



**UNIVERSITE SAAD DAHLAB BLIDA 1**  
**FACULTE TECHNOLOGIE**  
**DEPARTEMENT DE MECANIQUE**

Centre De Recherche En Technologies Industrielles

Laboratoire Etude et Recherche en Technologies Industrielles LERTI

Projet de Fin d'Etudes  
Pour l'obtention du Diplôme de Master en  
Ingénierie des Matériaux et des Surfaces

*Effet du traitement de vieillissement sur l'évolution  
microstructurale et le comportement électrochimique des aciers  
inoxydables 2101, 2205 et 2507.*

Proposé et encadré par:

Dr. CHENITI Bilel

Co-encadré par:

Dr. HADDAD Adel

Réalisé par :

ROUIBI Fatma Zohra

Année universitaire 2020/2021

## *Résumé*

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet du traitement de vieillissement sur l'évolution microstructurale, la morphologie et le potentiel des aciers inoxydables LDX2101, SDX2205 et SDSS 2507. Le traitement thermique a été réalisé en deux étapes : traitement de mise en solution pendant une heure puis une trempe à l'eau suivi d'un vieillissement à une température de 750°C pour le 2101 et à 850°C pour les 2205 et 2507 pendant 24 heures.

Une caractérisation métallographique a été effectuée par le biais de la microscopie optique et le microscope électronique à balayage MEB ainsi qu'une analyse des phases par diffraction des rayons-X (DRX) pour l'identification des phases et précipités formés après traitements. Dans le but d'étudier l'effet de vieillissement sur les changements morphologiques, le comportement magnétique et la distribution du potentiel sur les surfaces des aciers traités, les différents modes de la microscopie à force atomique (AFM) ont été utilisés. Les résultats ont montré qu'après vieillissement, une nette augmentation de la rugosité et enregistrée avec une distribution très hétérogène du potentiel due aux changements microstructuraux suite à la formation des précipités et phases secondaires.

## *Abstract*

In this work, the effect of ageing treatment on the microstructural evolution, morphology and potential distribution of LDX2101, SDX2205 and SDSS 2507 stainless steels is investigated. The heat treatment is carried out in two stages: solution treatment for one hour, then water quenching followed by ageing at 750°C for 2101 and 850°C for 2205 and 2507, for 24 hours holding time.

Metallographical characterization is conducted using optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM) as well as XRD analysis to identify the phases and precipitates formed after treatment. In order to study the effect of ageing on the morphological changes, magnetic behavior and potential distribution on the surfaces of the treated steels, different modes of atomic force microscopy (AFM) are used. The results showed a clear increase in roughness with a very heterogeneous potential distribution due to microstructural changes as a result of the formation of precipitates and secondary phases

## ملخص

في هذا العمل ، درسنا تأثير علاج الشبخوخة على تطور البنية المجهرية والتشكل وإمكانات الفولاذ المقاوم للصدأ ل SDSS 2507 و SDX2205 و LDX2101.

تم إجراء المعالجة الحرارية على مرحلتين: المعالجة بالمحاليل لمدة ساعة واحدة ، ثم التبريد بالماء متبوعاً بالشبخوخة عند درجة حرارة 750 درجة مئوية ل 2101 و 850 درجة مئوية لـ 2205 و 2507 ، لمدة 24 ساعة.

تم إجراء التوصيف الميتالوجرافي عن طريق الفحص المجهرى البصري والمسح المجهرى الإلكتروني وكذلك حيود الأشعة السينية لتحديد المراحل والرواسب التي تشكلت بعد العلاج. من أجل دراسة تأثير الشبخوخة على التغيرات الشكلية والسلوك المغناطيسي والتوزيع المحتمل على أسطح الفولاذ المعالج ، تم استخدام أنماط مختلفة من الفحص (AFM) المجهرى .

أظهرت النتائج زيادة واضحة في الخشونة مع توزيع جهد غير متجانس للغاية بسبب التغيرات الهيكلية المجهرية نتيجة تكوين الرواسب والمراحل الثانوية.

## *Remerciements*

En premier lieu, je tiens à remercier Mr. B.CHENITI, pour la confiance qu'il m'a accordée en acceptant d'encadrer ce travail et pour ses multiples conseils. Et mon co-promoteur Mr. A.HADDAD d'avoir accepté la collaboration et respecté mon autonomie tout au long de ce travail.

J'aimerais également remercier Mme N. OUALI, Mr. B.BELKESSA, Mr. M.HAKEM, Mr. B.MAAMACHE et K.AMARA et dire à quel point j'ai apprécié leur grande disponibilité et leurs qualités humaines d'écoute et de compréhension tout au long de ce travail.

Mes remerciements vont également à Mr Y.HADJI d'avoir accepté de présider le jury et au Mme K.TAHAR CHAOUACH pour avoir accepté d'examiner ce mémoire

Ma reconnaissance s'adresse aussi à mes amis et mes collègues Z.HIRECHE, N.KHAROUBA, W.BEDJAOUI, S.HANIFI, A.HAMMOUD, N.SAADI pour leur aide, soutien moral et pour l'ambiance qui a régné tout au long de ce travail.

Ces remerciements seraient incomplets si je n'en adressais pas à l'ensemble des chercheurs et ingénieurs du CRTI et en particulier de l'AFC et DMM et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Je remercie également A.CHABOUR pour son aide, sa patience et surtout ses encouragements pour me voir réussir.

*A mes parents...*

*A mes filles ...*

**Tables des matières**

Liste des figures ..... viii  
Liste des tableaux ..... xi  
Introduction générale..... 1

Parties I : Recherche Bibliographique

Chapitre I : Aciers inoxydable

I.1. Famille des aciers inoxydable ..... 2  
    I.1.1. Aciers ferritique..... 2  
    I.1.2. Aciers austénitiques..... 2  
    I.1.3. Aciers martensitiques ..... 2  
    I.1.4. Aciers austéno-ferritique ..... 3  
I.2. Aciers austéno-ferritique dit duplex ..... 4  
    I.2.1. Différentes nuances d'aciers inoxydables ..... 5  
    I.2.2. Microstructure des aciers duplex..... 5  
    I.2.3. Effet des principaux éléments d'alliage..... 7  
I.3. Systèmes Fe-Cr et Fe-Cr-Ni ..... 9

Chapitre II : Transformation de phases dans les aciers duplex

II.1. Transformation de phases..... 12  
II.2. Décomposition de la ferrite entre 600 et 1000°C ..... 13  
II.3. Formation de phases secondaires lors des traitements thermiques..... 14  
II.4. Précipités, intermétalliques et autres phases secondaires ..... 16  
    II.4.1. La phase  $\sigma$ ..... 16  
    II.4.2. Les carbures..... 17  
    II.4.3. Les nitrures ..... 17  
    II.4.4. L'austénite secondaire ..... 18  
II.5. Mécanisme de formation ..... 18

Partie II : Partie Expérimentale

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

III.1 Matériaux d'étude..... 21

III.1.1	Prélèvement des échantillons .....	21
III.1.2	Analyse chimique .....	21
III.2	Traitement thermique .....	22
III.2.1	Traitement d'homogénéisation .....	23
III.2.2	Traitement de vieillissement .....	23
III.3	Techniques de caractérisations: .....	24
III.3.1	Préparation métallographique .....	24
III.3.2	Observation au microscope optique : .....	26
III.3.3	Observation au microscope électronique à balayage .....	27
III.3.4	Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) .....	28
III.3.5	Microdureté .....	30
III.4	Caractérisation par microscope à force atomique (AFM) .....	32
III.4.1	Différents modes d'imagerie utilisés : .....	36
Chapitre IV : Résultats et interprétation		
IV.1	Identification des métaux d'étude .....	42
IV.2	Effet du traitement thermique sur la microstructure .....	44
IV.2.1	Effet du traitement de mise en solution .....	44
IV.2.2	Analyse par DRX .....	46
IV.2.3	Effet du traitement de vieillissement .....	47
IV.2.4	Analyse par DRX .....	50
IV.3	Evolution de la microdureté .....	51
IV.4	Effet du traitement thermique sur la topographie et le potentiel .....	53
IV.4.1	Topographie de la microstructure : .....	53
IV.4.2	Distribution magnétiques : .....	55
IV.4.3	Evolution du potentiel .....	56
Conclusion générale .....		61
Références bibliographiques .....		63

**Liste des figures**

<b>Figure I.1</b> Microstructure des aciers inoxydables (a) Austénitiques, (b) Austéno-ferritiques, (c) Martensitiques et (d) Ferritiques.....	<b>3</b>
<b>Figure I.2</b> Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex (a) Moulé, (b) Laminé, (c) Forgé.....	<b>6</b>
<b>Figure I.3</b> Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr.....	<b>9</b>
<b>Figure II.1</b> Histoire thermique d'une plaque d'acier inoxydable duplex.....	<b>12</b>
<b>Figure II.2</b> Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni.....	<b>13</b>
<b>Figure II.3</b> Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex...	<b>14</b>
<b>Figure II.4</b> (a) diffusion des atomes des éléments vers sigma (b) schéma de la germination de la phase $\sigma$ .....	<b>17</b>
<b>Figure III.1</b> Analyse chimique FOUNDRY-MASTERPRO.....	<b>22</b>
<b>Figure III.2</b> (a) Four de traitement thermique, (b) Séquences du traitement thermique réalisé.....	<b>23</b>
<b>Figure III.3</b> La polisseuse utilisée.....	<b>24</b>
<b>Figure III.4</b> Dispositif d'attaque électrolytique.....	<b>25</b>
<b>Figure III.5</b> (a) Le microscope optique NIKON ECLIPSE LV100NO (b) logiciel imageJ.....	<b>26</b>
<b>Figure III.6</b> (a) Microscope électronique à balayage (b) Schéma de principe du microscope électronique à balayage.....	<b>27</b>
<b>Figure III.7</b> (a) Diffractomètre des rayons X b) Schéma descriptif de la diffraction (DRX).....	<b>29</b>
<b>Figure III.8</b> (a) Principe de l'essai de Microdureté Vickers, (b) Microduromètre utilisé.....	<b>31</b>
<b>Figure III.9</b> Microscope à fore atomique.....	<b>33</b>

<b>Figure III.10(a)</b> Scan de la microstructure par la pointe PFQNE-AL.....	
(b) Les pointes utilisées.....	34
<b>Figure III.11</b> Les pointes utilisées .....	35
<b>Figure III.12</b> :Schéma illustrant le principe MFM.....	36
<b>Figure III.13</b> Domaines magnétiques dans un échantillon d'acier.....	36
<b>Figure III.14</b> Principe de scan en PeakForce Mode.....	38
<b>Figure III.15(A)</b> La cartographie électrique et mécanique corrélée révèle grains d'oxyde métallique inactifs dans une cathode de batterie ; (B) mesure de la conductivité de nanofils P3HT qui ne se prêtent pas au mode contact ; et (C) distribution de la déformation à l'échelle nanométrique dans le graphène sur le nitrure de bore.....	38
<b>Figure III.16</b> : Principe de scan en PeakForce KPFM Mode.....	39
<b>Figure IV.1</b> Diagramme Thermo-Calc des phases après traitement thermique présentes dans le (a) LDX 2101, (b) SDSS 2507.....	42
<b>Figure IV.2</b> Micrographie optique du traitement de mise en solution des aciers duplex : (a) 2101, (b) 2205, (c) 2705 .....	44
<b>Figure IV.3</b> Spectres de diffraction DRX des aciers : (a) 2101, (b) 2205 et (c) 2507.....	45
<b>Figure IV.4</b> Micrographie optique du traitement de vieillissement des aciers duplex : (a) 2101, (b) 2205, (c) 2705.....	47
<b>Figure IV.5</b> Images MEB (a) 2101, (b) 2507.....	48
<b>Figure IV.6</b> Spectres de diffraction après traitement de vieillissement des aciers duplex (a) 2101, (b) 2205, (c) 2507.....	49
<b>Figure IV.7</b> évolution de la microdureté.....	51
<b>Figure IV.8</b> Images AFM 3D de la topographie de la surface avec les profils correspondants des aciers (a) 2705 mis en solution et (b) 2101, (c) 2205, (d) 2507 après vieillissement.....	52
<b>Figure IV.9</b> Images MFM des aciers (a) 2101 mis en solution, après vieillissement (b) 2101, (c) 2205, (d) 2507.....	55

