  $\alpha$  et  $\gamma$  s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des phases. On constate une réduction des coefficients de partage entre phases après hypertrempe à température plus élevée. La ferrite en particulier, en fraction volumique supérieure après traitement à 1200°C, contient proportionnellement moins de molybdène et de chrome tandis que probablement simultanément l'austénite s'enrichit en azote [4].

### I-2-1-1-Influence de la teneur en ferrite sur la déformation à haute température :

La ferrite a une moins bonne tenue au fluage que l'austénite, la figure ci-dessous met en évidence l'effet de la ferrite sur la déformation à haute température.

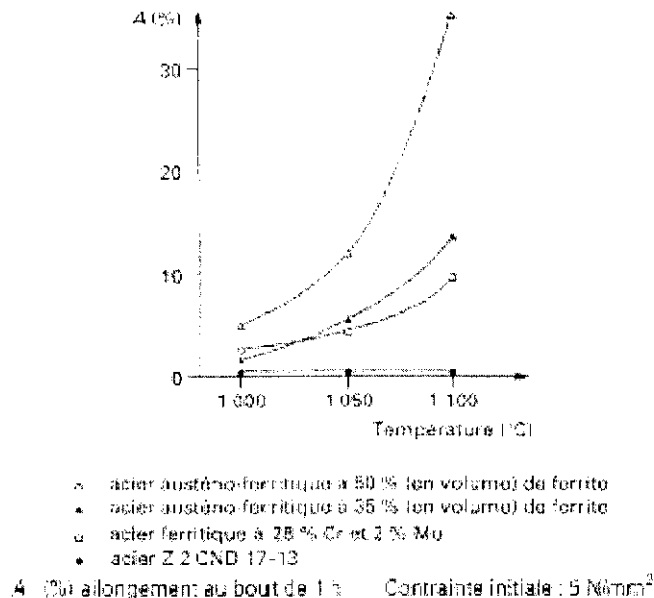


Fig 9 Influence de la teneur en ferrite sur la déformation à haute température [8].

La mauvaise tenue au fluage peut conduire à des déformations du métal sous sa propre masse [8].

### I-2-2-Précipitation de carbures et de nitrures :

Pour les nuances contenant peu d'azote, des précipités de type  $M_7C_3$  sont observés après maintien de 10 minutes entre 950 et 1050°C.

A plus basse température, principalement entre 700 et 900°C un deuxième type de précipités est observé, ce sont des carbures de formule  $M_{23}C_6$  qui précipitent pour des temps de nucléation relativement courts ( $\leq 1$  h). Pour des maintiens plus longs, ils apparaissent également à plus basse température.



Dans les alliages austéno-ferritiques, la précipitation des carbures de chrome sur les joints de grains est généralement discontinue et s'accompagne d'un déplacement des joints de grains par formation de phase austénitique dans les zones déchromées.

Pour les nuances avec additions maîtrisées d'azote, une précipitation de nitrures de chrome ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ) et ( $\text{CrN}$ ) transgranulaires et intergranulaires peut survenir. Les précipités ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ) ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers  $900^\circ\text{C}$  voisine de celle des carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , ce qui rend la simultanéité de leur formation possible [4].

Les précipités apparaissent d'abord sur les joints  $\alpha/\gamma$  et  $\alpha/\alpha$ .

### I-2-2-1-Mécanisme de précipitation des carbures de chrome :

Après traitement d'hypertrempe, le carbone est maintenu en sursaturation. Par chauffage ultérieur à plus basse température, il précipite sous forme de carbures de chrome très riches en chrome. Le chrome nécessaire à la formation de ces carbures est donc appelé à diffuser de l'intérieur des grains vers les joints de grains. D'où la diminution de la teneur en chrome à proximité des carbures formés, c'est-à-dire des joints de grains.

### Conséquence :

Si cette déchromatisation locale entraîne des **teneurs en chrome inférieures à 11%**, la couche passive n'y est plus stable et **le métal se corrode le long des joints de grains** [4].

Un certain temps d'incubation est nécessaire pour que la déchromatisation soit suffisante. Cette durée est d'autant plus courte que la teneur en carbone est élevée.

### Comment y remédier ?

Pour éviter ce phénomène de corrosion intergranulaire, il faut agir sur la teneur en carbone qui doit être basse (aciers à bas carbone,  $\%C \leq 0.03$ ) ou bien, en stabilisant ce dernier par des additions suffisantes de titane et/ou de niobium qui forment des carbures plus stables que les  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  (Les teneurs en Ti et en Nb doivent être respectivement supérieures à 5 et à 10 fois la concentration en carbone).

Les aciers austénoferritiques constitués d'un agrégat de grains ferritiques et de grains austénitiques résistent davantage à la corrosion intergranulaire, les joints de grains où précipitent les carbures de chrome sont préférentiellement des joints  $\alpha/\gamma$ . Il se trouve que, d'une part, la teneur en chrome est plus élevée dans les grains ferritiques (23 à 28%) et que d'autre part, la vitesse de diffusion de ce chrome y est beaucoup plus grande.

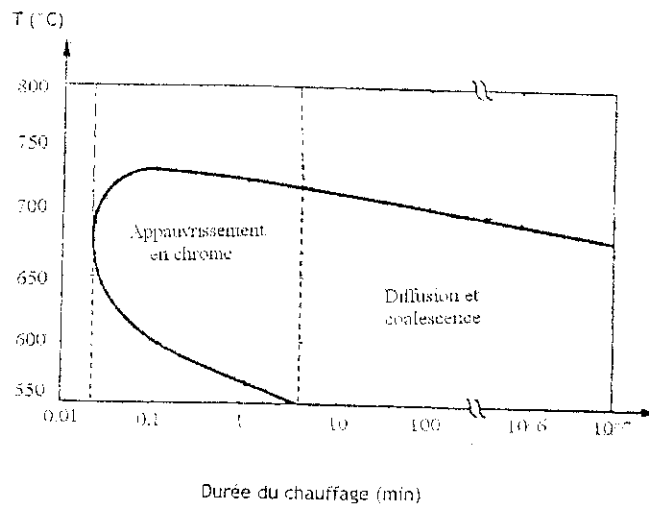


Fig.10 Durées de sensibilisation des aciers inoxydables ferritiques [2].

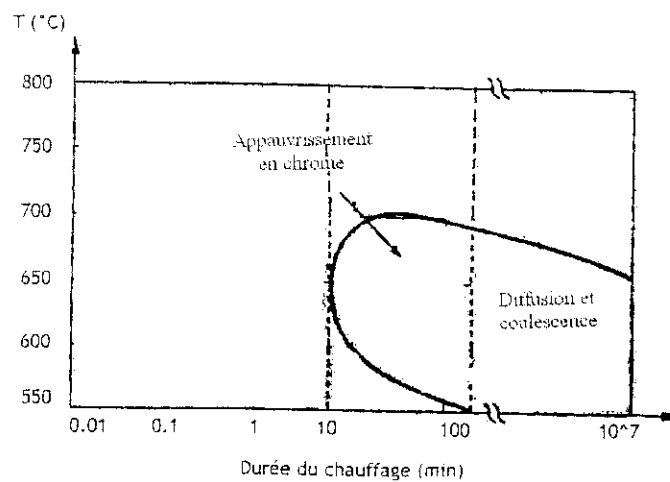


Fig.11 Durées de sensibilisation des aciers inoxydables austénitiques [2].

L'évolution de la teneur en chrome au niveau des joints de grains est schématisée ci-dessous.

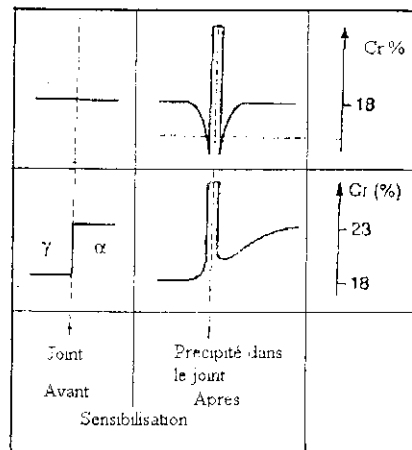


Fig.12 Déchromatisation du joint de grains. Comparaison entre acier austénitique et austéno-ferritique [2].

Par conséquent, le chrome provient presque exclusivement des grains ferritiques ; mais sa teneur y étant plus élevée au départ, la déchromatisation ne tombe pas en dessous de 11%.

Les nuances austéno-ferritiques ayant un taux de ferrite supérieur à 30% sont insensibles à la corrosion intergranulaire.

### 1-2-3-Formation de composés intermétalliques :

Différents composés intermétalliques sont susceptibles d'apparaître dans la ferrite entre 600 et 1000°C, ils dépendent de la composition chimique de l'alliage ainsi que du traitement thermique appliqué. Ils sont classés dans le tableau suivant :

Phases	Structure	Composition chimique
Sigma $\sigma$	Tétraгонаle	FeCr
Laves	Hexagonale	Fe <sub>2</sub> Mo
Chi $\chi$	Cubique centrée	Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub>
R	Hexagonale	Fe-Cr-Mo

Tableau 6 Classification des phases intermétalliques.

La formation de la phase sigma, avec ou sans formation intermédiaire de phase chi mérite le plus d'attention par la rapidité de son apparition pour les nuances contenant des additions de chrome supérieures à 22% et de molybdène supérieurs à 2.5%. Une légère transformation de ferrite en phase intermétallique de type sigma provoque une perte dramatique de résilience à l'ambiante.

La présence de précipités intergranulaires tels que carbures ou inclusions accélère la vitesse d'apparition de la phase sigma en agissant comme sites de nucléation [4].

La vitesse d'apparition de la phase sigma est tributaire du traitement thermique. Elle apparaît ainsi plus rapidement pour les structures trempées à partir de 1050°C que pour celles trempées de 1150 à 1200°C. Cela est dû à l'enrichissement de la phase ferritique en éléments alphas (Cr-Mo) lors de recuits à plus basse température.

La précipitation de la phase  $\chi$  au début du maintien est vraisemblablement due à la faible énergie interfaciale  $\chi/\delta$ , elle est extrêmement cohérente à cause de l'orientation cubique-cubique. Toutefois, la phase  $\chi$  préformée au stade primaire sera redissoute dans la phase  $\sigma$  lors du maintien au chauffage au-dessus de 750°C. Les phases intermétalliques  $\chi$  et  $\sigma$  sont riches en éléments alphas (Cr, Mo), cependant la phase  $\chi$  est plus riches en molybdène.

Sur le plan industriel il est important de noter que la vitesse de germination d'un composé est faible au voisinage de son palier de décomposition tandis que sa vitesse de croissance est grande. A plus basse température une inversion de ces deux tendances est observée. Il est ainsi difficile d'éviter une sigmatisation de la structure biphasée au réchauffage sur produits industriels (lingots, pièces moulées, tôles fortes,...). Il faut en conséquence retenir une température de remise en solution suffisamment élevée. Par ailleurs, au refroidissement la lenteur de germination à haute température et de croissance à basse température permettent d'éviter, même par refroidissement à l'air pour certaines pièces moulées ou tôles fortes, une sigmatisation partielle des produits.

Les phases de laves et les phases R apparaissent dans le cas de maintiens de longue durée (> 100 H) [4].

**I-2-4-Evolution de la teneur et de la morphologie de la phase austénitique :**

Un refroidissement lent permet d'accroître la fraction volumique de phase austénitique (austénite  $\gamma_1$ )

Un refroidissement brutal à partir d'une température voisine de 1100°C, conduit lors de maintiens ultérieurs à 700/900°C, à la formation d'une fine précipitation d'austénite intergranulaire dans les grains ferritiques (austénite  $\gamma_2$ ).