<b>Figure IV.10</b> (a) Cartographie des phases présentes (mise en solution de l'acier 2507) (b) profil du potentiel des phases.....	<b>56</b>
<b>Figure IV.11</b> carte de potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2101...	<b>57</b>
<b>Figure IV.12</b> Carte de potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2205...	<b>58</b>
<b>Figure IV.13</b> Carte de potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2507...	<b>59</b>

**Liste des tableaux**

<b>Tableau I.1:</b> Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables.....	<b>4</b>
<b>Tableau II.2:</b> Détails des principaux précipités et intermétalliques observés dans les aciers duplex après vieillissement.....	<b>15</b>
<b>Tableau IV.1</b> Analyse de la composition chimique des aciers duplex.....	<b>41</b>
<b>Tableau IV.2</b> Valeurs moyennes de rugosité avant et après vieillissement.....	<b>54</b>
<b>Tableau IV.3</b> Valeurs moyennes du potentiel de la ferrite et d'austénite.....	<b>56</b>

## **Introduction générale**

Les aciers inoxydables duplex sont largement utilisés dans l'industrie pétrolière, gazière et pétrochimique grâce à leurs propriétés mécaniques élevées et leurs bonnes résistances à la corrosion. Ces propriétés sont fortement attribuées aux éléments d'alliage (Cr, Mo, N et Ni) qui garantissent le bon équilibre entre les phases ferritique ( $\delta$ ) et austénitique ( $\gamma$ ).

Il est bien connu que le traitement de vieillissement des aciers inoxydables après la mise en solution implique la précipitation de différentes phases telles que les nitrures, les carbures et la phase  $\sigma$ , qui peuvent par la suite altérer les propriétés mécaniques, et la résistance à la corrosion des aciers en question. En effet, dans le cas des nitrures par exemple, la matrice appauvrit en Cr, adjacente au nitrures subit une corrosion par piqure due à la différence du potentiel électrochimique entre ces deux phases. Afin de prédire la corrosion par piqure, la technique KPFM (*Kelvin PeakForce Microscopy*) a été exploitée dans cette étude pour la mesure locale de la différence du potentiel entre deux phases. Le potentiel mesuré par KPFM fournit une indication de la noblesse relative des phases dans le métal, ce qui est essentiel pour déterminer leurs rôles dans l'interaction galvanique.

Ainsi, notre étude s'intéresse aux changements microstructuraux dans trois types aciers inoxydables vieillis après leurs mises en solution à 1200°C. L'influence de la précipitation et des phases secondaires issues de traitement de vieillissement sur l'aspect surfacique, la réponse magnétique ainsi que la distribution du potentiel sont bien étudiés.

Ce mémoire est scindé en deux parties : une première partie bibliographique et une seconde expérimentale comportant deux chapitres.

- Le premier chapitre répertoriera des généralités sur les aciers inoxydables, ainsi que les transformations de phase possibles durant les traitements thermiques.
- Le deuxième chapitre se concentrera sur les aciers inoxydables duplex en précisant l'effet des éléments d'alliage.
- Le troisième chapitre présente les trois aciers duplex (2101, 2205, 2507) destinés pour cette étude, le protocole du traitement de vieillissement adopté ainsi que les différentes techniques de caractérisation utilisées : microscope optique (MO), microscope électronique à balayage (MEB), analyses par diffraction des rayons X

(DRX) et microdureté. Le principe du microscope à force atomique sera expliqué où un intérêt particulier sera porté sur le mode kelvin probe microscopy (KPFM) pour le calcul du potentiel des phases influençant

- Dans le quatrième chapitre, les résultats obtenus lors du vieillissement des trois aciers duplex à des températures dans l'intervalle de 750°C-850°C pendant 24 heures seront présentés et interprétés.

***Parties I : Recherche Bibliographique***

***Chapitre I : Aciers inoxydables***

### **Introduction**

Les aciers inoxydables sont des aciers contenant au moins 10,5 % massique en chrome, qui leur octroie des propriétés de résistance à la corrosion élevées grâce à la formation d'une couche de passivation à l'interface métal-environnement. Il existe différentes familles d'aciers inoxydables, pouvant être classées en fonction de leur structure cristallographique : les aciers austénitiques, les ferritiques, les martensitiques et les austéno-ferritiques, nommés duplex lorsque le ratio de phase ferrite/austénite est proche de un. La structure de l'acier inoxydable et ses propriétés dépendent principalement de la composition chimique et donc des taux d'éléments d'alliages en solution solide dans le fer [1].

### **I.1. Famille des aciers inoxydables**

Comme déjà dit plus haut, on distingue quatre nuances d'aciers inoxydables :

#### **I.1.1. Aciers ferritique**

Ces aciers ont généralement une limite d'élasticité supérieure aux aciers austénitiques, mais leur résistance à la corrosion est plus faible et sont aussi, plus fragiles à basses températures [2,3]. Dans le cas où la résistance à la corrosion requise n'est pas élevée, cette famille d'aciers est cependant intéressante de par son moindre coût [1].

#### **I.1.2. Aciers austénitiques**

Ils ont d'excellentes propriétés de résistance à la corrosion ainsi que des propriétés mécaniques élevées, en particulier la ductilité [3,4]. Des aciers austénitiques fortement alliés, appelés aciers superausténitiques ont été développés pour leur haute résistance à la corrosion en milieu chloruré et à la corrosion sous contraintes. Cette nuance est paramagnétique à température ambiante l'inverse des aciers ferritiques et martensitiques qui sont ferromagnétiques [1].

#### **I.1.3. Aciers martensitiques**

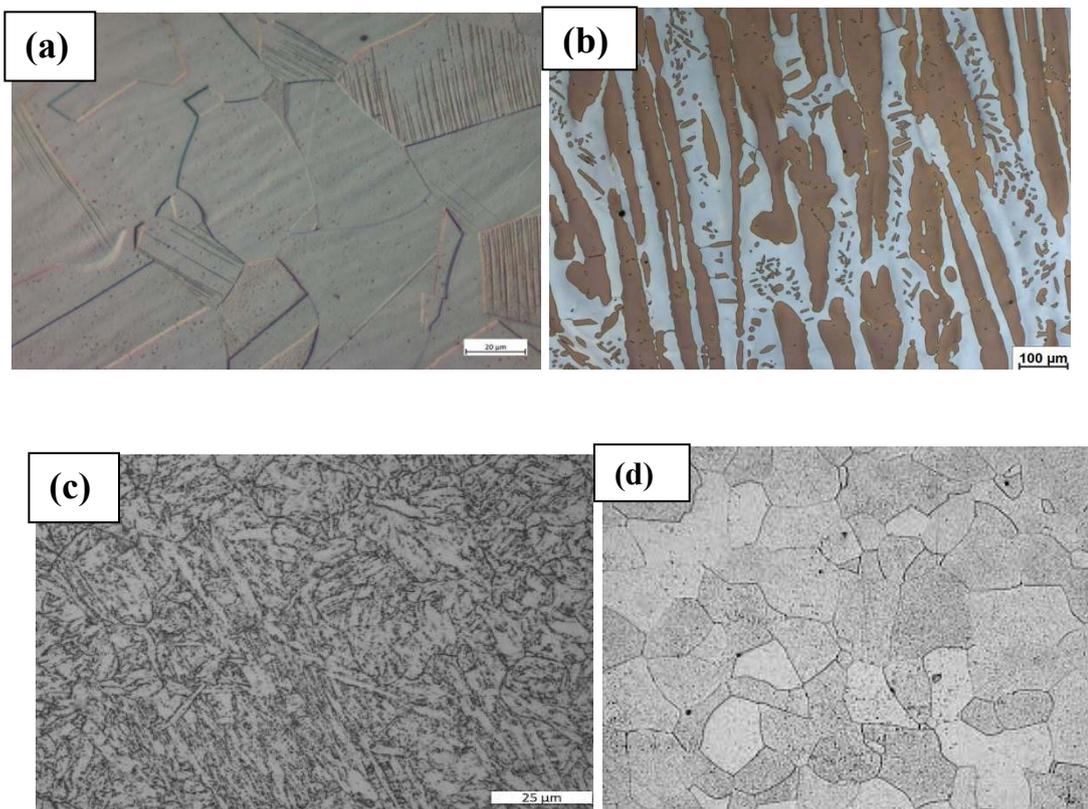
Ces alliages comprennent de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone pouvant atteindre environ 1%, ils peuvent contenir jusqu'à 7% de nickel, et jusqu'à 3% de molybdène. Ces aciers exhibent des propriétés intéressantes en termes d'élasticité, de

## Aciers inoxydables

résistance à la corrosion et de dureté. Ils possèdent une structure martensitique (quadratique notée  $\alpha'$ ), obtenue après trempe de la phase austénitique. Cette transformation homogène se produit avec une augmentation de volume, responsable de fortes contraintes de compression, qui tend à stabiliser l'austénite résiduelle [5].

### I.1.4. Aciers austéno-ferritique

Cette famille d'aciers inoxydables présente une microstructure mixte. Dans les duplex, les volumes équivalents de ferrite et d'austénite sont atteints par un équilibre entre composition chimique et traitements thermiques. Du fait de leur caractère biphasé, cette famille possède globalement de meilleures propriétés de résistance mécanique et de résistance à la corrosion que les aciers inoxydables austénitiques standards [6]. En effet, d'un point de vue mécanique, les aciers duplex combinent la ductilité de la ferrite et la résistance mécanique de l'austénite [1,6].



**Figure 1.1 :**Microstructure des aciers inoxydables (a) Austénitiques, (b) Austéno-ferritiques, (c) Martensitiques et (d) Ferritiques [8].

## Aciers inoxydables

**Tableau I.1:** Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables [2] :

<i>Catégorie d'acier</i>	<i>Composition (% pds)</i>				
	<i>C</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Autres</i>
<i>Ferritique</i>	<0.1	11-28	0-5	<5	Ti
<i>Martensitique</i>	0.05-1.2	12-18	1-7	-	-
<i>Austénitique</i>	<0.2	16-35	7-26	<6	N, Cu, Ti
<i>Austéno-ferritique</i>	<0.05	22-25	1-9	<4	N (<0.3)

### **I.2. Aciers austéno-ferritique dit duplex**

Ces aciers ont des propriétés fonctionnelles très intéressantes (tenue à la corrosion et caractéristiques mécaniques), cependant ils nécessitent des précautions particulières lors de leur élaboration, de leur moulage et du traitement thermique adéquat pour révéler tout leur potentiel de résistance.

Les aciers duplex ont plusieurs avantages, en particulier une très bonne résistance à la corrosion intergranulaire, à la corrosion par piqûres et à la corrosion sous contrainte. La résistance à la corrosion inter-granulaire est améliorée car les joints de grains de la ferrite (éventuellement sensibilisés) sont éliminés lors de la formation de l'austénite à l'état solide. Ils présentent aussi une meilleure résistance à la corrosion par piqûres, du fait d'un indice PREN (Pitting Resistance Equivalent Number) élevé, avec :  $PREN = \%Cr + 3.3*\%Mo + 16*\%N$  [1].

Enfin, ces alliages offrent une remarquable résistance à la corrosion sous contrainte. Cet effet est lié à la présence de la ferrite, moins sensible au maillage (qui lui brise la couche de passivation) que l'austénite, ce qui améliore la résistance à ce type de corrosion [1,5].