La formation de carbures, nitrures et/ou phases intermétallique, peuvent en raison de l'appauvrissement local en chrome et molybdène, s'accompagner de la formation d'austénite ( $\gamma_3$ ).

**I-2-5-Fragilisation par précipitation de la phase  $\alpha'$  :**

Les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter un phénomène de fragilisation à température inférieure à 600°C. Plus la teneur en chrome sera élevée et plus le risque dit de fragilisation à 475°C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté accompagnée d'une diminution de la ténacité lors de maintiens de longues durées. Il s'agit d'un phénomène de durcissement secondaire dû à la formation de fins précipités  $\alpha'$  dans la matrice ferritique  $\alpha$  qui sera le siège de formations alternées de plages très enrichies ou appauvries en chrome. La teneur locale en chrome peut atteindre 80%. Les éléments qui favorisent la fragilisation à 475°C sont le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium et l'aluminium, le carbone et l'azote sont sans effet [3].

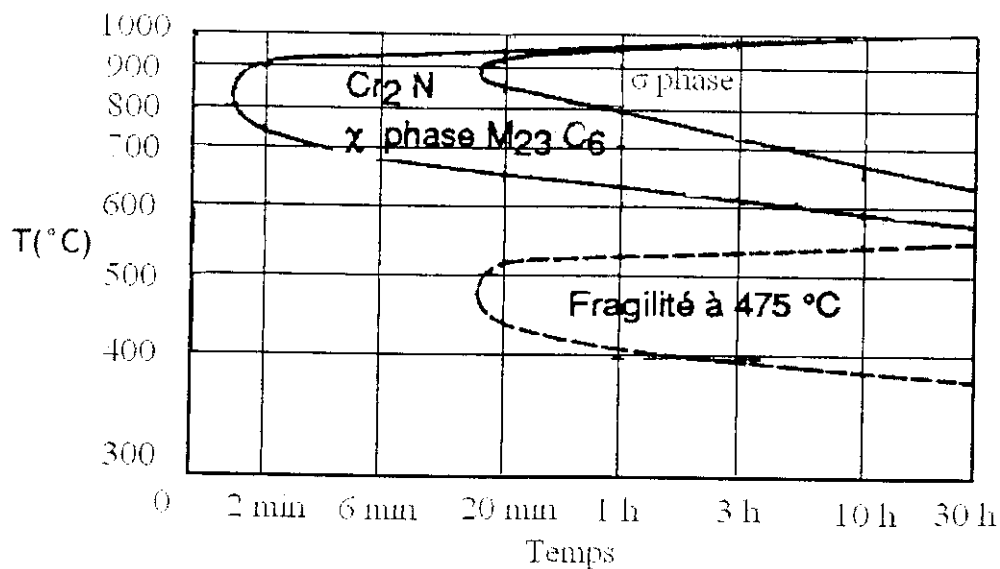
**I-2-6-Diagramme temps-température de précipitation de l'acier Z2CND22.05Az :**

Fig.13 Diagramme temps-température de précipitation de l'acier Z2CND22.05Az [10].

**I-3-Traitements thermiques des aciers inoxydables austénoferritiques :**

Le traitement thermique des aciers austénoferritiques a pour but non seulement de mettre en solution les précipitations mais aussi d'établir la répartition des quantités de phases structurales. Par recuit la structure se recristallise et peut éventuellement redissoudre les précipitations existantes.

Les traitements thermiques des nuances austénoferritiques est une hypertrempe dont le but est d'obtenir, à la température ambiante, une structure composée de 50% de ferrite et 50% d'austénite, sans phases intermétalliques et/ou précipités.

La ferrite des aciers austénoferritiques étant sensible au phénomène de fragilisation à 475°C et à la formation de phase  $\sigma$  entre 700 et 950°C en l'absence de molybdène et jusqu'à 1050°C en sa présence, il faut donc passer rapidement sur ces températures au cours du refroidissement. Pour cela, on emploiera une trempe à l'eau (surtout pour les pièces massives et les fortes épaisseurs). La température d'hypertrempe sera de l'ordre de 1050°C pour les nuances sans molybdène et de 1100°C pour les nuances avec molybdène. L'ajustement final

de la température d’hypertrempe se fera en fonction de l’équilibre ferrite/austénite visé [8,11,12]. Toutefois, il est recommandé d’atteindre les proportions ferrite/austénite en agissant sur la composition chimique, il est préférable de limiter la température d’hypertrempe, et donc de choisir celle imposée par la nécessité de dissolution complète des phases intermétallique.

**I-3-1-Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques de l’acier**

**Z2CN22.5Az :**

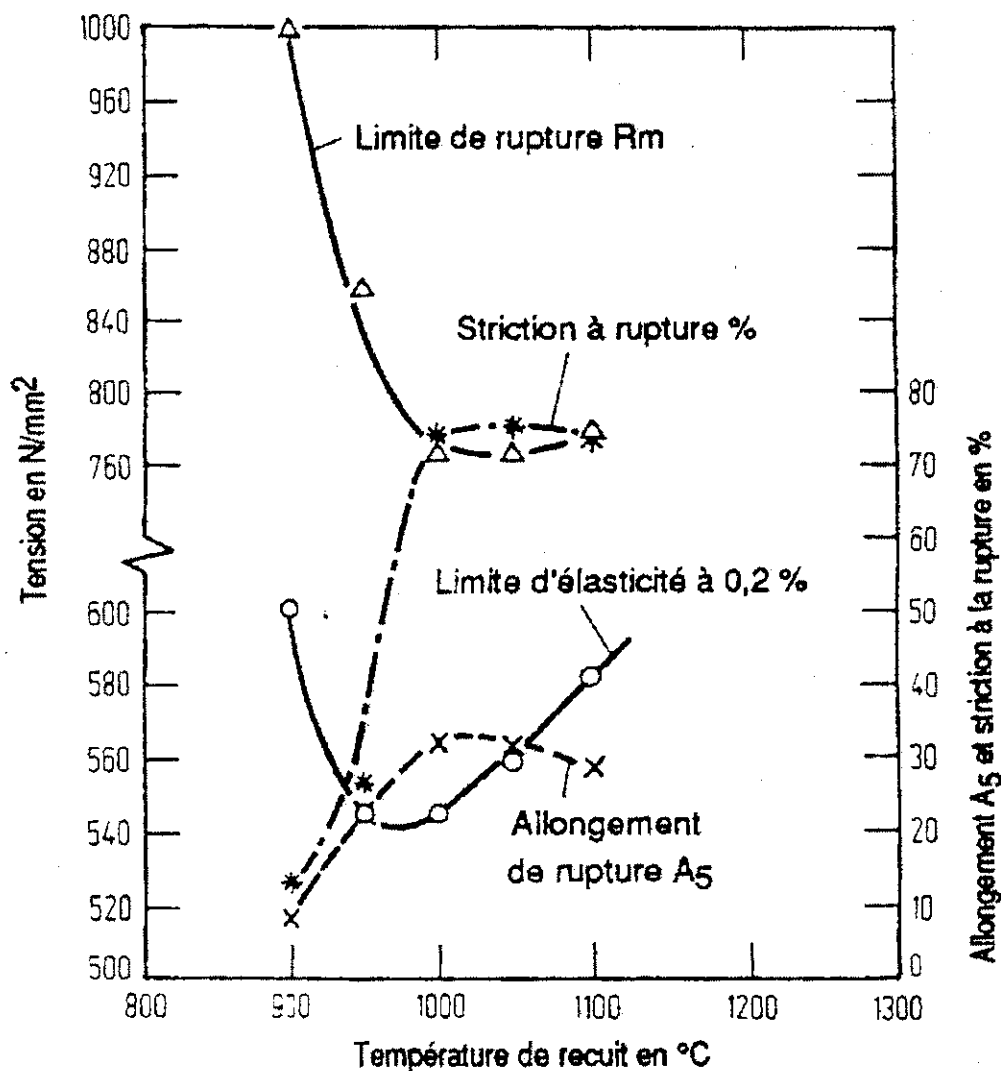


Fig.14 Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques de l’acier Z2CN22.5Az.

# **CHAPITRE II**

## **Techniques Expérimentales**



## **II- Techniques expérimentales :**

### **II-1-Introduction :**

Dans ce second chapitre, nous présenterons le matériau destiné aux différentes études, ainsi que le détail des méthodes expérimentales utilisées, nous parlerons des traitements thermiques appliqués aux matériaux avant d'aborder les différentes techniques de caractérisation.

### **II-2-Présentation des matériaux étudiés :**

Les aciers étudiés sont des aciers inoxydables austénoferritiques 2205, contenant 22% de Cr, 5% de Ni avec addition de 3% de molybdène provenant de produits tubulaires obtenus après avoir été laminés, roulés puis soudés, les échantillons seront prélevés après traitements thermiques.

### **II-3-Traitements thermiques :**

Deux types de traitements thermiques ont été effectués sur le même type d'acier :

- Le premier a été effectué à la température de 1100°C, cette température étant atteinte mais avec une incertitude de 1 à 3°C, le produit est enfourné mais il faudra attendre de nouveau la stabilisation de la température à 1100°C avant de commencer à chronométrer, après une heure de maintien, le tube est directement refroidi dans de l'eau.
- Le second traitement thermique est identique au premier mais à une température supérieure de 1200°C.

### **Découpage des tubes :**

Chacun des deux tubes est découpé en cinq rondelles qui subiront un deuxième traitement thermique, le découpage est fait à l'aide d'une tronçonneuse.

#### **II-4-Traitements de revenu :**

Les rondelles ainsi obtenues sont revenues à une température de 750°C mais à différents temps de maintiens à l'intérieur du four.

Pour les échantillons traités à 1100°C, les temps de maintiens à l'intérieur du four sont les suivants : 15 mn, 1 heure, 2 h, 4h30 mn. Puis refroidis rapidement à l'eau.

Pour ceux traités à 1200°C les temps de maintiens sont les mêmes sauf celui de 2h qui sera maintenu pendant 2h8mn. On gardera 2 échantillons non traités à 750°C comme témoins.

#### **II-5-Characterisation de la microstructure :**

Les échantillons utilisés pour la microscopie optique sont découpés à partir des rondelles, de taille inférieure à : 20×15×5 mm<sup>3</sup>. Puis on effectue l'enrobage de ces derniers pour faciliter les opérations ultérieures.

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

Le processus de polissage mécanique s'effectue sous arrosage, les échantillons passent successivement sur différents papiers abrasifs (en rotation) de granulométries décroissantes (P 80, 240, 400, 600, 800, 1000, 1200 SiC). Une pression modérée est appliquée sur l'échantillon, le passage à une autre granulométrie se fait après l'obtention d'une surface complètement plane, avec des stries parallèles. Ce processus est achevé par un polissage de finition sur papier feutre avec de l'alumine. Un nettoyage par eau courante puis dans un bain d'ultrasons afin de diminuer les particules solides retenues par l'acier ainsi qu'un séchage dans de l'éthanol précèdent l'attaque chimique.

Dans le cas de notre étude, trois réactifs seront nécessaires pour l'attaque chimique, le premier utilisé est vilella et quand ce dernier n'est pas assez fort pour distinguer les phases nous utiliserons de l'eau régale, le second réactif utilisé est glyceregia. Le tableau ci-dessous renseigne sur la composition ainsi que le rôle des réactifs :

Réactif	Composition	Rôle
<b>Vilella</b>	1 g d'acide picrique 5 ml HCl 100 ml d'éthanol	Utilisé dans les aciers inoxydables, attaque les phases structurales, la phase $\sigma$ et les carbures.
<b>Glyceregia</b>	10 ml HNO <sub>3</sub> 25 à 50 ml HCl 30 ml glycérol	Phase sigma et carbures.