### **I.2.1. Différentes nuances d'aciers inoxydables**

Il existe différentes nuances d'aciers duplex, en fonction de leurs teneurs en éléments alliages, ils peuvent ainsi être divisés en 4 groupes:

#### **I.2.1.1. Duplex standard**

Tel l'acier EN(2205), un acier à toute épreuve qui représente plus de 80% des usages. Ces aciers ont un PREN compris entre 30 et 40.

#### **I.2.1.2. Super duplex**

Ils présentent une résistance à la corrosion par piqûres très élevée grâce aux hautes teneurs en chrome, en molybdène, en tungstène et en azote, exemple 2507.

#### **I.2.1.3. Hyper duplex**

Définis comme des aciers fortement alliés, avec un PREN supérieur à 45.

#### **I.2.1.4. Lean duplex**

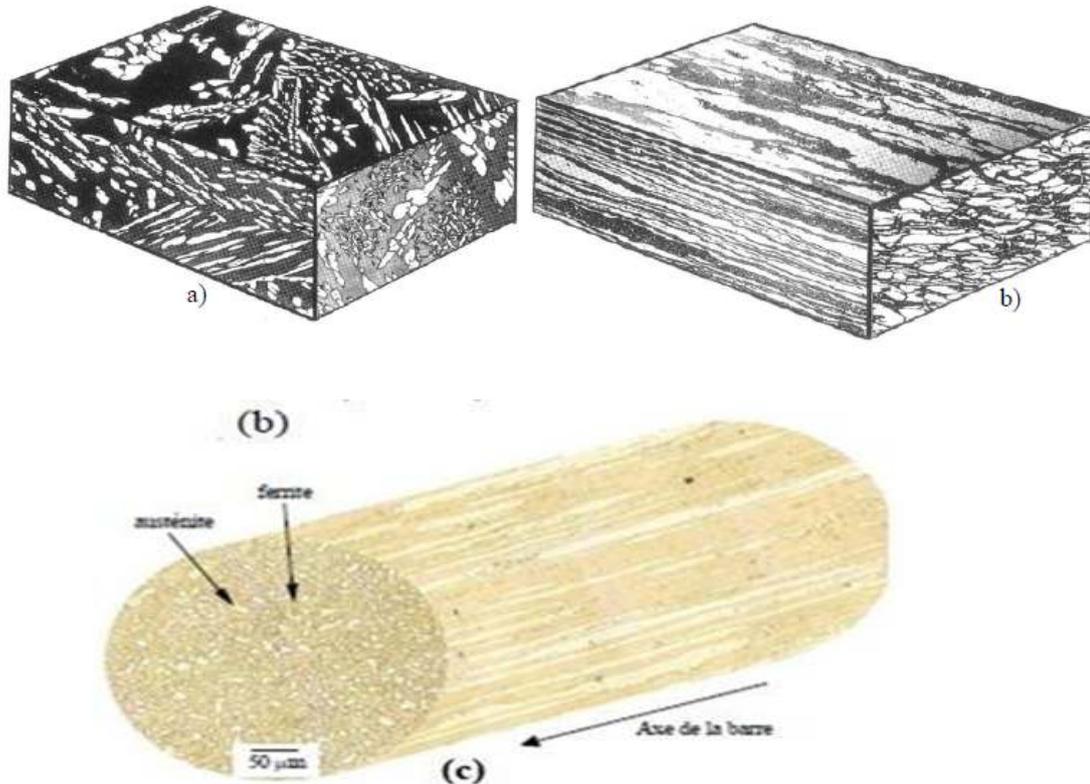
Ils présentent de faibles teneurs en nickel et en molybdène. Ils sont donc moins coûteux et plus légers. De plus, le lean duplex offre une plus grande résistance à la traction. Les principales nuances de cette branche d'aciers sont le 2101, 2202, 2304. Les bonnes propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion de ces aciers résistance mécanique et une excellente résistance à la corrosion et l'austénite améliore la ductilité et augmente la résistance à la corrosion uniforme [1-5].

### **I.2.2. Microstructure des aciers duplex**

La structure biphasée des duplex dépend non seulement de sa composition chimique, mais aussi du mode d'élaboration et de l'historique des températures de traitement.

Dans la pratique, ces aciers existent sous plusieurs formes, entre autres :

- Aciers inoxydables duplex moulés
- Aciers inoxydables duplex forgés
- Aciers inoxydables duplex laminés



**Figure 1.2:** Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex (a) Moulé, (b) Laminé, (c) Forgé [5].

### **1.2.2.1. Aciers inoxydables duplex moulés**

Dans ces aciers la proportion de ferrite est minoritaire, elle excède rarement 30%. Après moulage, ils subissent un traitement thermique d'homogénéisation aux environs de 1100°C pendant plusieurs heures suivies d'une trempe à l'eau.

### **1.2.2.2. Aciers inoxydables duplex laminés et forgés**

Le processus de fabrication de ces aciers suit les étapes de moulage, écrouissage à chaud, remise en solution et une trempe à l'eau [7].

La microstructure des aciers laminés et forgés se présente sous forme d'ilots d'austénite allongés dans le sens du laminage ou du forgeage, noyés dans la matrice ferritique. Les proportions des phases austénitique et ferritique sont généralement équivalentes (50% / 50%); mais dépendra aussi de la répartition des éléments  $\alpha$ -gène et  $\gamma$ -gène dans les deux phases [8].

### **I.2.3. Effet des principaux éléments d'alliage**

Les propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion des aciers inoxydables dépendent de la composition chimique. Quelques effets des principaux éléments d'alliages des aciers duplex sont décrits ci-dessous :

#### **I.2.3.1. Carbone C**

Le carbone est un élément inhérent aux aciers. Il permet d'améliorer la résistance mécanique du fer en se plaçant dans les sites interstitiels des mailles cristallographiques. Il est plus soluble dans l'austénite que dans la ferrite et par conséquent, il stabilise le domaine austénitique des aciers [9], il est dit gammagène-( $\gamma$ -gène). Le carbone est susceptible aussi de former des précipités de type carbures de chrome, en particulier aux joints de grains, favorisant la corrosion inter granulaire. En effet, de faibles teneurs en carbone ( $0.01 \%m \leq C \leq 0.08 \%m$ , où  $\%m$  représente le pourcentage massique) permettent d'améliorer la ténacité et la ductilité et de ce fait la mise en forme des aciers duplex, tandis que des teneurs plus élevées ( $0.3 \%m \leq C \leq 0.5 \%m$ ) apportent une meilleure résistance à l'usure [10].

#### **I.2.3.2. Chrome Cr**

Le chrome est un élément inhérent aux aciers inoxydables puisqu'il permet la formation d'une couche de passivation qui leur confère leurs propriétés de résistance à la corrosion, en particulier à la corrosion uniforme et à la corrosion localisée. Le chrome a une structure cubique centrée (c.c), comme la ferrite et stabilise donc cette dernière ; il est l'élément alphagène ( $\alpha$ -gène) de base. La couche de passivation est d'autant plus efficace que les teneurs en chrome de l'acier inoxydable sont élevées. Cependant, plus les teneurs en chrome sont élevées, plus le risque de formation d'intermétalliques lors de maintiens à haute température est élevé, entraînant la détérioration des propriétés mécaniques de l'acier. C'est par exemple le cas de la phase  $\sigma$ , un intermétallique riche en chrome présent sur le diagramme d'équilibre de l'alliage Fe-Cr [9].

#### **I.2.3.3. Nickel Ni**

Le nickel est l'élément  $\gamma$ -gène de base. Il a une structure cubique faces centrées (c.f.c) et stabilise donc fortement l'austénite, comme visualisé sur le diagramme de phases Fe-Ni [9]. L'addition du nickel en quantité suffisante dans un acier Fe-Cr permet l'obtention d'un acier austénitique, tandis que des aciers duplex peuvent être obtenus en équilibrant

## Aciers inoxydables

les proportions de chrome et de nickel. Le nickel est aussi connu pour améliorer la résistance à la corrosion caverneuse en milieu chloruré [11].

### **I.2.3.4. Molybdène Mo**

Le molybdène améliore la résistance à la corrosion uniforme, ainsi que la résistance à la corrosion par piqûre. Il est d'ailleurs pris en compte par les industriels dans le calcul du PREN. Cet élément est  $\alpha$ -gène et comme le chrome, le molybdène favorise la précipitation d'intermétalliques, tels que la phase  $\sigma$  [12].

### **I.2.3.5. Azote N**

L'azote est sans conteste l'élément qui a permis le développement des aciers duplex modernes. L'azote est un élément qui se place dans les sites interstitiels des mailles de fer, comme le carbone, mais dont le pouvoir durcissant en solution solide est supérieur. Une des raisons avancées pour expliquer les meilleures propriétés mécaniques des aciers contenant de l'azote est que cet élément augmente la probabilité de maclage de l'austénite en diminuant l'énergie de faute d'empilement, en particulier pour des aciers à faible taux de nickel. De plus, l'azote est plus soluble que le carbone en solution solide dans l'austénite et la ferrite, ce qui diminue les risques de précipitation de nitrures par rapport aux carbures, à teneurs équivalentes. L'azote augmente aussi la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable, en particulier vis-à-vis de la corrosion par piqûres [13].

Cet élément est fortement  $\gamma$ -gène et permet de réduire les teneurs en nickel des aciers duplex et austénitiques en conservant une fraction d'austénite équivalente. L'azote améliore aussi la stabilité de l'austénite [14].

### **I.2.3.6. Manganèse Mn**

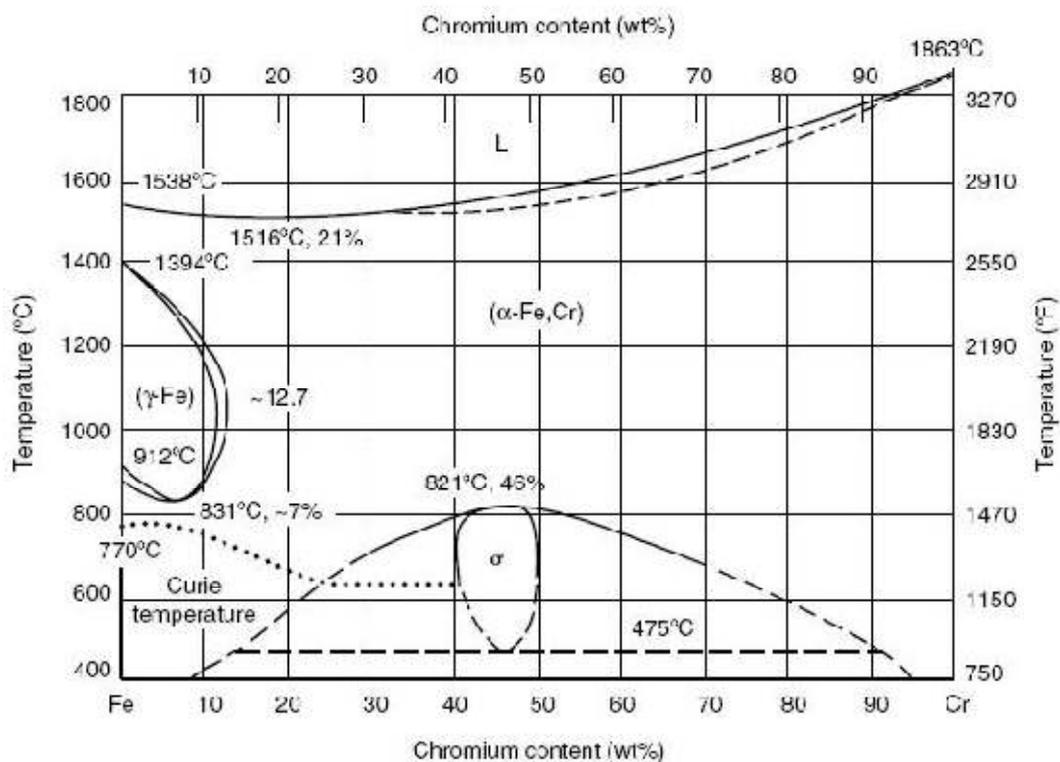
Récemment, l'addition de manganèse dans les aciers inoxydables et dans les aciers duplex en particulier, a retrouvé un fort intérêt car le manganèse augmente la solubilité de l'azote dans la solution solide de fer. Les hautes teneurs en manganèse dans les aciers Lean duplex permettent aussi de diminuer la formation de porosités et de nitrures lors des différents traitements thermiques. Cet élément est particulièrement utilisé avec des teneurs élevées dans les nouveaux aciers austénitiques à hautes teneurs en éléments interstitiels [15].

### I.3. Systèmes Fe-Cr et Fe-Cr-Ni

Le diagramme de phase présenté dans la figure I.3 constitue l'outil de base dans l'étude et la description de l'équilibre des phases dans les aciers inoxydables. La solubilité du chrome dans le fer à haute température est complète et la totalité des alliages Fe-Cr se solidifient en mode ferritique. A de faibles teneurs en chrome, il existe une boucle d'austénite  $\gamma$  dans le domaine de température 912-1394°. Cette boucle sépare le diagramme en deux zones principales :

En dessous de 11% de Cr, les alliages subissent une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  au chauffage et l'inverse au refroidissement ; ils se comportent donc comme le fer ou l'acier doux, au-dessus de 12.7 % de Cr, il n'y a plus de transformation de phases et les alliages restent totalement ferritiques. Entre 11 et 13 % de chrome, les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent en équilibre [7].

Ainsi, selon la composition par rapport à la boucle  $\gamma$ , les aciers au chrome peuvent avoir des structures différentes : ferritique, martensitique ou semi martensitique.



**Figure I.3 :** Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [1]

Le diagramme ci-dessus montre aussi la présence d'une autre phase appelée  $\sigma$ , qui se forme en général dans les alliages ayant des teneurs en Cr supérieures à 20 %. Nous reviendrons en détail plus tard sur la structure et les mécanismes de formation de cette phase. Sur ce même diagramme, on montre aussi par une ligne horizontale tracée à la

## *Aciers inoxydables*

limite inférieure du domaine ( $\alpha + \sigma$ ) la présence d'un phénomène métallurgique important connu sous l'appellation « fragilisation à 475 °C ». Ce phénomène est caractérisé par la formation d'un précipité très riche en chrome appelé phase ( $\alpha'$ ), dans la matrice ferritique et dont l'effet fragilisant devient de plus en plus important lorsque la teneur en Cr passe au-delà de 14% [1].

***Parties I : Recherche Bibliographique***

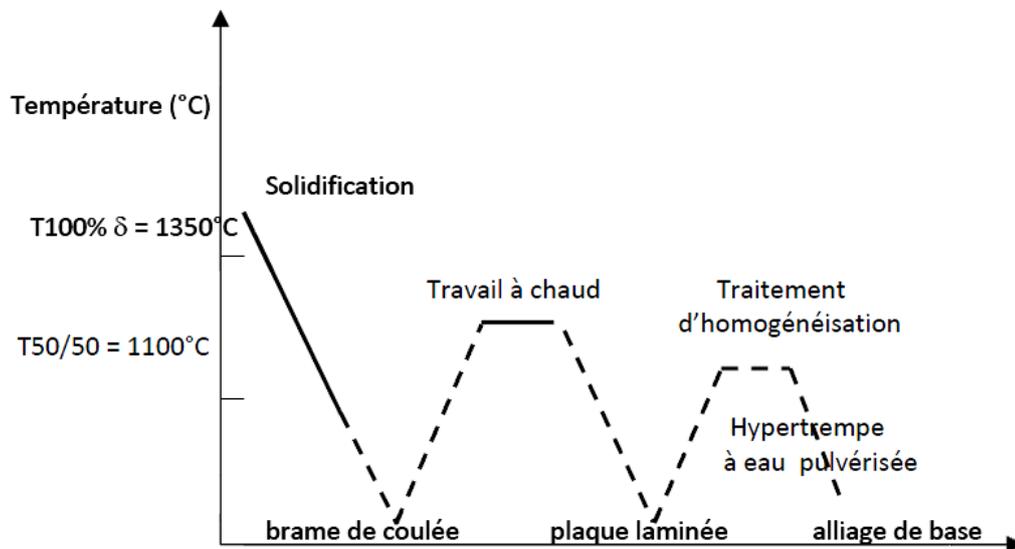
**Chapitre II : Transformation de  
phases dans les aciers duplex**

## Introduction

Les alliages austéno-ferritiques présente de nombreuses évolutions microstructurales par les traitements thermiques. De plus la ferrite, est enrichie en chrome et molybdène, ces éléments favorisent la formation des phases intermétalliques, ce qui augmente la probabilité de précipitation lors d'un traitement thermique.

### II.1. Transformation de phases

La microstructure particulière des aciers duplex, comme il a été mentionné ci-dessus, est aussi le fruit du processus de solidification, de l'historique thermo-mécanique et thermique de cette famille d'aciers, tel que schématisée par la *figure II.1*:

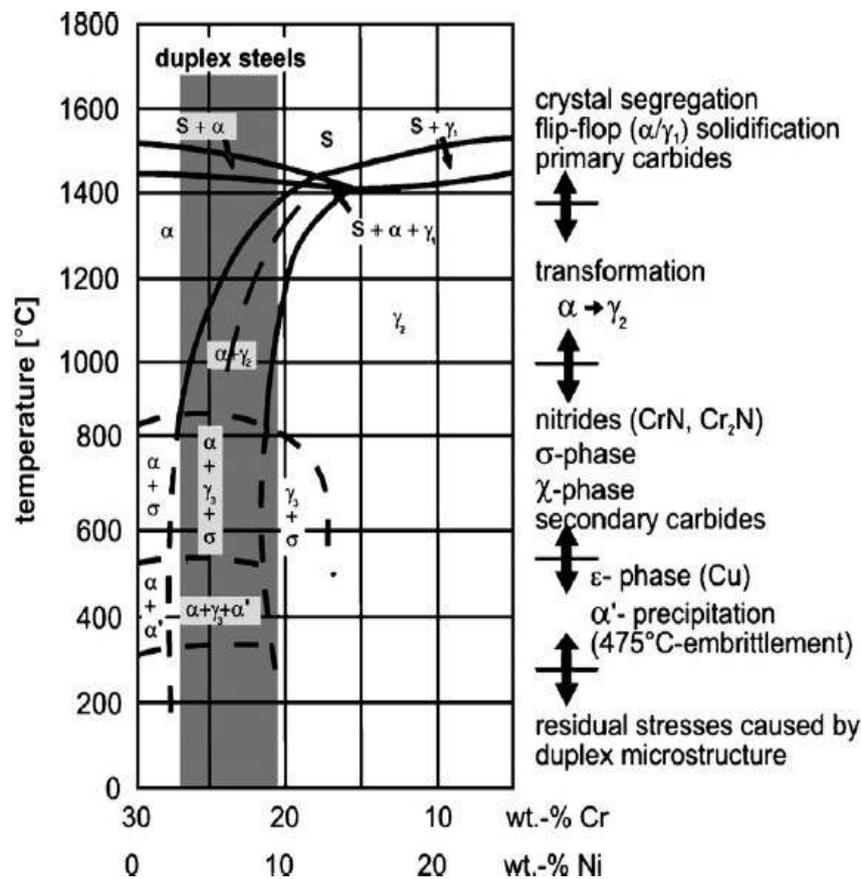


*Figure II.1* : Historique thermique d'une plaque d'acier inoxydable duplex [10]

Les aciers duplex commerciaux sont généralement à l'état liquide pour des températures supérieures à  $1450^{\circ}\text{C}$  et se solidifient complètement en phase ferritique  $\delta$  aux alentours de  $1350^{\circ}\text{C}$ . La figure II.2 représente un diagramme de phases sur lequel sont indiquées les gammes de températures des différentes transformations des phases [10]

On peut donc regrouper les évolutions microstructurales subies par les aciers austéno-ferritiques en trois catégories:

- ✓ celles se produisant au-dessus de 1050°C.
- ✓ celles se produisant dans l'intervalle 600°C et 1050°C.
- ✓ celles se produisant en dessous de 600°C.



**Figure II.2 :** Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni [16]

## II.2. Décomposition de la ferrite entre 600 et 1000°C

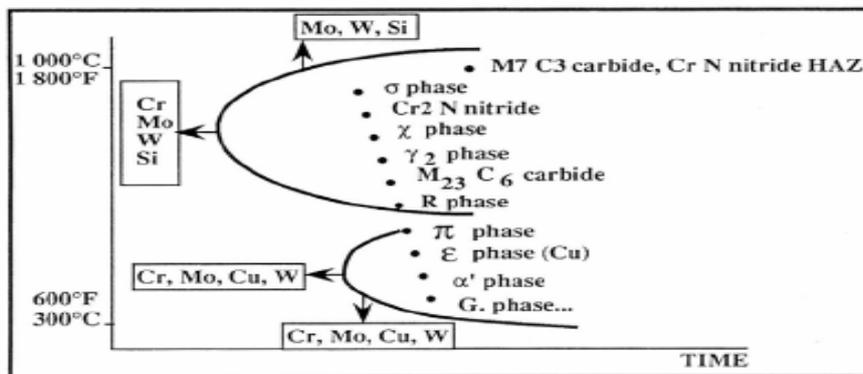
Le maintien isotherme des aciers inoxydables duplex entre 600 et 900 °C provoque des réactions métallurgiques complexes dans la ferrite donnant lieu à la formation d'un certain nombre de précipités et phases intermétalliques. La plupart de ces précipités fragilisent l'acier et leur formation est donc à éviter. Dans l'intervalle de température 600-1000 °C, la décomposition de la ferrite  $\delta$  est caractérisée principalement par la précipitation de la phase  $\sigma$ , des carbures de chrome de types  $\text{M}_7\text{C}_3$  ou  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , de la phase  $\chi$  et de l'austénite secondaire  $\gamma_2$  [7]. Le diagramme de la figure II.2 récapitule les différents précipités qui peuvent se former

lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de température.

Les transformations de phases qui interviennent dans les deux domaines de température suivants (entre 1050°C et 600°C et en dessous de 600°C) peuvent être discutées à partir de diagrammes T.T.T. des aciers austéno-ferritiques (Figure

II.3). De ce diagramme ressort, entre autre, l'influence des éléments d'alliage sur les précipitations.

L'augmentation de la teneur en Mo, en Cr, en W et en Si dans les aciers duplex a pour effet d'augmenter la vitesse de précipitation et d'agrandir le domaine de température relative à la précipitation [5].