L'observation des échantillons a été réalisée à l'aide d'un microscope optique de marque (ZEISS), les photos ont été prises pour différents grossissement X100, X200, X500, X1000 dans le but de voir le maximum de détails.

### **II-6-Analyse de phases par diffraction de rayons X : [13]**

L'analyse par diffraction de rayons X sera effectuée pour les échantillons traités à 1100°C, 1200°C aux temps de maintiens : 1h, 2h, 4h30mn afin d'identifier les phases présentes ainsi que leurs proportions. Nous procéderons à l'indexation des différents piques à partir des distances interréticulaires.

Nous effectuerons une digitalisation des différents diffractogrammes pour une meilleure exploitation des résultats avec Excel car certains piques sont dissimulés, les valeurs numériques après digitalisation faciliteront leur recherche.

**Principe de la méthode :**

L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires  $\{h,k,l\}$ . Les distances inter réticulaires sont de l'ordre de

0.15 Å- 15 Å et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X.

Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou **loi de Bragg** est réalisée :

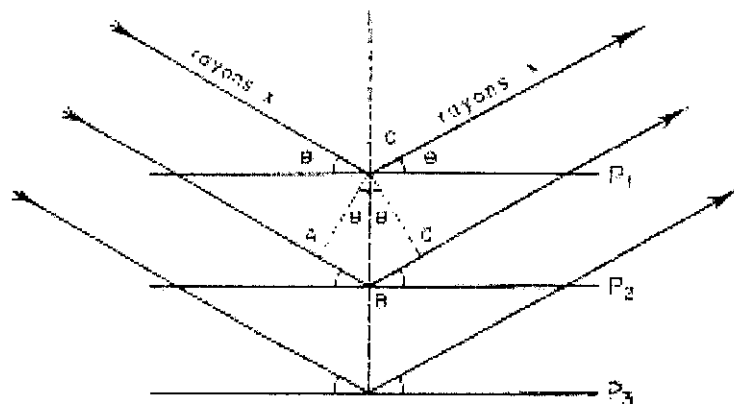
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

**n** : Ordre de diffraction.

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

**d** : Distance de deux plans réticulaires.

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



— Schéma de diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires.  
P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub>, etc., sont les plans de cette famille ;  $\theta$  est l'angle de Bragg.

Fig.15 Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires.

P1, P2, P3, sont les plans de cette famille ;  $\theta$  est l'angle de Bragg.

La différence de marche entre deux plans consécutifs est ici égale à  $AB+BC$ .

$$\text{Or: } AB+BC = 2 OB \sin \theta.$$

Comme  $OB$  est la distance inter réticulaire  $d$  et que  $AB+BC$  doit être égale à un nombre entier de longueur d'onde  $\lambda$ , en posant  $n$  = nombre entier, on retrouve la formule de Bragg :

$$n \lambda = 2d \sin \theta.$$

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. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est dévié est égal à l'angle d'incidence  $\theta$ . et est caractéristique de la distance interplanaire ou interréticulaire  $d$ . Si l'on connaît la longueur d'onde  $\lambda$  du faisceau de rayons X, on peut mesurer à partir de l'angle  $\theta$  l'équidistance  $d$  et ainsi identifier la nature du cristal.

L'acquisition est effectuée par une unité de contrôle et le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials), faisant correspondre les distances interréticulaires  $d$  aux angles  $2\theta$  enregistrés.

### II-7-Mesures de dureté et de micro dureté :

Les mesures de dureté ont été effectuées à l'aide d'un appareil de type INSTRON WOLPERT sous une charge de 10 Kg. La valeur de la dureté sera la moyenne de cinq

mesures prises à différents points de l'échantillon. Ces mesures permettront de voir l'évolution de la dureté globale (phases, précipités, composés intermétalliques confondus) en fonction du temps de maintien à l'intérieur du four (pendant le revenu).

Pour une plus grande précision, dans des surfaces où il y a possibilité de changement de phases ou de formation de composés intermétalliques, on utilise la micro dureté. Les mesures de micro dureté sont également prises à différents points. Pour les différents échantillons, nous effectuerons cinq mesures de micro dureté des grands grains blancs et des petits grains noirs que nous définirons ultérieurement. Les mesures de micro dureté sont réalisées sur un microduromètre de type BUEHLER sous une charge de 25 gr.

### **Principe :**

On marque une empreinte au moyen d'un diamant de forme pyramidale et la mesure se fait par procédé optique. La pyramide est à base carrée. L'angle au sommet de deux faces diamétralement opposées vaut  $136^\circ$ . La profondeur de l'empreinte est égale au septième de sa diagonale.

La formule de la dureté Vickers

$$HV = F/S = 189,03 \cdot 0,001 \cdot F/d^2$$

F : Force exprimée en Newtons.

D =  $(d_1 + d_2)/2$ ,  $d_1$  et  $d_2$  sont les deux diagonales de l'empreinte.

### **II-8-Evaluation des proportions de phases par analyse d'images :**

La technique d'analyse d'image est utilisée dans le but d'automatiser la détermination des informations à partir des micrographies. Pour pouvoir estimer les proportions des phases ferritiques et austénitiques, il est nécessaire de les séparer. Cette séparation est liée

au contraste crée par la différence de pouvoirs réflecteurs des constituants en microscopie optique. Pour distinguer la ferrite de l'austénite en noir et blanc, nous avons attaqué nos échantillons au vilella pendant de longues durées atteignant parfois 1h et malgré ces longs temps d'attaque, les micrographies de certains échantillons n'ont pu être traités par analyse d'images. Un programme élaboré au MatLab a permis d'estimer les proportions des phases, ces proportions sont obtenues à partir d'une dizaine de micrographie prises aléatoirement.

# **CHAPITRE III**

## **Résultats et Interpretations**



### III- Résultats et interprétation :

#### III-1-Caractérisation de la microstructure (précipitation) :

Les différentes microstructures ainsi que l'évolution de la précipitation, sont illustrées par les figures ci-dessous. Nous verrons en premier lieu les micrographies des échantillons ayant subi un traitement thermique à 1100°C, la majorité des précipités est localisée au niveau des joints de grain, ce sont probablement des carbures et essentiellement des carbures  $M_{23}C_6$  riches en chrome.

##### III-1-1-Traitement thermique à 1100°C :

Toutes les micrographies suivantes ont été révélées grâce à une attaque chimique au vilella.

Le grossissement est de X200.

Nous remarquerons que pour l'échantillon traité à 1100°C sans traitement de revenu, la structure est biphasée ( $\delta+\gamma$ ) et la précipitation est inexistante à ce stade.



Fig.16 Observation au microscope optique de l'acier duplex 2205 traité à 1100°C.

Cet alliage est constitué d'un agrégat de grains ferritiques et de grains austénitiques, nous pouvons les distinguer sur la figure 1, les grains austénitiques en noir et les ferritiques en blanc.

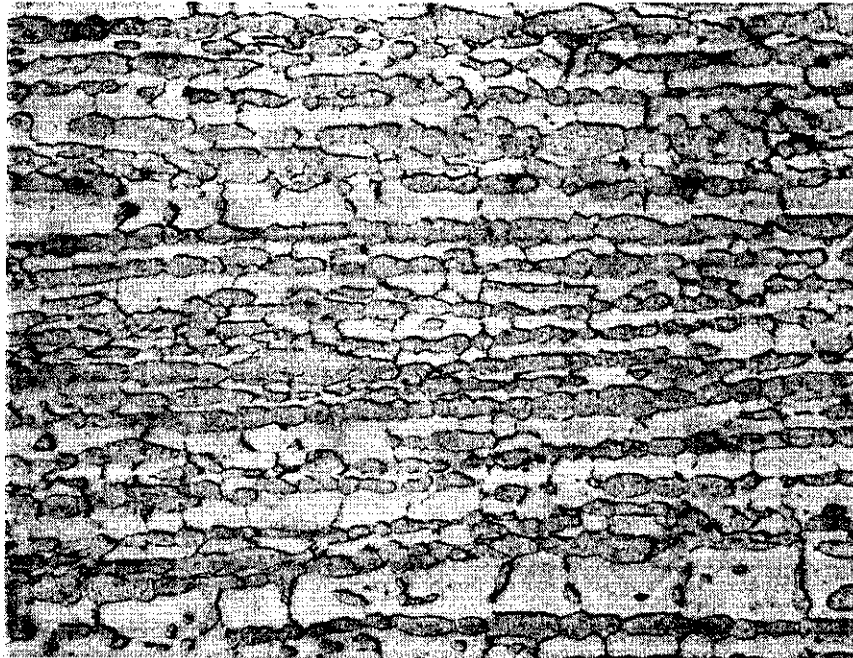


Fig.17 Revenu à la température de 750°C pendant 15 mn.

Après quinze minutes de maintien au four à 750°C, nous remarquons une légère précipitation au niveau des joints de grains et surtout aux limites d'interface  $\delta/\gamma$ , les précipitations aux interfaces  $\delta/\delta$  sont plus modérées.

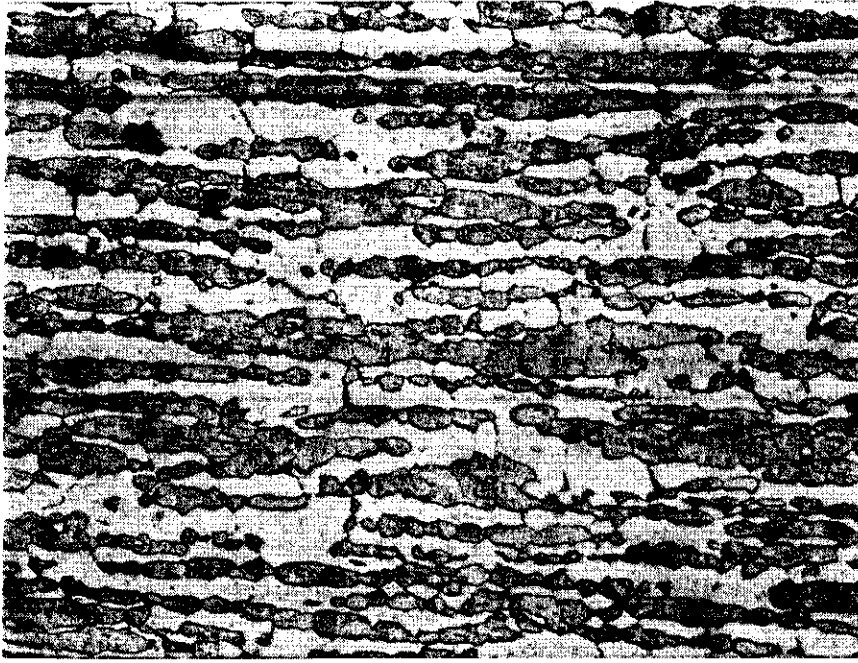


Fig.18 Revenu à 750°C pendant 1 h.