*Figure II.3:* Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex [5]

### II.3. Formation des phases secondaires lors des traitements thermiques

Lorsqu'un acier inoxydable est soumis à un traitement thermique à une température  $T$ , les éléments d'alliage dont les teneurs sont supérieures à la limite de solubilité de ceux-ci dans la solution solide à  $T$ , peuvent diffuser afin de former des phases secondaires plus stables. La compréhension des mécanismes de formation de ces phases secondaires est importante car celles-ci entraînent un changement de composition de la matrice, qui peut engendrer la détérioration des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion des aciers inoxydables, en particulier aux joints de grains. Les principaux précipités et intermétalliques susceptibles de se former lors du vieillissement des aciers inoxydables sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau II.2:** Détails des principaux précipités et intermétalliques observés dans les aciers duplex après vieillissement [5]

<i>Type de précipité</i>	<i>Formule chimique</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Structure</i>	<i>Domaine de précipitation (°C)</i>	<i>Localisation préférentielle</i>
<i>Carbures</i>	$M_7C_3$				<i>Orthorhombique</i>	<i>950-1050 Jusqu'à 1100</i>	<i>Inter δ/γ</i>
	$M_{23}C_6$	<i>58</i>	<i>2.5</i>	<i>12</i>	<i>CFC</i>	<i>950-950</i>	<i>Inter δ/γ</i>
<i>Nitrures</i>	$Cr_2N$	<i>72</i>	<i>6</i>	<i>15</i>	<i>Trigonal</i>	<i>700-950</i>	<i>Intra δ, δ/δ, δ/γ,</i>
	$CrN$				<i>CFC</i>		
$\sigma$	<i>Fe-Cr-Mo (30Cr4Ni4- 7Mo)</i>	<i>30</i>	<i>4</i>	<i>7</i>	<i>Tétragonal</i>	<i>600-1000</i>	<i>Inter δ/γ Inter δ/δ</i>
$\chi$	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	<i>25</i>	<i>3</i>	<i>14</i>	<i>BCC-αMn</i>	<i>700-950</i>	<i>Inter δ/γ</i>
<i>R (laves)</i>	$Fe_2Mo$	<i>25</i>	<i>6</i>	<i>35</i>	<i>Trigonal, rhomboédrique et hexagonal</i>	<i>550-650</i>	<i>Inter δ/γ ou δ</i>
<i>Phase-Pi(π)</i>	<i>28%Fe35%Cr 3%Ni,34%Mo</i>	<i>35</i>	<i>3</i>	<i>34</i>	<i>cubique</i>	<i>550-600</i>	<i>Intra δ</i>
<i>Phase-epsilon ε</i>	<i>Riche en Cu</i>					<i>Non définit</i>	<i>Intra δ</i>
<i>Taux (τ)</i>					<i>orthorhombique</i>	<i>550-650</i>	
$\alpha'$	<i>Riche en Cr</i>	<i>65</i>	<i>2.5</i>	<i>13</i>	<i>BCC</i>	<i>300-525</i>	<i>Intra δ</i>
<i>Ferrite δ</i>		<i>27.4</i>	<i>8.7</i>	<i>4</i>	<i>BCC</i>		<i>Matrice</i>
<i>Phase G</i>	$(Ni,Fe,Mo)_{16}Si_7(Mn, Cr)_6$	<i>25</i>	<i>25</i>	<i>4</i>	<i>CFC</i>	<i>300-500</i>	
<i>Austénite secondaires</i>	<i>Type 1</i>	<i>Même que la ferrite</i>			<i>FCC</i>	<i>&lt;650</i>	<i>Intra δ</i>

<i>(<math>\gamma_2</math>)</i>	<i>Type 2</i>	<i>24.3</i>	<i>11</i>	<i>3.4</i>	<i>FCC</i>	<i>650-800</i>	<i>Inter <math>\delta/\gamma</math> et <math>\delta</math></i>
	<i>Type 3</i>				<i>FCC</i>	<i>700-1000</i>	<i>Avec <math>\sigma</math></i>

## **II.4. Précipités, intermétalliques et autres phases secondaires**

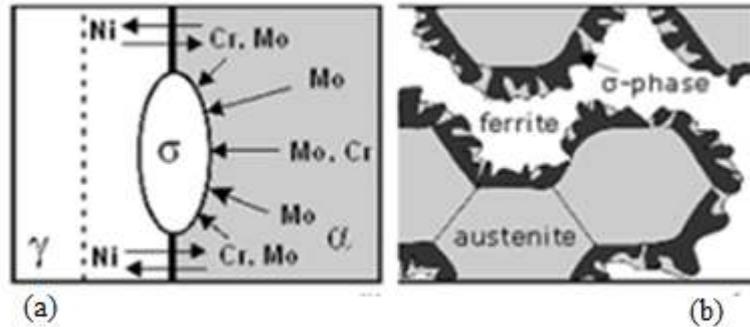
### **II.4.1. La phase $\sigma$**

La phase  $\sigma$  est sans conteste la plus étudiée des intermétalliques répertoriés lors du vieillissement des aciers inoxydables. Elle est connue pour être dure et fragile, riche en chrome et en molybdène, entraînant une diminution drastique des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion du matériau [6,12]. Des auteurs tels villanueva et al [17] ont étudié la précipitation de la phase  $\sigma$  dans les aciers austénitiques classiques (316L), superferritiques et duplex (2205), pour différents temps et températures de vieillissement. Les résultats de leurs travaux ont montré que les cinétiques de précipitation de la phase  $\sigma$  dans les aciers inoxydables peuvent être classées dans l'ordre décroissant suivant :

Duplex > Superferritique > Austénitique

En effet, les éléments  $\sigma$ -gènes sont Cr, Mo, Si, W, V, Ti, Nb et Mn, tandis que Co, Al, C et N entravent la précipitation de la phase  $\sigma$ . Les éléments  $\sigma$ -gènes et  $\alpha$ -gènes sont presque identiques, exceptés pour l'aluminium et le manganèse. La ferrite contenant des teneurs en éléments  $\sigma$ -gènes plus élevées que l'austénite est plus sujette à subir la précipitation de la phase  $\sigma$ , d'autant plus que les cinétiques de diffusion sont plus rapides dans la ferrite. La cinétique de précipitation de la phase  $\sigma$  est la plus rapide dans les aciers duplex car la microstructure et la composition de ces derniers favorisent la transformation de la ferrite  $\delta$  en phase  $\sigma$  et en austénite secondaire  $\gamma_2$ .

Le nez de fragilisation associé à la phase  $\sigma$ , correspondant à une chute de la ténacité supérieure à 95%, est observé dès 5 min de vieillissement à  $900 \pm 50^\circ\text{C}$  pour le superduplex (2507) et pour le duplex classique (2205) [10,12].



**Figure II.4 :**(a) Diffusion des atomes d'éléments alphagènes du grain ferritique vers un germe  $\sigma$  (b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface  $\gamma/\alpha$  et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [7]

#### II.4.2. Les carbures

Lors des traitements thermiques entre 700°C et 950°C, le carbone forme un précipité avec le chrome, il s'agit d'un carbure de formule général  $M_{23}C_6$  où M représente des atomes métalliques, en particulier chrome et fer. Les carbures précipitent préférentiellement aux joints de grains ferrite/austénite. Le carbure de chrome est un précipité très riche en chrome, sa formation appauvrit fortement les zones qui l'entourent en cet élément ; la résistance à la corrosion de l'acier se trouve ainsi affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. La précipitation des carbures de chrome dans les aciers inoxydables duplex se fait d'une manière discontinue; la croissance de ces carbures s'accompagne d'une migration de l'interface  $\delta\gamma$  de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique [19]. La précipitation des carbures est favorisée par la diminution de la solubilité du carbone dans l'austénite à des températures inférieures à celles de mise en solution. Les carbures de chrome  $M_{23}C_6$  ont été observés dans les soudures de l'acier duplex 2205, leur formation est favorisée par la présence de fortes teneurs en chrome et en carbone [7].

#### II.4.3. Les nitrures

Les aciers inoxydables modernes, en particulier les aciers duplex, contiennent de hautes teneurs en azote. Cet élément est susceptible de précipiter sous forme de nitrures si la concentration d'azote est supérieure à sa solubilité dans la matrice. Les nitrures les plus couramment observés sont de type  $Cr_2N$ . Le vanadium est connu pour stabiliser ces nitrures, et peut partiellement se substituer au chrome des  $Cr_2N$ , de même que le fer et le molybdène, le

carbone peut se substituer partiellement à l'azote des  $Cr_2N$ . Les aciers inoxydables stabilisés contiennent des nitrures de type MN, qui précipitent à partir d'éléments comme Nb, Ti, Zr. Ils ont la même structure que les carbures de type MC, avec une stabilité supérieure et une morphologie en facettes. La précipitation de CrN en forme de plaquettes a aussi été observée dans la ferrite d'un acier Fe-Cr [10].

#### **II.4.4. L'austénite secondaire**

L'azote est généralement introduit dans les aciers inoxydables duplex pour renforcer la stabilité de l'austénite et améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique de l'acier. Grâce à sa solubilité élevée, cet élément est maintenu en solution solide lors du chauffage de l'acier à des températures supérieures à 1100°C. Lors du refroidissement depuis ces températures, la ferrite devient sursaturée en cet élément; une précipitation compétitive de l'austénite secondaire et des nitrures de chrome est ainsi déclenchée [18].

La composition chimique de l'acier, la taille des grains et la vitesse de refroidissement sont des facteurs déterminants du type de précipité qui domine la microstructure de l'acier. Deux types d'austénite secondaire sont en général rencontrés dans l'acier duplex 2205 :

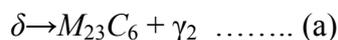
- ✓  $\gamma_2$  intergranulaire : précipite aux interfaces  $\delta/\gamma$
- ✓  $\gamma_2$  intragranulaire : précipite dans les grains ferritiques. Celle-ci se forme par un mécanisme de germination et de croissance contrôlé par diffusion [7]

### **II.5. Mécanisme de formation**

#### **A l'interface $\gamma/\delta$ :**

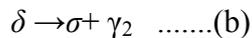
La formation de nitrures, de carbures et d'intermétalliques telle que la phase  $\sigma$  entraîne une absorption des éléments d'alliages environnant et donc un appauvrissement local de la matrice. Dans les aciers duplex, cet appauvrissement se produit principalement dans la ferrite  $\delta$ , où la diffusion est plus rapide et les teneurs en chrome plus élevées que dans l'austénite.

La précipitation de  $Cr_2N$  a été observée aux joints de phases  $\gamma/\delta$  dans un acier duplex (2507) après 10 min de vieillissement à 850°C. Aux premiers stades de la précipitation, l'austénite  $\gamma$  croît dans la ferrite  $\delta$ , entre les nitrures présents sur les joints de phases  $\gamma/\delta$ . Cette austénite est appelée austénite secondaire  $\gamma_2$ , car sa composition diffère de l'austénite primaire. Lee et al [19] ont étudié la précipitation à l'interface  $\gamma/\delta$ , lors du vieillissement isotherme d'un acier duplex (2205). D'après ces auteurs, la ferrite  $\delta$  se décompose suivant une transformation eutectoïde de type :



Cette transformation (a) se produit car la précipitation de  $M_{23}C_6$  entraîne un appauvrissement local de la ferrite en chrome, au voisinage des joints de phases. Ils concluent que cet appauvrissement est la force motrice qui entraîne la croissance de l'austénite secondaire  $\gamma_2$  dans la ferrite  $\delta$  et conjointement. Lee *et al* [19] observent donc des lamelles d'austénite  $\gamma_2$  et de  $M_{23}C_6$  alternées, en relation d'orientation cube-sur-cube, dont la croissance a provoqué une migration de l'interface  $\gamma/\delta$  correspondante. Ils rapportent aussi un autre type de précipitation de  $M_{23}C_6$ , où le joint de phases migre dans la ferrite  $\delta$  mais les précipités restent sur l'interface  $\gamma/\delta$  initial.

Pour des temps de vieillissement supérieurs, ils ont observé la précipitation de la phase  $\sigma$  à l'interface  $\gamma/\delta$ . Ils attribuent le retard de la germination de la phase  $\sigma$  par rapport à celle des  $M_{23}C_6$  à sa cohérence cristallographique plus faible. Une fois la précipitation lamellaire terminée, ils observent une seconde décomposition de la ferrite  $\delta$ , via une transformation eutectoïde au niveau du front de précipitation des  $M_{23}C_6$ , décrite par l'équation (b). Celle-ci se produit par absorption du chrome par la phase  $\sigma$  et par rejet du nickel dans la ferrite  $\delta$  adjacente.



L'azote et le carbone sont très peu solubles dans la phase  $\sigma$ , la précipitation de cette dernière se produit généralement après la formation de nitrures et de carbures, une fois que les taux en éléments interstitiels passent sous un certain seuil de concentration. La précipitation de la phase  $\sigma$  dans les duplex est donc connue pour commencer à l'interface  $\gamma/\delta$ , et se propage rapidement dans la ferrite  $\delta$ . En fonction de la composition chimique de l'acier cette transformation peut se produire jusqu'à disparition complète de la ferrite  $\delta$ , comme montré par Josefsson, Nilsson et Wilson [18] sur un acier duplex (2507) vieilli 72 h à 700°C, tandis qu'aucun changement microstructural n'est observé dans l'austénite. La précipitation de la phase  $\sigma$  lors de refroidissements continus a été étudiée par Chen *et al* [20] sur un acier duplex (2205). Ils ont ainsi observé les premiers stades de la précipitation de la phase  $\sigma$  à l'interface  $\gamma/\delta$  et ont conclu que cette dernière germe préférentiellement sur des carbures intergranulaires de type  $M_{23}C_6$ , sans formation systématique d'austénite secondaire  $\gamma_2$  et croît dans la ferrite  $\delta$  car cette phase est plus riche en chrome et molybdène [10].

***Partie II : Partie Expérimentale***  
***Chapitre III : Matériaux et technique  
de caractérisation***

## **Introduction**

Dans cette partie, nous faisons le point sur les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons (2101, 2205 et 2507) vieillis thermiquement. Tout d'abord nous présentons ces nuances duplex, par la suite et par ordre chronologique, les différentes techniques de caractérisation métallographique et mécanique utilisées. Toute cette partie expérimentale a été réalisée au niveau du centre de recherche en technique industrielles CRTI de Chéraga.

### **III.1 Matériaux d'étude**

Les matériaux étudiés dans ce travail sont des aciers inoxydables austéno-ferritiques, à savoir :

- Lean duplex 2101
- Duplex standard 2205
- Super duplex 2507

#### **III.1.1 Prélèvement des échantillons**

Plusieurs échantillons de forme rectangulaire ont été découpés des tôles de chaque acier, pour réaliser les traitements thermiques de vieillissement adéquats.

#### **III.1.2 Analyse chimique**

L'analyse chimique est réalisée dans le but de vérifier et révéler les éléments chimiques présents dans les différents aciers. Celle-ci est réalisée à l'aide FOUNDRY-MASTERPRO un spectromètre de laboratoire permettant de déterminer la composition chimique des différentes nuances d'aciers inoxydables duplex étudiées. L'échantillon à analyser est placé sur le support d'étincelage et serré par une pince de maintien. L'échantillon est brûlé en surface par un arc électrique. À la décharge, une zone de la surface de l'échantillon est fondue et est évaporée sous l'action de la brûlure. L'énergie élevée contenue dans l'étincelle génère un plasma. Ce plasma émet de la lumière dont le spectre est analysé et mesuré grâce à des dispositifs à couplage de charge (DCC, puces à semi-conducteurs sensibles à la lumière). Une zone du spectre mesuré peut être attribuée à chaque élément. L'instrument est commandé par des touches grâce à un logiciel fourni qui affiche le résultat de l'analyse sur l'écran du PC connecté. Le résultat de l'analyse peut être

enregistré dans la base de données interne ou être exporté. La comparaison avec les données enregistrées permet de déterminer immédiatement si l'analyse présente des écarts par rapport aux spécifications applicables. Des certificats peuvent être facilement établis et imprimés.



*Figure III.1:* Analyseur chimique FOUNDRY-MASTERPRO

### **III.2 Traitement thermique**

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four tubulaire à résistance électrique (figure III.1a) de marque NABERTHERM ( $T_{\text{max}} = 1200^{\circ}\text{C}$ ) au centre de recherche (CRTI) de Chéraga. Ces traitements ont été réalisés en deux étapes selon les séquences de la figure III.1b :

### III.2.1 Traitement d'homogénéisation

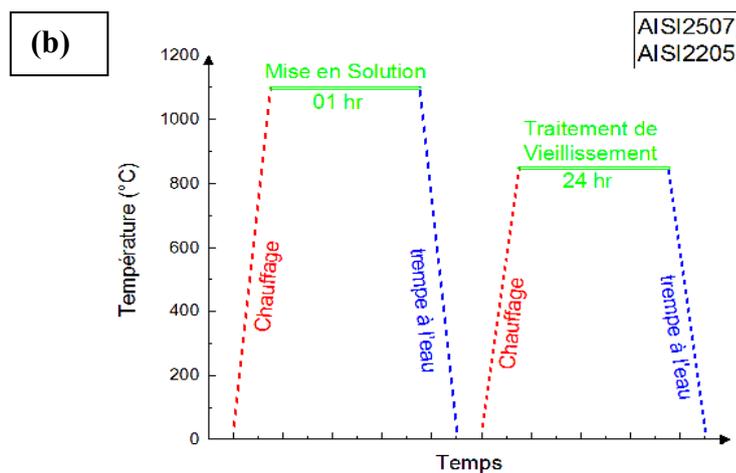
C'est une mise en solution à une température de 1050°C pendant une heure, suivi d'une trempe à l'eau.

### III.2.2 Traitement de vieillissement

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four à résistance électrique de marque Nabertherm Tmax =1200°C au centre de recherche CRTI Cheraga.

C'est un vieillissement à 750°C pendant 24h pour le lean duplex et à 850°C pendant 24h pour les deux autres nuances d'acier (2205 et 2507), suivi d'une trempe à l'eau.

Les dimension des échantillons 2x1x0.8 cm



**Figure III.2:** (a) Four de traitement thermique, (b) Séquences du traitement thermique réalisé.

### **III.3 Techniques de caractérisations:**

Les techniques expérimentales de caractérisations adoptées dans cette étude sont :

#### **III.3.1 Préparation métallographique**

Les différents échantillons traités ont subi différentes étapes de préparation de surface, pour l'analyse micrographique.

##### **a) Polissage mécanique:**

Le polissage se fait généralement en deux étapes:

- Pré polissage : Il se fait par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Il se fait habituellement sous eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.
- Polissage de finition : Ce polissage consiste à frotter l'échantillon sur un disque de feutre, imprégné d'une suspension d'OPS (suspension à la silice colloïdale)



*Figure III.3* : La polisseuse utilisée

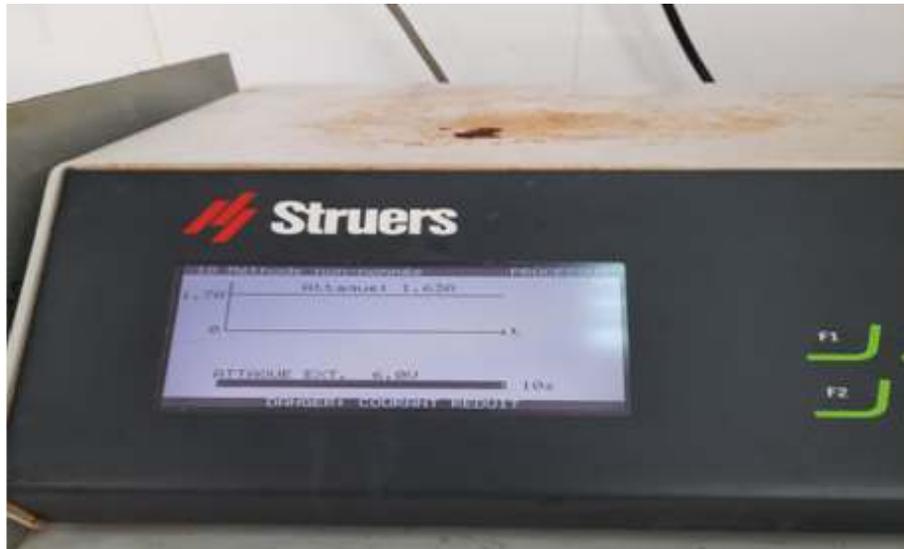
##### **b) Attaque électrolytique :**

Généralement pour révéler la microstructure des aciers inoxydables, une attaque chimique ou électrolytique est nécessaire. Nous avons dans notre étude opté pour une attaque électrolytique. Cette technique nécessite un échantillon conducteur, son principe est le même que celui de l'attaque chimique, la seule différence est que l'échantillon sert d'anode

dans une cellule électrochimique, ce qui produit l'enlèvement de matière à sa surface. L'attaque électrolytique forme ainsi une couche anodisée à la surface de l'échantillon parfaitement poli.

L'appareillage (figure III.4) se compose d'un récipient en acier inoxydable, qui joue le rôle d'une cathode (contenant l'électrolyte KOH) et l'échantillon comme anode, un voltmètre et un ampèremètre permettent de suivre les caractéristiques électriques indiquées pour la solution appropriée. Pour notre cas, on a utilisé :

- L'hydroxyde de potassium KOH (0.1N), comme solution d'attaque
- Tension : 6V
- Temps: 10s

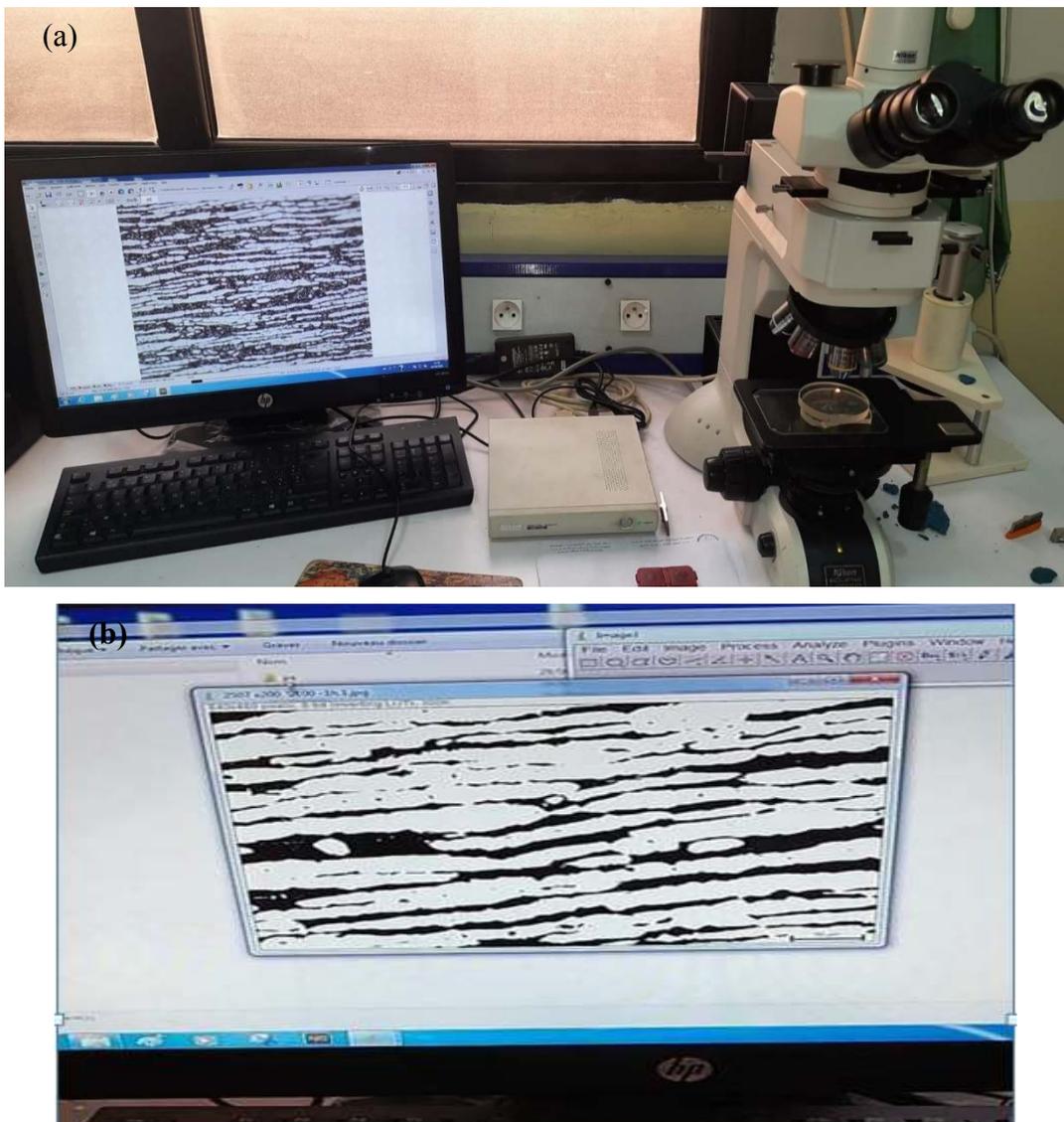


*Figure III.4:*Dispositif d'attaque électrolytique

### III.3.2 Observation au microscope optique :

L'examen métallographique consiste à visualiser la microstructure d'un matériau, en réalisant sur un échantillon poli un examen micrographique pour déterminer la propreté du matériau et un examen microscopique après attaque chimique ou électrolytique, pour analyser la microstructure. Dans cet objectif, un microscope optique (figure III.5) de marque Nikon éclipse (LV100 ND), doté d'une caméra numérique avec logiciel de traitement (Nikon DS-Fi2) a été utilisé.