Le maintien pendant une heure dans le four à cette température manifeste une légère augmentation de la précipitation. (Figure 18)

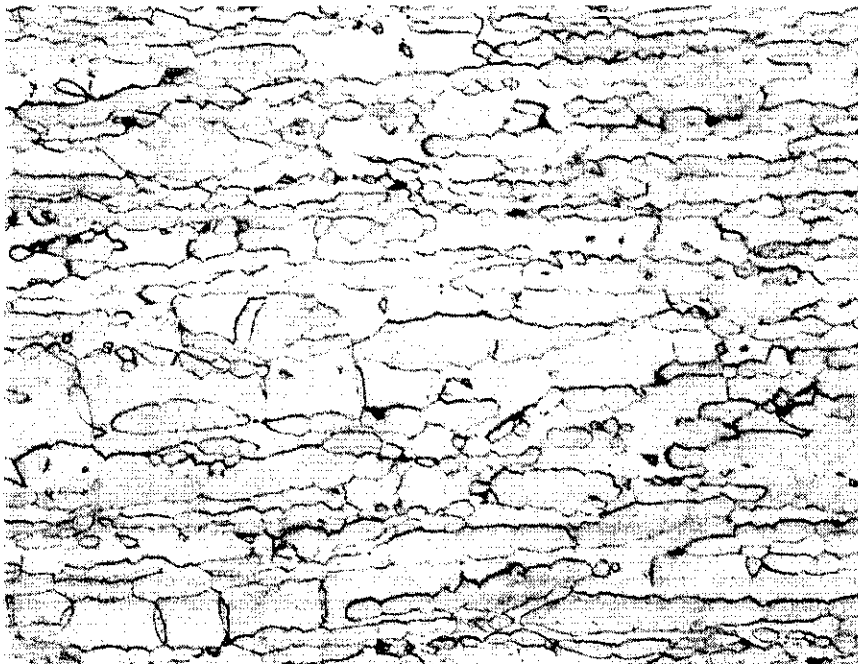


Fig.19 Revenu à 750°C pendant 2 h.

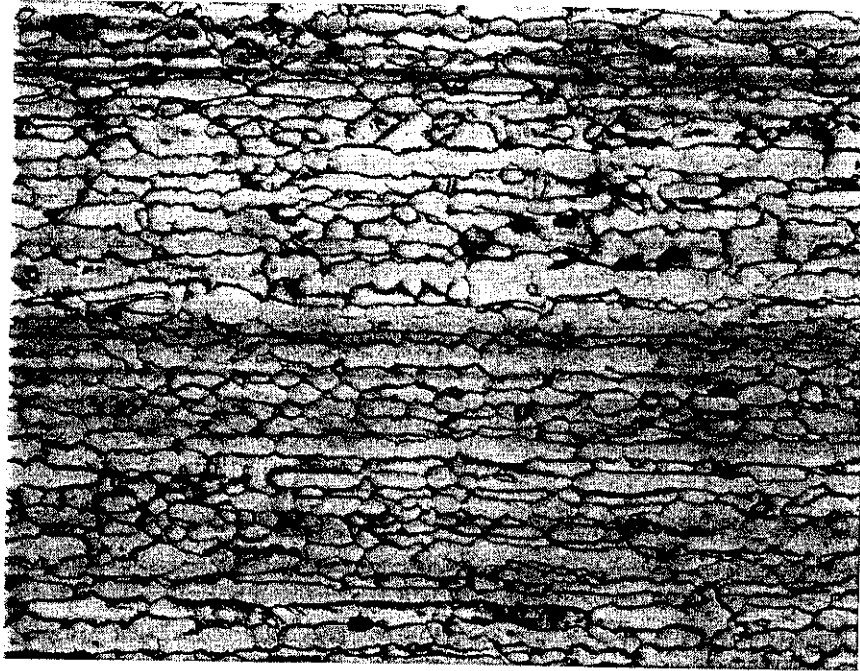


Fig.20 Revenu à 750°C pendant 4 h 30 mn.

Pour un temps de maintien de deux heures, la précipitation au niveau des joints de grains est nettement supérieure comme illustrée dans la figure 19, un second type de précipitation est notamment détectée à l'intérieur des grains ferritiques, probablement de même nature que celui se trouvant au niveau des interfaces.

Pour des temps de maintien encore plus longs (figure 20 à titre d'exemple), la précipitation est très visible.

### III-1-2-Traitement thermique à 1200°C :

Les échantillons traités à la température de 1200°C sont également attaqués par la solution vilella afin de distinguer les précipités de la structure.

Contrairement aux échantillons ayant subi un revenu ultérieur, l'échantillon chauffé à la température de 1200°C pendant une heure est lui aussi exempt de précipitation comme le montre la figure ci-dessous :

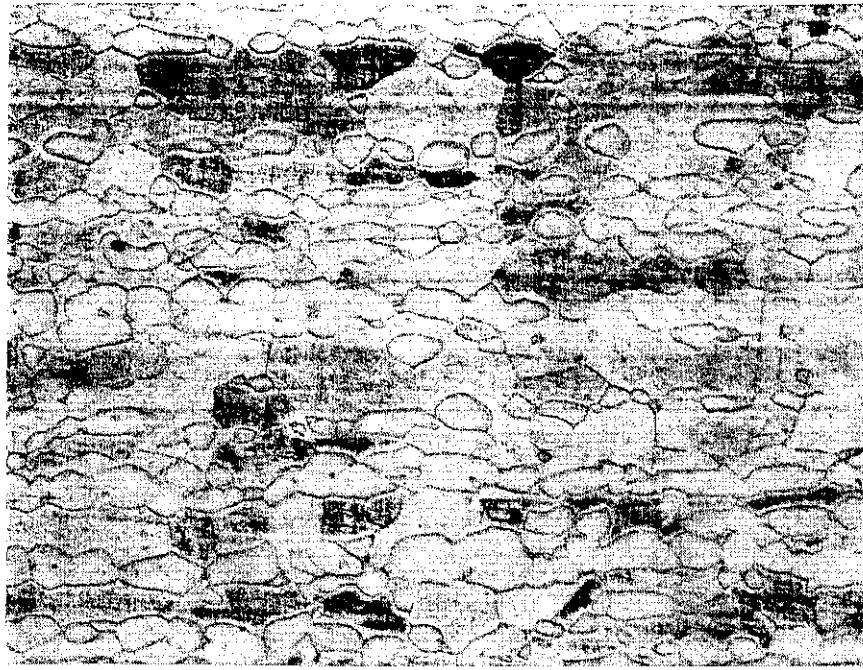


Fig.21 traitement thermique à 1200°C pendant 1 h.

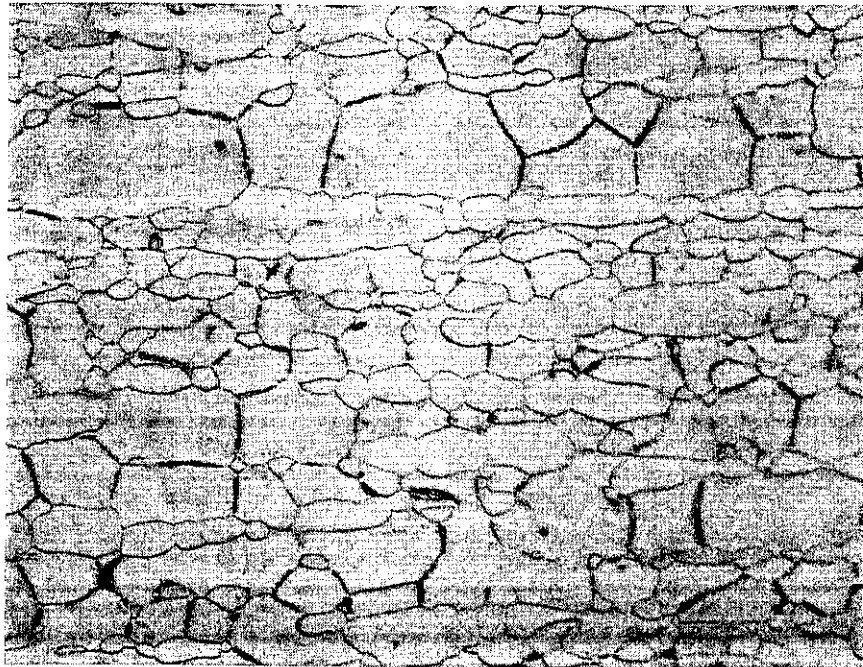


Fig.22 Revenu à 750°C pendant 15 mn.

Sur la figure 22, la précipitation est mise en évidence au niveau des joints de grains, nous ne pourrions dire que cette dernière est plus importante aux interfaces  $\delta/\gamma$  car les deux phases structurales sont confondues. Toutefois, il est important de signaler que pour ce

même temps de maintien de 15 mn. la précipitation est plus importante au sein de l'échantillon traité à 1200°C.

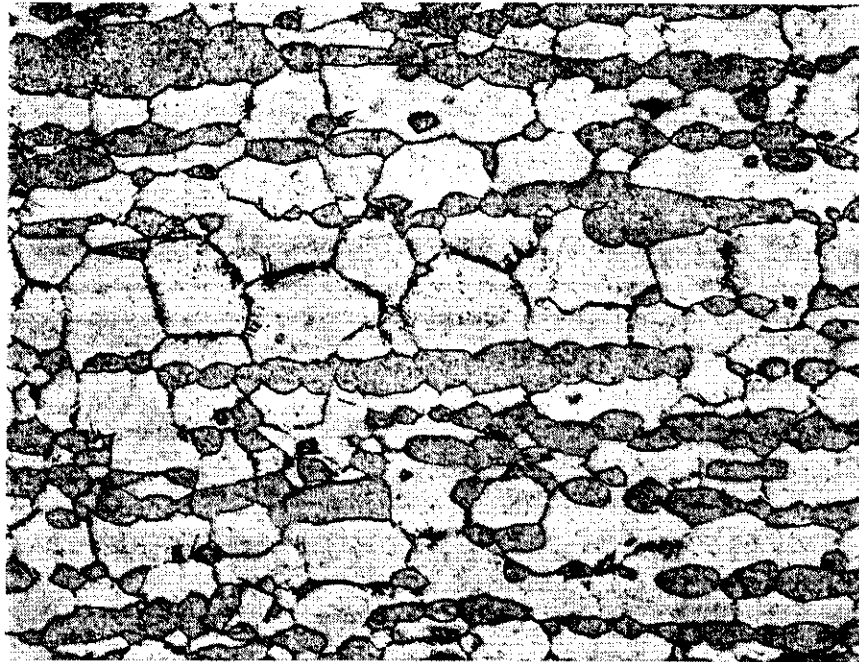


Fig.23 Revenu à 750°C pendant 1 h.

Il y a évolution de la précipitation après une heure de maintien à 750°C, les précipités augmentent et ceux se trouvant aux interfaces  $\delta/\delta$  tendent à ségréger vers l'intérieur du grain ferritique. (Figure 23)

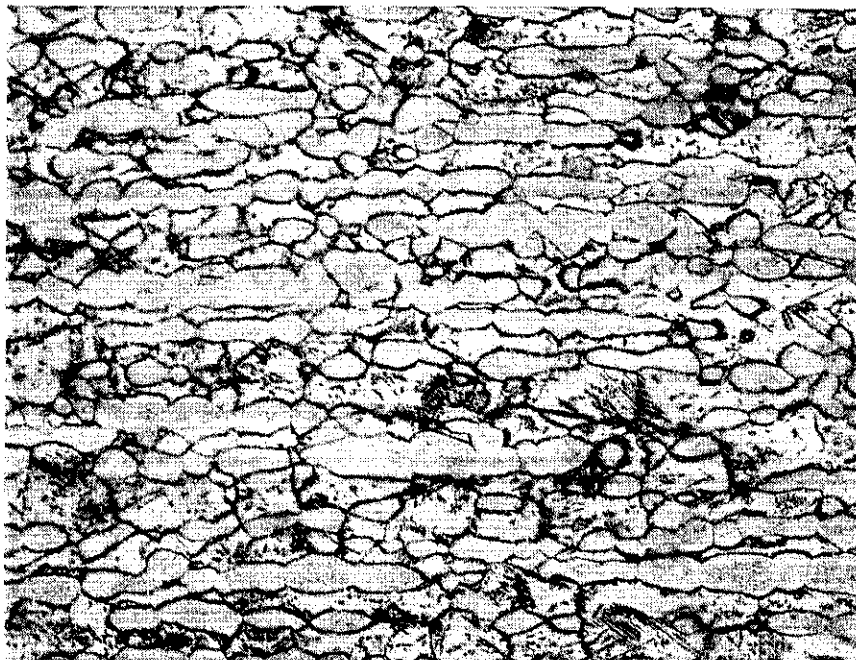


Fig.24 Revenu à 750°C pendant 4 h 30 mn.

Pour cette dernière micrographie, où le temps de maintien au four est plus important, nous remarquerons une augmentation accrue de précipités aux limites d'interfaces  $\delta/\gamma$  et  $\delta/\delta$  ainsi qu'à l'intérieur des grains ferritiques. Cependant, nous devons signaler à titre de comparaison que l'apparition ainsi que l'évolution des précipités à l'intérieur des grains ferritiques sont respectivement précoce et rapide après traitement thermique à la température de 1200°C qu'à celle de 1100°C pour le même temps de maintien au revenu (750°C, 4h 30mn, Figures 20 et 24).

Les traitements thermiques des aciers duplex conduisent à une série de transformations métallurgiques qui prennent place dans la ferrite et aux limites d'interface de ses grains car cette phase possède une plus grande quantité ainsi qu'une haute diffusibilité du chrome que l'austénite .

A cause de la haute mobilité du carbone vers l'interface  $\delta/\gamma$ , les carbures y précipitent en priorité. La nucléation et la croissance des carbures  $M_{23}C_6$  conduisent à la migration de l'interface  $\delta/\gamma$  vers la phase ferritique. Lorsque la décomposition de la ferrite débute, la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  prend place selon la transformation eutectoïde suivante  $\delta \leftrightarrow \gamma_2 + M_{23}C_6$ , ces carbures ont une structure cubique à faces centrées, la relation d'orientation est du type cubique-cubique avec l'austénite secondaire [15,16].

### III-2-Evolution de la phase intermétallique sigma :

Pour pouvoir visualiser la phase intermétallique sigma, nous avons utiliser la solution d'attaque glyceresia, les micrographies suivantes montrent le développement de cette phase au cours du temps. (Après traitement thermique à 1100°C)

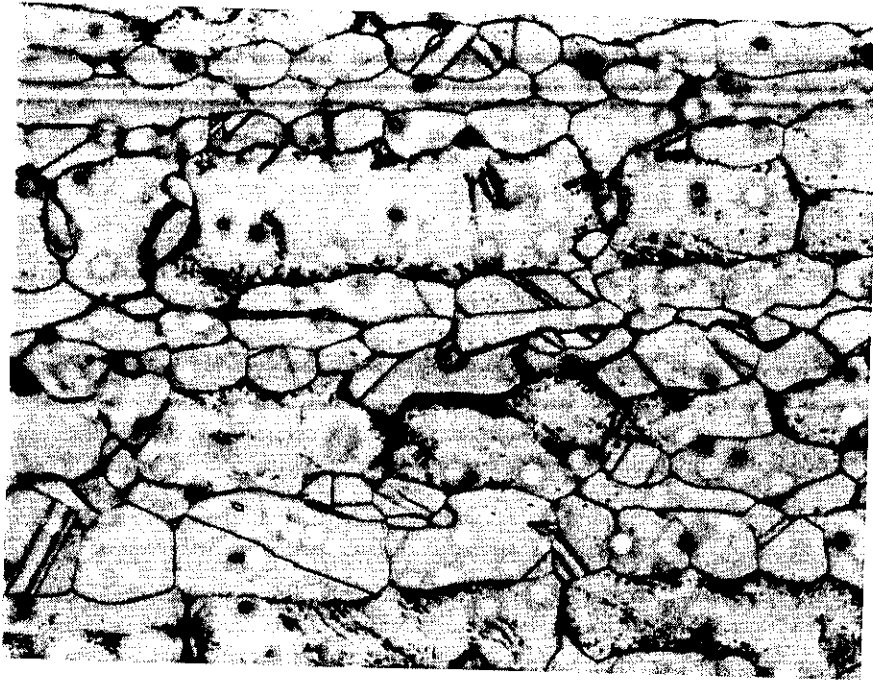


Fig.25 Revenu à 750°C pendant 15 mn. (X1000)

La phase intermétallique sigma apparaît rapidement et la présence de précipités intergranulaires accélère la vitesse de son apparition en agissant comme sites de nucléation, la figure 25 montre la formation d'une nouvelle phase qui est probablement sigma, ce résultat sera confirmé grâce à l'analyse par diffraction de rayon X, elle est présente après 15 mn.

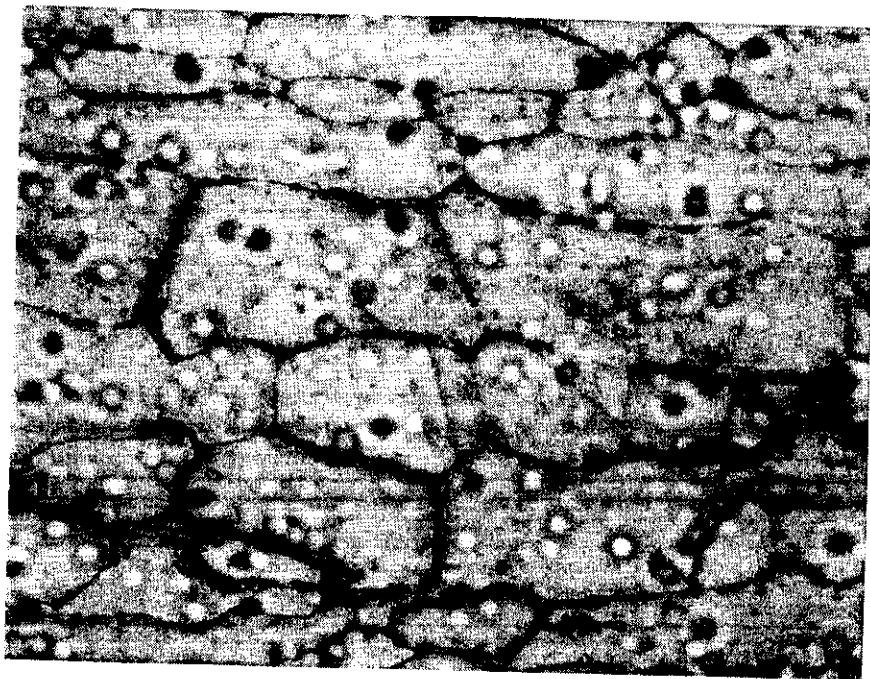


Fig.26 Revenu à 750°C pendant 1h. (X1000)



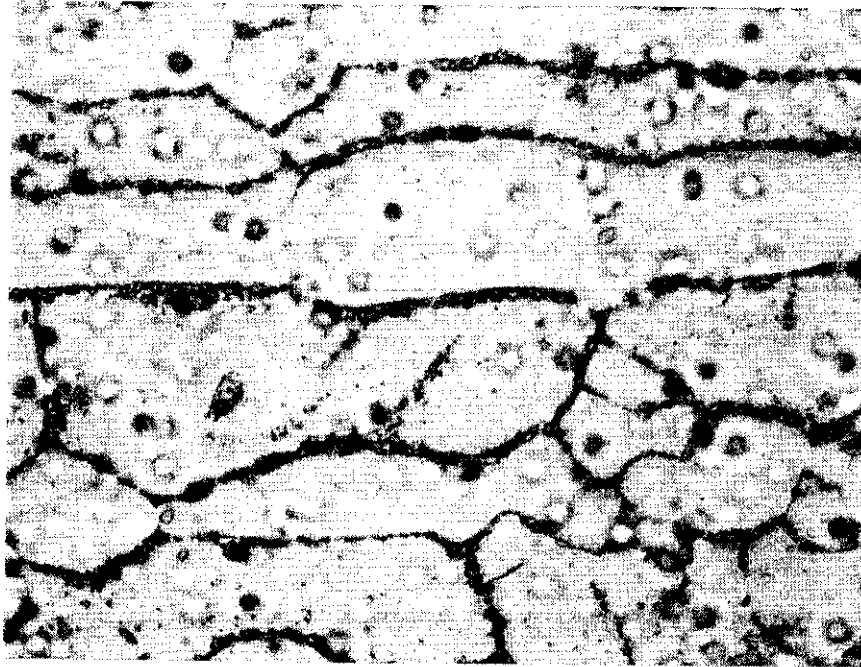


Fig.27 Revenu à 750°C pendant 2h. (X1000)

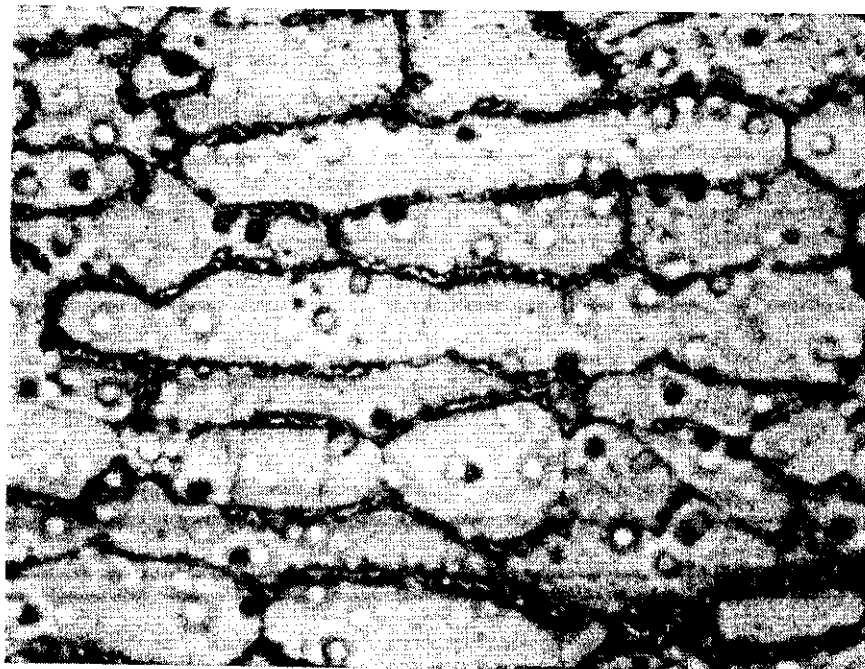


Fig.28 Revenu à 750°C pendant 4h 30mn. (X1000)

Pour les figures 27 et 28, nous remarquerons une croissance de la phase sigma avec le temps.

La fraction volumique de la phase sigma augmente avec le temps de maintien, la croissance de cette phase vers la ferrite le long de l'interface  $\delta/\gamma$  est également expliquée par l'importante diffusibilité des atomes solutés, par conséquent elle se développera dans les gros grains ferritiques après de longs maintiens. Les manières de croissance de la phase sigma peuvent être attribuées à la répartition du chrome et du molybdène de la phase ferritique et la structure compacte de l'austénite.

La formation de la phase sigma peut être aussi associée à la limitation de croissance des carbures  $M_{23}C_6$ , car le duplex 2205 est pauvre en carbone, de ce fait la ferrite métastable à 750°C se transforme en austénite et phase sigma selon la seconde décomposition eutectoïde  $\delta \leftrightarrow \gamma_2 + \sigma$ .