Le logiciel imageJ FigureIII.5(b) a été utilisé pour les calculs des fractions volumiques



**Figure III.5:(a)** Le microscope optique NIKON ECLIPSE LV100NO

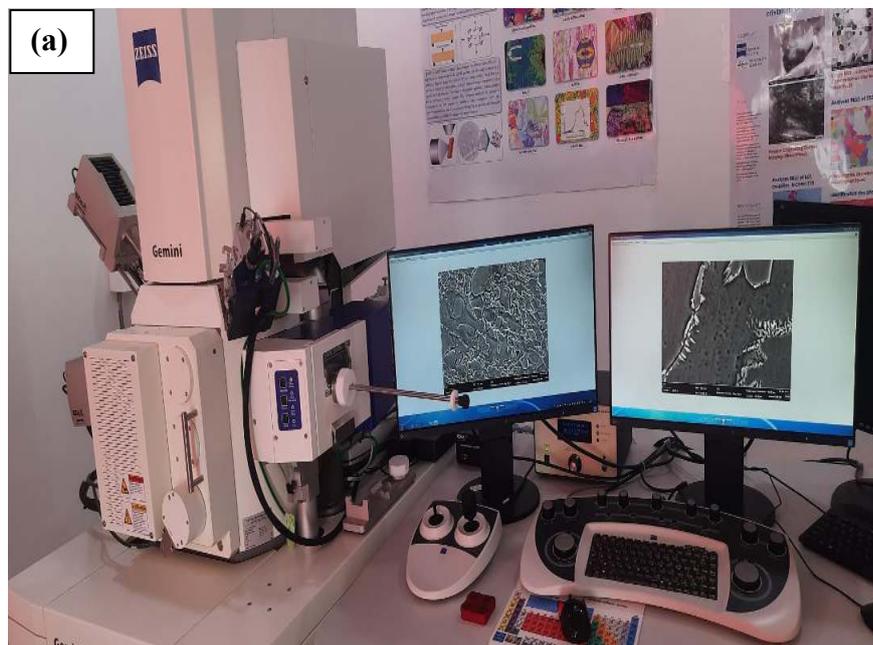
**(b)** Logiciel image J

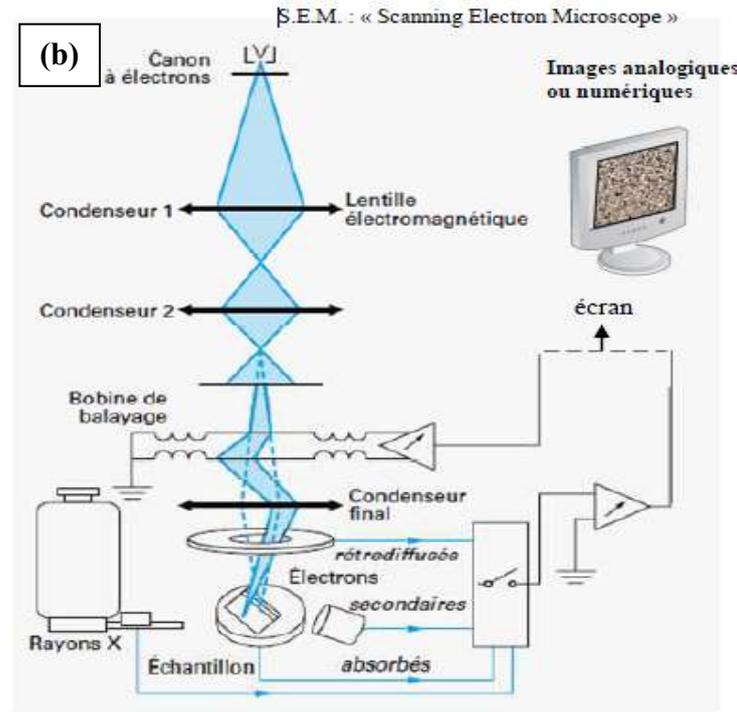
### III.3.3 Observation au microscope électronique à balayage

#### Principe:

Le microscope électronique à balayage ou MEB (SEM *scanning electron microscopy*) utilise un fin faisceau d'électrons, émis par un canon à électrons. Des lentilles électromagnétiques permettent de focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon. L'interaction entre les électrons et l'échantillon provoque la formation d'électrons secondaires de plus faible énergie. Ils sont amplifiés puis détectés et convertis en un signal électrique. Ce processus est réalisé en chaque point de l'échantillon par un balayage du microscope. L'ensemble des signaux permet de reconstruire la topographie de l'échantillon et de fournir une image en relief.

La préparation des échantillons est contraignante. Ils doivent être déshydratés puis subir un traitement pour devenir conducteur (fixation des tissus, nettoyage). L'échantillon est ensuite placé sur le porte-objet.





**Figure III.6 :** (a) Microscope électronique à balayage (b) Schéma de principe du microscope électronique à balayage

Cet essai a été réalisé au niveau du centre de recherche (CRTI) de Chéraga à l'aide d'un microscope électronique de type (ZEISS Gemini SEM 300), voir **figure III.6**. Pour déterminer la composition chimique de chaque phase, une analyse ponctuelle a été effectuée grâce à la spectrométrie par dispersion d'énergie (EDS).

### III.3.4 Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX)

**Principe:**

Pour identifier les différentes phases existantes, nous avons utilisé l'analyse par DRX. Le principe de cette méthode est de faire tourner un échantillon devant un faisceau de RX monochromatique afin de ramener les plans cristallographiques des petits cristaux composant le matériau, en position de Bragg. Ainsi, successivement les plans réticulaires diffractent le rayonnement incident qui se traduit par des pics sur le diagramme de diffraction.

$$\text{Loi de Bragg: } \lambda = 2d \sin\theta$$

Avec :

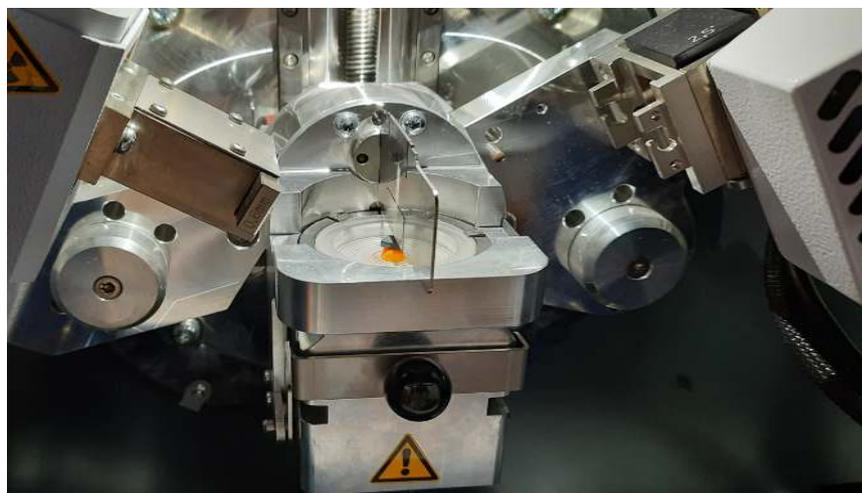
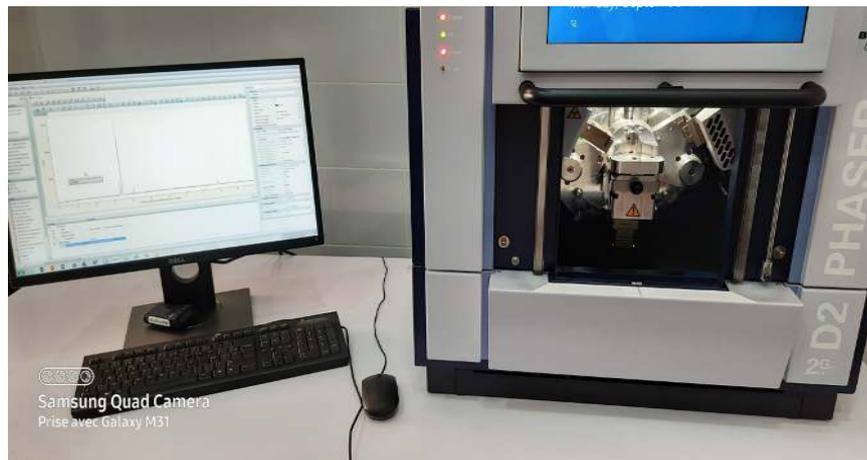
$\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau incident.

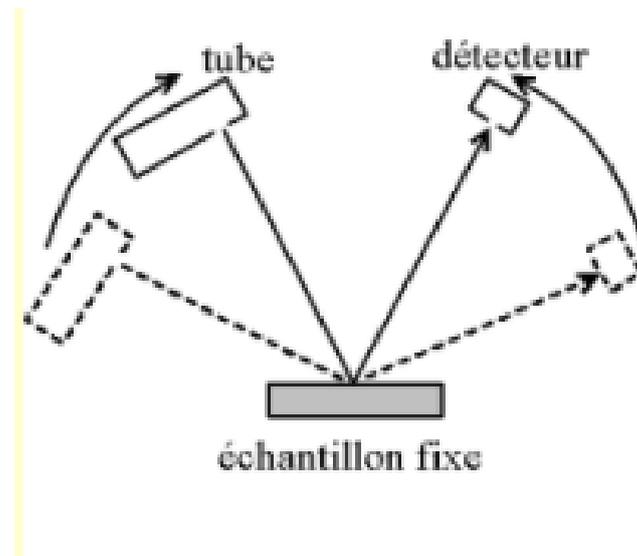
$d$  : Distance interréticulaire entre les plans diffractant de la famille considérée

$2\theta$ : Angle de déviation du faisceau incident.

Lorsque l'angle d'incidence  $\theta$  correspond à un angle de Bragg pour la longueur d'onde fixée, on enregistre un pic de diffraction dont on mesure l'intensité.

Dans le cas d'un matériau polyphasé, les spectres des différentes phases sont superposés, avec des intensités respectives qui dépendent essentiellement des quantités de chaque phase. La superposition des spectres complique l'indexation des pics et l'identification des espèces. La connaissance d'une des phases en présence permet, après indexation de ses pics de diffraction, de les soustraire du spectre global pour déterminer plus facilement les autres phases. Une analyse chimique élémentaire préalable diminue les erreurs possibles, en restreignant le champ d'investigation aux espèces contenant les éléments identifiés.