### III-3-Evolution de la phase ferritique et austénitique :

Traitement à 1100°C :

Echantillons	1100°C, 1 h	— 750°C, 15mn	— 750°C, 2h
Taux de ferrite (%)	50,4	49,9	41,7

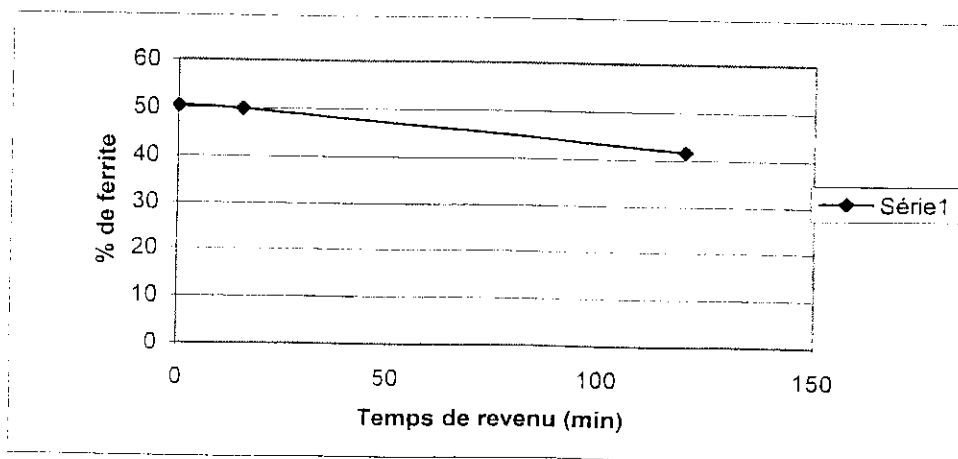


Fig.29 Evolution du taux de ferrite au cours du revenu.

Traitement à 1200°C :

Echantillons	1200°C, 1 h	— 750°C, 4h30
Taux de ferrite (%)	59.1	44.3

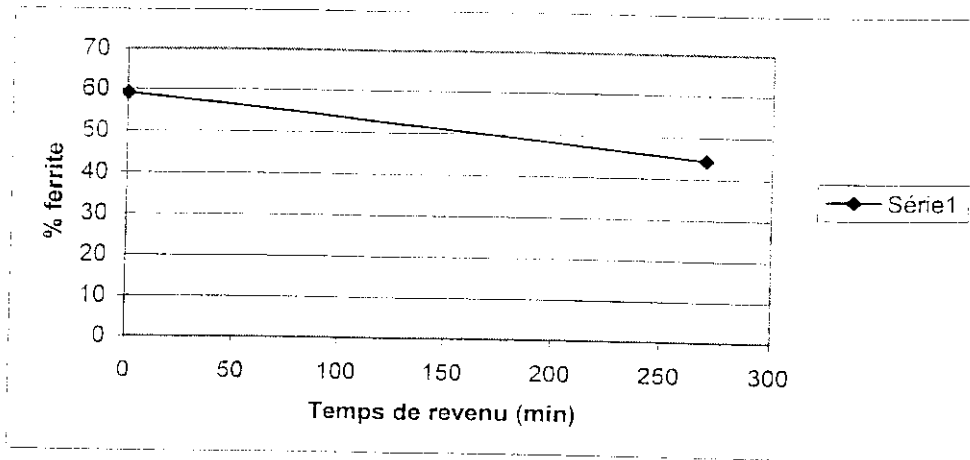
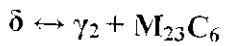
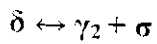


Fig.30 Evolution du taux de ferrite au cours du revenu après traitement thermique à 1200°C.

La croissance de l'austénite secondaire est principalement induite par l'appauvrissement croissant en chrome et en molybdène par formation de carbures et de phase sigma riches en éléments alphas.



Cette nouvelle austénite  $\gamma_2$  a une composition chimique différente de l'austénite primaire [14].

L'appauvrissement en éléments alphas des régions au voisinage des précipités et phases intermétalliques engendre une force motrice de croissance de l'austénite dans les zones ferritiques déchromées, de ce fait les régions appauvries se transformeront en austénite secondaire.

Les valeurs décroissantes du taux de ferrite sont donc justifiées par la croissance de l'austénite.

- Les taux de ferrite avant revenu sont : - 59.1% à 1200°C.  
- 50.4% à 1100°C.

L'augmentation de la température d'hypertrempe est responsable de l'évolution des répartitions des deux phases. Ainsi, le taux de ferrite augmente de presque 10% (Figure 8).

### III-5-Mesures de dureté :

Les valeurs de dureté des échantillons issus des deux différents traitements sont classées dans les deux tableaux ci-dessous.

Traitement à 1100°C :

Echantillons	1100°C, 1 h	- 750°C, 15mn	- 750°C, 1h	- 750°C, 2h	- 750°C, 4h30
Dureté (Hv)	245	239	234.5	236.6	235.8

Traitement à 1200°C :

Echantillons	1200°C, 1 h	- 750°C, 15mn	- 750°C, 1h	- 750°C, 2h	- 750°C, 4h30
Dureté (Hv)	259	244.8	238.4	240.8	240.4

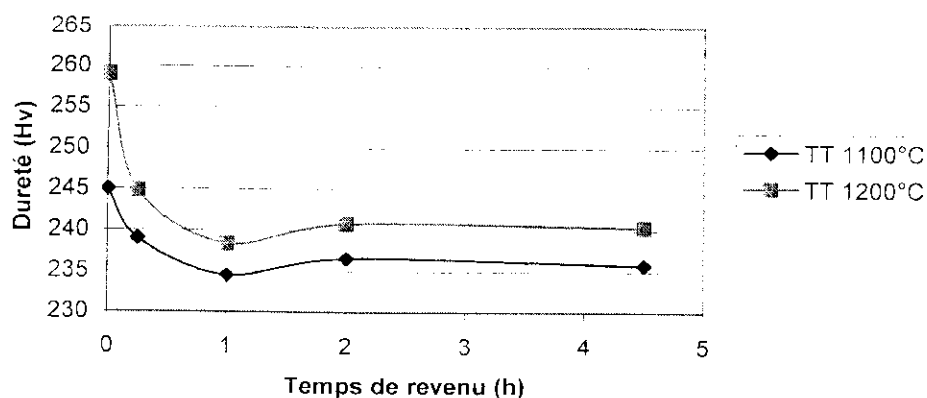


Fig.31 Evolution des duretés en fonction du temps de revenu après les traitements thermiques à 1100°C et 1200°C.

Nous distinguons trois zones sur la figure 14, pour des temps de revenu inférieures à 1h, nous constatons une chute de la dureté qui est relativement importante malgré la précipitation de carbures de chrome et de phase sigma caractérisés par une dureté élevée. Cet adoucissement est dû au grossissement des grains au cours du revenu, ainsi qu'à l'appauvrissement en chrome et en molybdène, la précipitation demeure insuffisante pour qu'il y est un durcissement. De plus, le traitement de revenu à 750°C permet de réduire la densité des dislocations, la structure après traitement thermique à haute température suivi d'une trempe à l'eau est métastable à cause du refroidissement rapide, les transformations propres à l'acier ont été inhibée conduisant à la relaxation pendant le chauffage ultérieur à 750°C. Dans cet intervalle de temps, les phénomènes d'adoucissement dominent le durcissement par précipitation.

Pour des temps compris entre 1-2h, il y a durcissement par précipitation de carbures de chrome et de phase sigma (très riches en chrome) qui est beaucoup plus importante à ce stade de traitement de maintien.

Après deux heures de revenu à 750°C, la dureté se stabilise jusqu'à 4h30mn de maintien. Dans cet intervalle de temps, un équilibre entre l'adoucissement et la précipitation est établie. La précipitation est freinée par la faible quantité de carbone contenue dans l'acier qui limitera la formation des carbures de chrome.

A titre de comparaison, les duretés issues du traitement à 1200°C sont supérieures à celles issues du traitement à une température inférieure de 1100°C, cette différence est due à la plus haute proportion de ferrite après traitement thermique à 1200°C, elle procure une dureté plus élevée à l'acier de par sa dureté plus importante que celle de l'austénite.

### III-4-Mesures de micro dureté :

Traitement à 1100°C :

Echantillons	1100°C, 1 h	— 750°C, 15mn	— 750°C, 1h	— 750°C, 2h	— 750°C, 4h30
Hv ( $\delta$ )	214	186	181	180	180
Hv ( $\gamma$ )	190	184	178	173	165

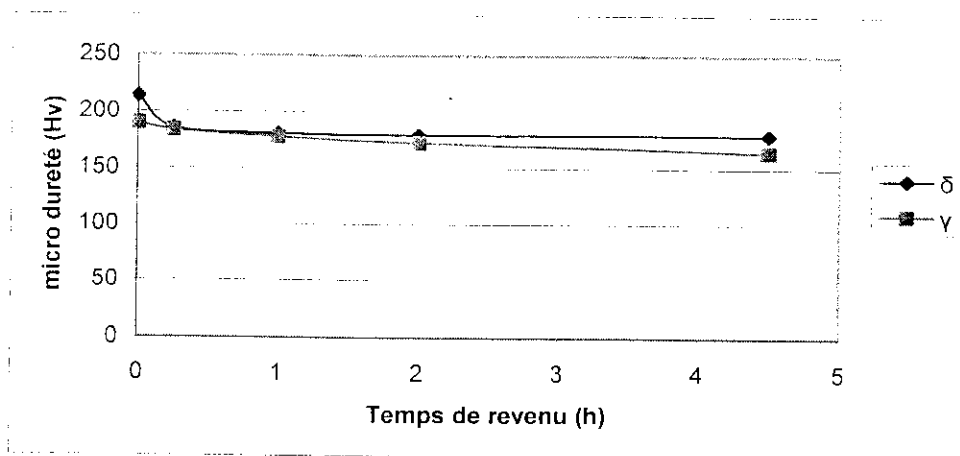


Fig.32 Evolution de la micro dureté des phases  $\delta$  et  $\gamma$  en fonction du temps de revenu après traitement thermique à 1100°C.

La ferrite est continuellement plus dure que l'austénite car elle est plus riche en chrome et en molybdène, de plus, la phase ferritique est le siège de précipitation intra granulaire de la phase sigma et inter granulaire des carbures de chrome.

La diminution des micro duretés des deux phases structurales au cours du revenu est liée à l'appauvrissement croissant en Cr et Mo par formation continue des phases

intermétalliques et les carbures de chrome, ainsi qu'à la diminution de la densité de dislocation au cours du temps.

Traitement à 1200°C :

Echantillons	1200°C, 1 h	– 750°C, 15mn	– 750°C, 1h	– 750°C, 2h	– 750°C, 4h30
Hv ( $\delta$ )	212.35	184.7	184.16	168.23	160
Hv ( $\gamma$ )	203	176.56	162.73	166.76	160

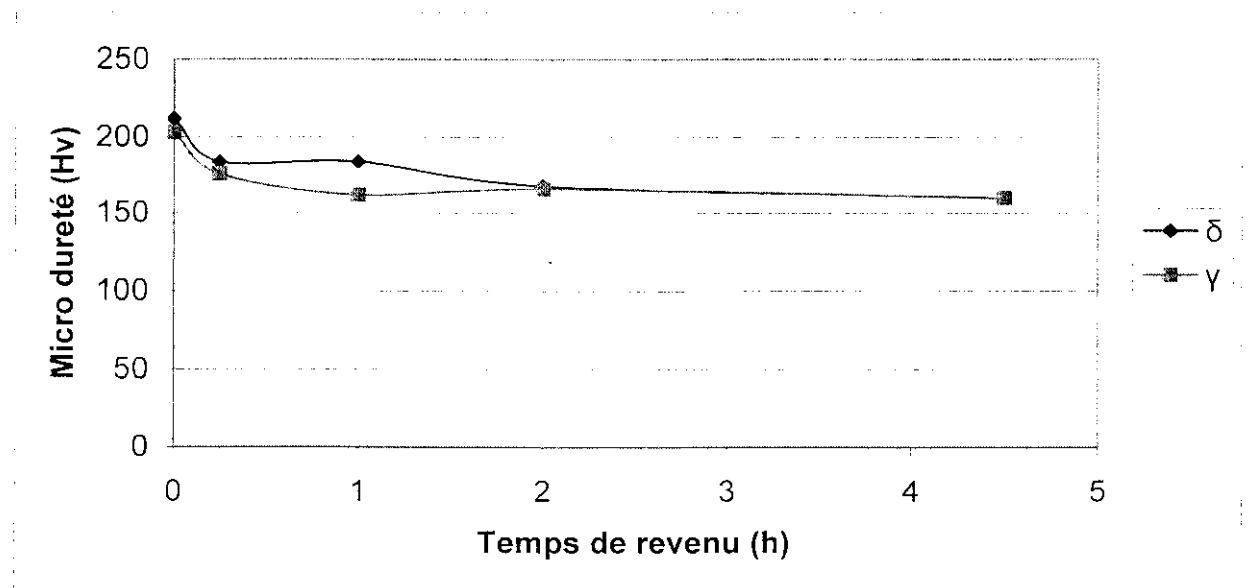


Fig.33 Evolution de la micro dureté des phases  $\delta$  et  $\gamma$  en fonction du temps de revenu après traitement thermique à 1200°C.

**III-5-Diffractogrammes et interprétations :**

L'indexation et l'identification des phases se fait à partir des distances interréticulaires obtenues par diffraction de rayons X, en calculant les rapports quadratiques et en les comparant à ceux du réseau cubique centré et cubique à faces centrées.

Pour le réseau cubique à faces centrées, les indices h, k, l sont de même parité,  
 $d_{hkl} = a / (h^2+k^2+l^2)^{1/2}$ , le rapport quadratique  $Q_i = d_0^2 / d_i^2$  donc  $Q_i = (h_i^2+k_i^2+l_i^2) / (h_0^2+k_0^2+l_0^2)$ .

h	k	l	Q
1	1	1	1
2	0	0	1.33
2	2	0	2.66
3	1	1	3.66
2	2	2	4
4	0	0	5.33

Rapports quadratiques du réseau cfc.

h	k	l	Q
1	1	0	1
2	0	0	2
2	1	1	3
2	2	0	4
3	1	0	5
2	2	2	6

Rapports quadratiques du réseau cc.

Pour les indices h k l du réseau cubique centrée,  $h^2+k^2+l^2$  doit être pair.

Le tableau ci-dessous donne les rapports quadratiques ainsi que les orientations des grains des différentes phases.



$d_{hkl}$	Q	$\gamma$ (cfc)	$\delta$ (cc)	Légende
2.07	1	111		→
2.03	1.03979		110	→
1.80	1.3225	200		→
1.44	2.06640		200	
1.27	2.65664	220		→
1.18	3.07734		211	→
1.09	3.60651	311		→
1.04				→
1.02	4.10954	222		→
0.91	5.17437		310	→

**Diffractogrammes des échantillons revenus après traitement thermique à 1100°C :**

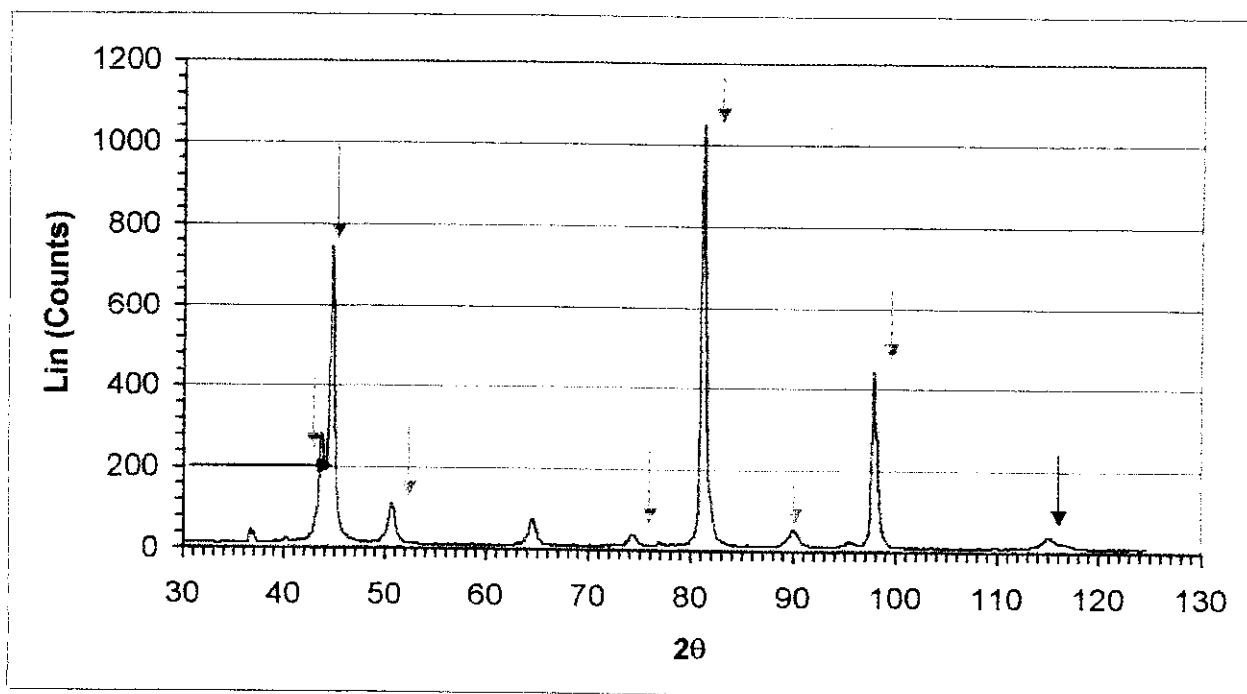


Fig.34 Revenu à 750°C pendant 1h.

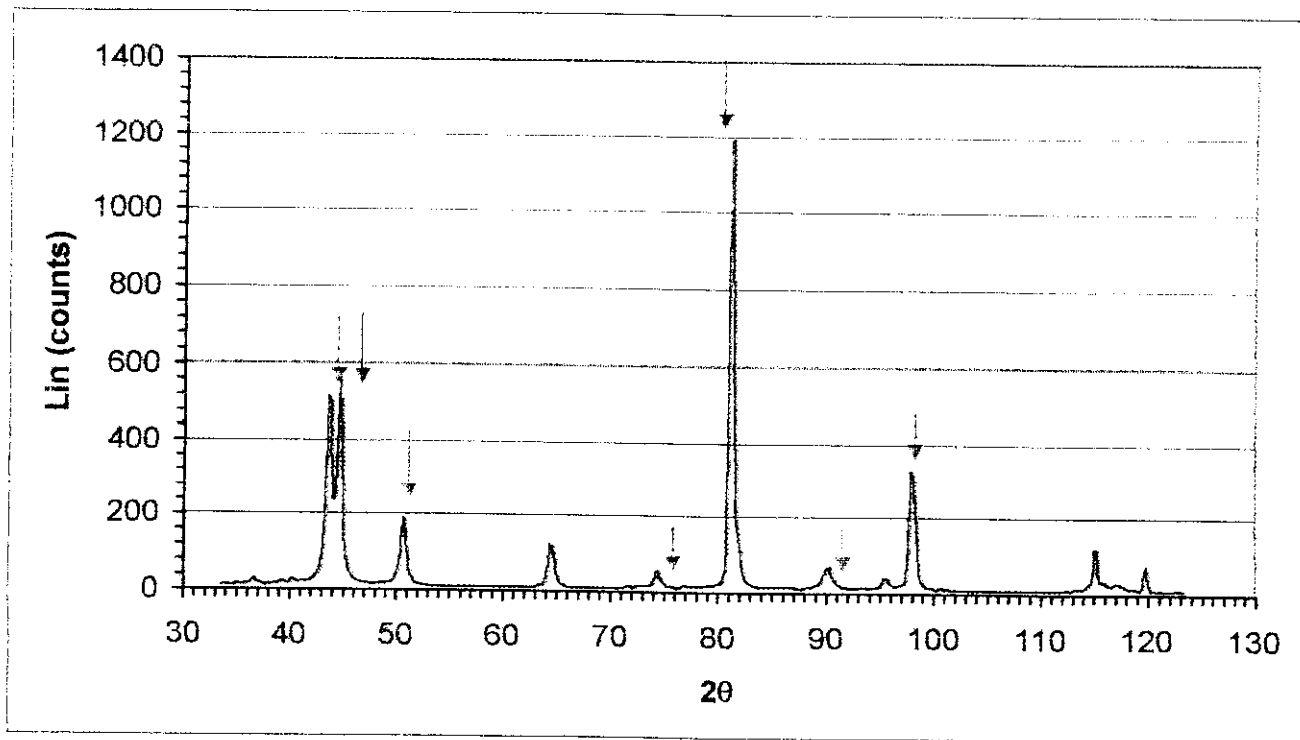


Fig.35 Revenu à 750°C pendant 2h.

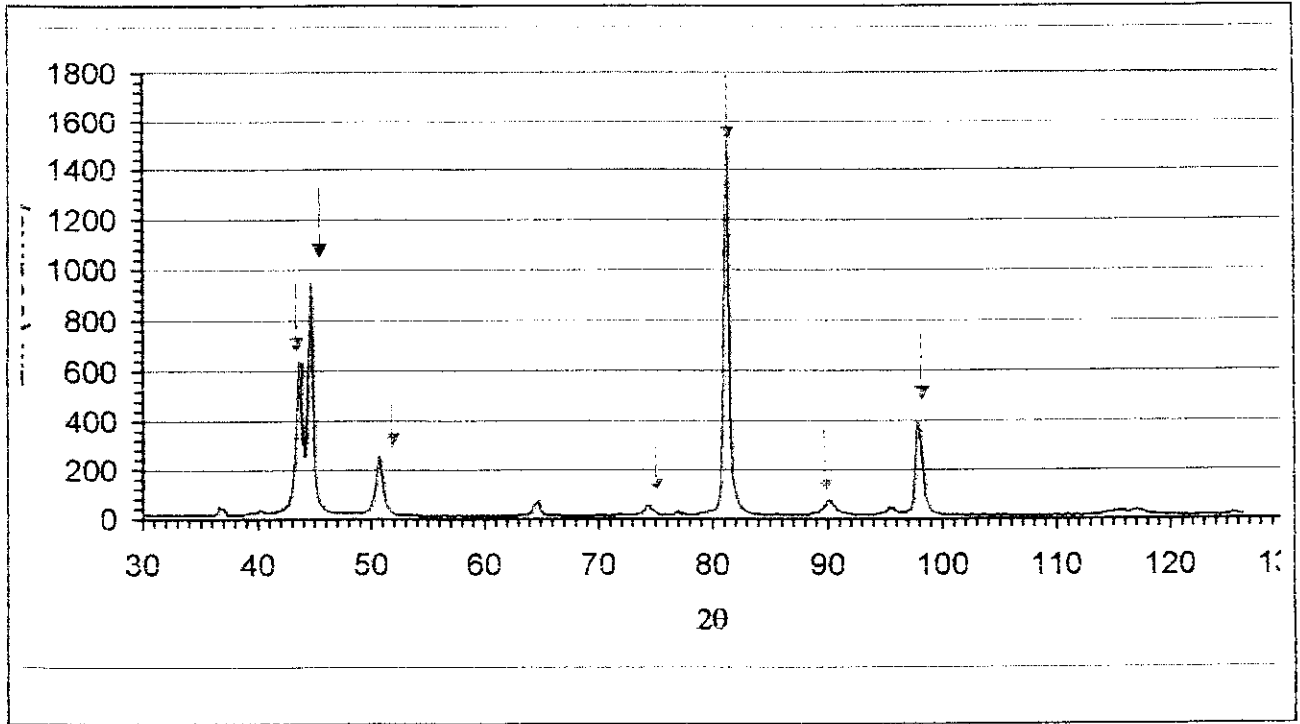


Fig.36 Revenu à 750° pendant 4h30mn.

**Diffractogrammes après traitement thermique à 1200°C :**

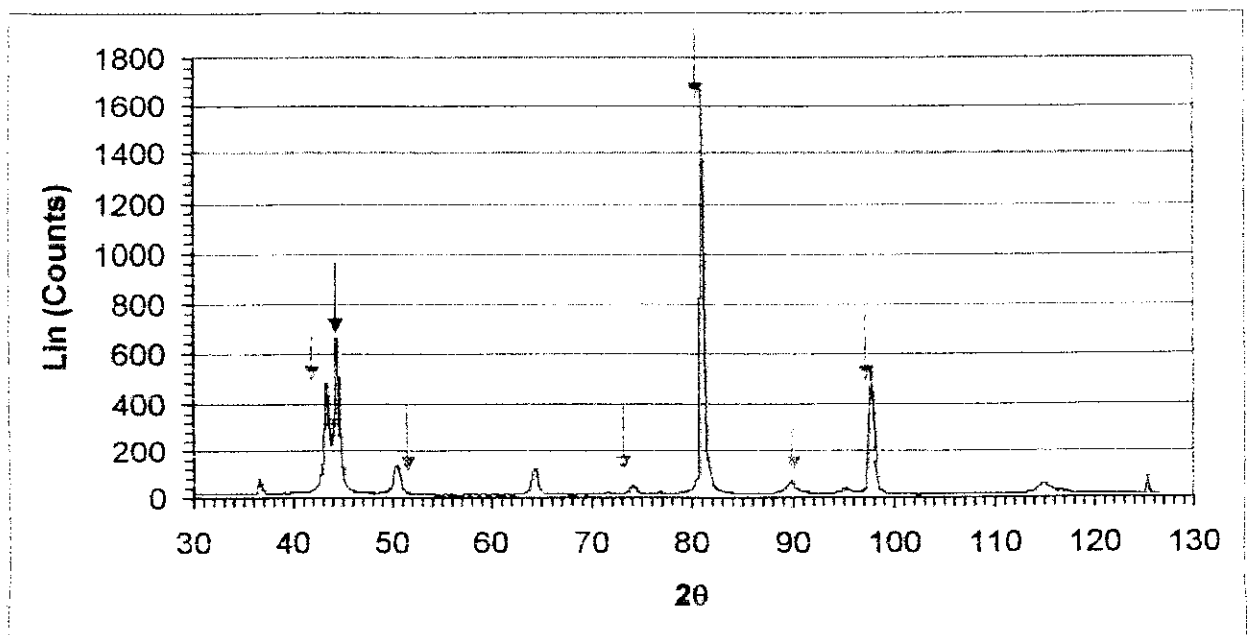


Fig.37 Revenu à 750°C pendant 1h

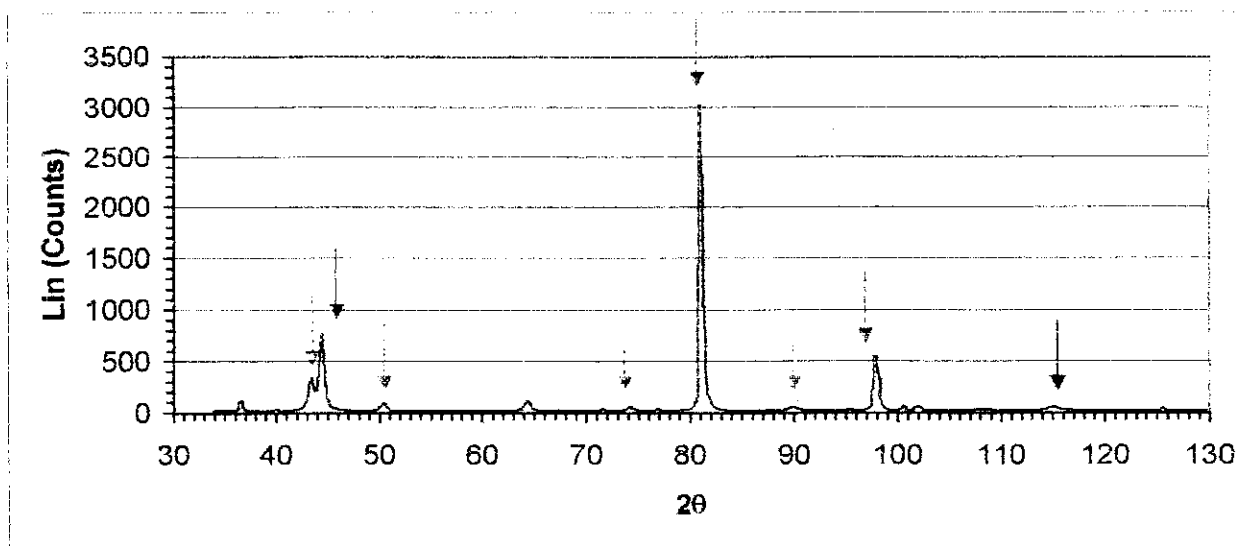


Fig.38 Revenu à 750°C pendant 2h.

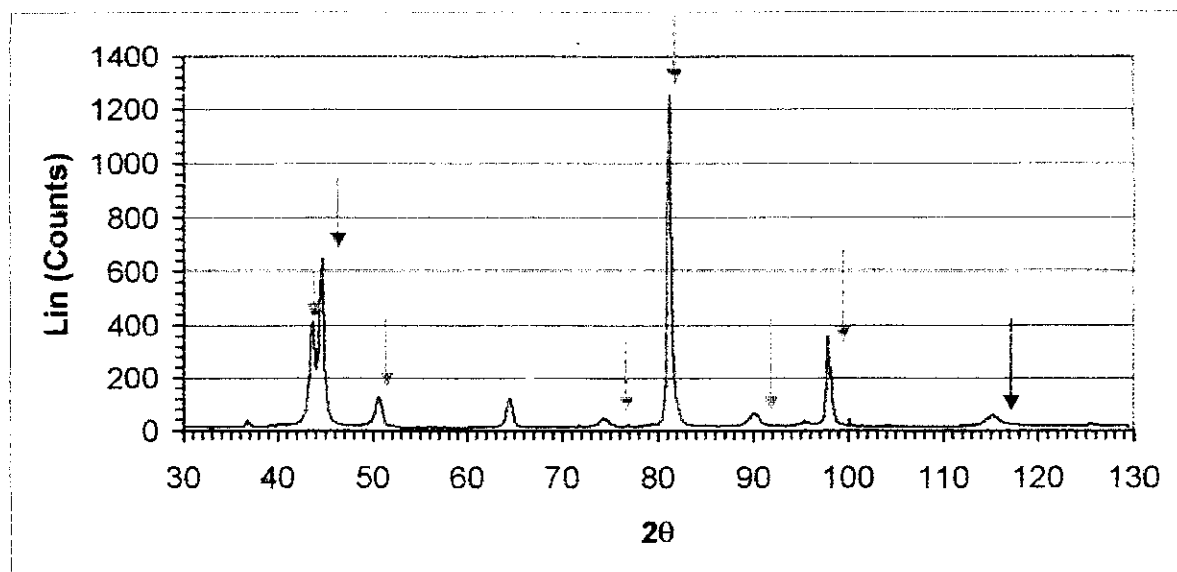


Fig.39 Revenu à 750°C pendant 4h30mn.

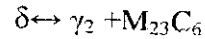
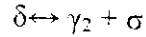
Nous remarquons que les pics de la ferrite sont plus importants après traitement à 1200°C surtout ceux de la direction [211], et au sein d'un même diffractogramme, nous remarquons que ce même pic  $\delta$  (211) est plus important que les autres ; ceci est lié au phénomène d'anisotropie, il y a une orientation préférentielle des grains ferritiques selon la direction [211] comme pour l'austénite où l'orientation préférentielle des grains est selon la direction cristallographique [222], les différentes orientations des grains selon des directions préférentielles donnent une texture.

Pour les distances interréticulaires  $d=2.09$ , les pics diffractés devraient représenter les phases sigma mais les résultats ne le montrent pas sauf pour la figure 34, de ce fait nous ne pourrions estimer les proportions de cette phase.

# Conclusion Générale

volumique de ces phases augmente avec le temps de revenu.

- Le taux d'austénite augmente aussi au cours du revenu, car l'austénite se forme selon les deux réactions eutectoïdes donnant la phase sigma et carbures :



- Les duretés après traitement thermique à 1200°C sont supérieures à celles des échantillons trempés à partir de 1100°C.
- La dureté diminue au cours du revenu jusqu'à un temps de maintien d'une heure, puis elle augmente entre une et deux heures, ensuite elle se stabilise jusqu'à 4h30mn.
- La ferrite est plus dure que l'austénite.
- La micro dureté des phases  $\delta$  et  $\gamma$  diminue en augmentant le temps de maintien au cours du revenu à cause de l'appauvrissement en éléments d'alliage durs.

## Références bibliographiques

- [1] W.O. BINDER, C.M. BROWN, Proc.Amer, Test Mterials, pp 593-609, 1946.
- [2] COLOMBIE, Les Alliages Métalliques, 2000.
- [3] P.J. CUNAT, Techniques de l'Ingénieur, M 4540, pp 1-17.
- [4] J.C. BAVAY, Les Aciers Inoxydables.
- [5] E. VEREINIGUNG, V. DEUTSCHER, V. EISENHUTTELEUTE, Les Aciers Inoxydbles, 2000.
- [6] P.J.CUNAT, Techniques de l'Ingénieur, M 4541, pp 24-31.
- [7] P. GUMPEL, G. CHILBEC, Thyssen Edest, Tech.Ber, Vol 11, pp 3-8, 1985.
- [8] H. SASSOULAS, Traitement Thermiques des Aciers Inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, M 1155, pp 2-21.
- [9] J. CHARLES, Duplex Stainless Steel, Vol 1 , pp 3-48, 1991.
- [10] P. SCHWAB, Sonderbande der Praktischen Metallography, Vol 14, pp 435-444, 1985.
- [11] P.J.CUNAT, Techniques de l'Ingénieur, M 4542, pp 1-24.
- [12] P.J.CUNAT, Techniques de l'Ingénieur, M 4543. pp 14-15.
- [13] F.ROUSSAC, A.ROUSSAC, Analyse chimique :Méthodes et techniques instrumentales modernes, 2000.
- [14] B. JOSEFSSON, J.O. NILSSON, A.WILSON, Duplex stainless steel, 1991.