**Figure III.7 :** (a) Diffractomètre des rayons X b) Schéma descriptif de la diffraction (DRX)

### III.3.5 Microdureté

L'essai consiste à imprimer dans l'échantillon un pénétrateur en forme de pyramide à base carrée-sous une charge  $F$ , et à mesurer les diagonales  $d_1$  et  $d_2$  sur la surface après enlèvement de la charge (**Figure III.14**). La microdureté Vickers est inversement proportionnelle à la surface de l'empreinte, plus le matériau est dur plus il résiste et la pénétration de l'indenteur sera moins profond

Le microduremètre utilisé est de type BUEHLER LTD LAKE BLUFF USA, avec une charge de 100g

$$H_v = \text{Constante} \frac{\text{charge de l'essai}}{\text{aire de l'empreinte}}$$

$$= 0.102 \cdot \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2}$$

$$= 0.189 \cdot \frac{F}{d^2}$$

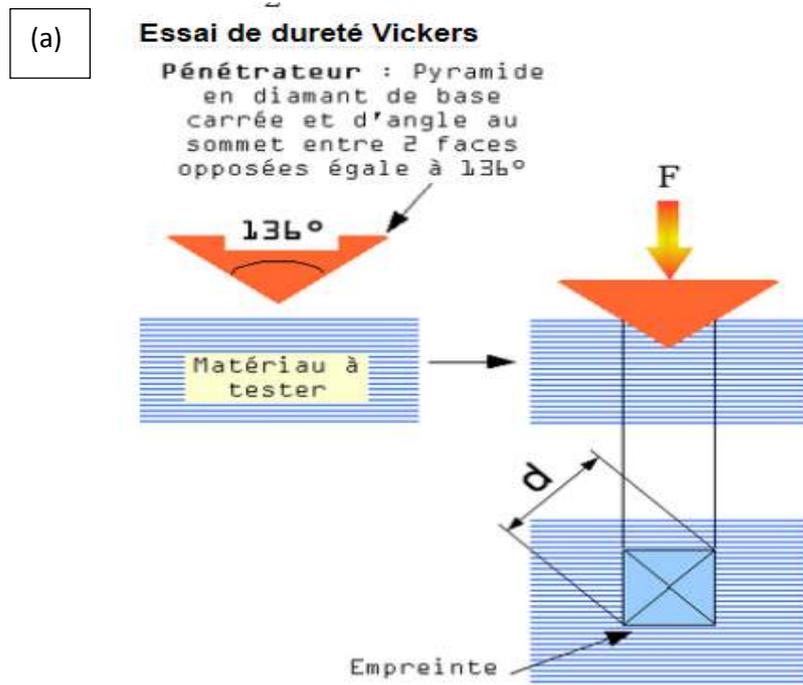
$$\text{Constante} = \frac{1}{g} = \frac{1}{9.8066} = 0.102$$

$$d = \frac{d_2 + d_1}{2}$$

F : est la force appliquée en N (dépend de la masse choisie)

g : est l'accélération de pesanteur ( $9.81 \text{ m.s}^{-2}$ )

d : est la moyenne des diagonales de l'empreinte (mm)





*Figure III.8:* (a) Principe de l'essai de Microdureté Vickers,(b) Microduromètre utilisé

### **III.4 Caractérisation par microscope à force atomique (AFM)**

#### **Principe :**

La microscopie à force atomique est bien connue pour sa capacité à cartographier la morphologie de la surface d'un échantillon à l'échelle nanométrique. Son principe (Figure III.10-a) repose sur la détection des variations de l'interaction entre une surface et une pointe très fine, (Figure III.10-(a)-étape C) qui est fixée à l'extrémité d'un micro-levier flexible simplement encastré (Figure III.10-(a) étape A). Suivant l'intensité et la direction de l'interaction pointe-surface, le micro-levier se déforme verticalement (Figure III.10-(a) étape E) de manière proportionnelle. En mode statique, afin de maintenir la pointe à l'équilibre, la sonde vérifie le principe fondamental de la dynamique :

$$\Sigma \vec{F}_P = \vec{F}_P/S + \vec{F}_P/L = 0$$

Où  $\vec{FP}/S$  et  $\vec{FP}/L$  sont respectivement les vecteurs forces selon l'axe Z. Ils s'appliquent à la pointe, entre la pointe et la surface et entre la pointe et le levier.

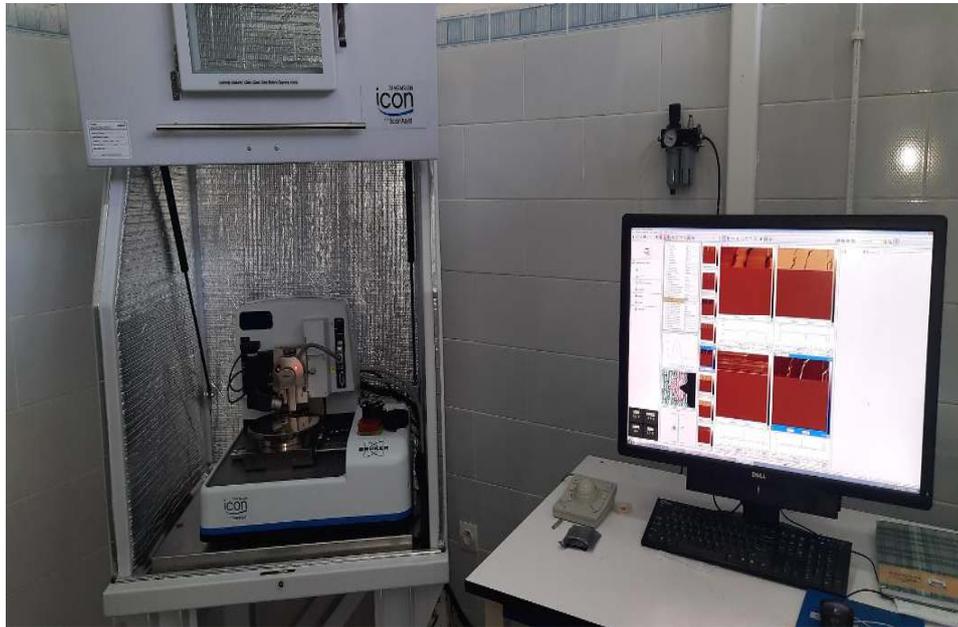
Comme les déformations verticales du levier sont très faibles (moins d'un micron) comparées à la longueur du micro-levier (quelques centaines de microns), le micro-levier travaille dans un régime élastique, qui peut être décrit par un système masse-ressort.

La sonde AFM (microlevier et pointe) est fixée à un scanner piézoélectrique qui permet de balayer la surface en trois dimensions avec une résolution sub-nanométrique (Figure III.10-(a)- étape D).

La sonde AFM est constituée d'une pointe fine fixée à un micro-levier simplement encastré (A) et (B). L'extrémité de la pointe est modélisée comme une nano-sphère qui confère la résolution latérale à l'échelle nanométrique. Le balayage de l'échantillon est réalisé par un scanner piézoélectrique (D). Les interactions interatomiques entre l'extrémité de la pointe et la surface de l'échantillon induisent la déflexion  $\delta$  du micro-levier (E).

Un faisceau optique, basé sur un laser focalisé au bout du levier au-dessus de la pointe, est réfléchi vers une photodiode (PSD) où il produit un signal  $\Delta p$  proportionnel à  $\delta$ .

Lors du balayage, la topographie de la surface est relevée (Figure III.10-(a) étape F) soit en enregistrant la déformation  $\delta$  du levier (mode statique dit à altitude constante), soit en ajustant le scanner verticalement d'une variation de longueur  $Z_s$  qui maintient la force pointe-surface  $FP/S$  constante (mode statique dit à force constante) grâce à un système d'asservissement de type PID (gains Proportionnel, Intégral et Dérivé).



*Figure III.9: Microscope à fore atomique*

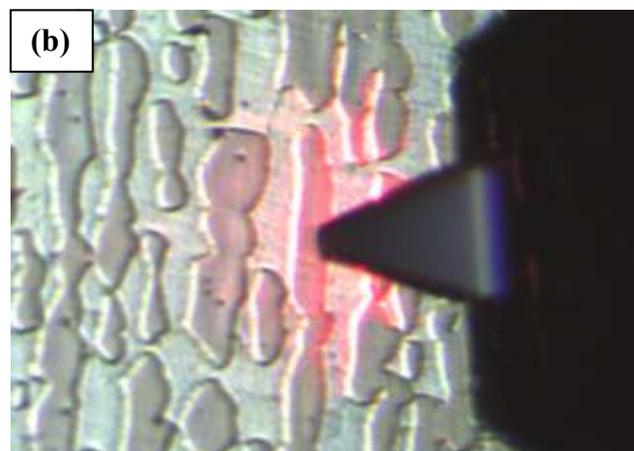
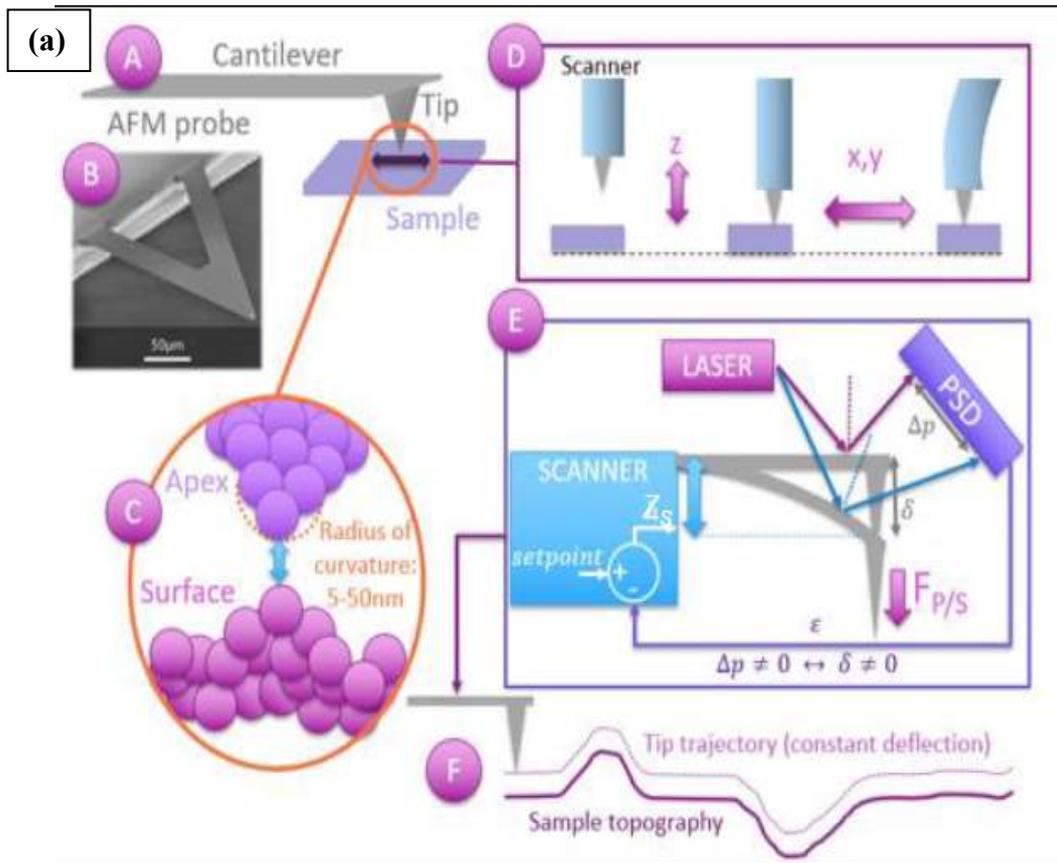


Figure III.10:(a) Schéma illustrant le principe de l'AFM

(b) Scan de la microstructure par la pointe PFQNE-AL



*Figure III.11:*Les pointes utilisées

### **III.4.1 Différents modes d'imagerie utilisés :**

#### **a) Tapping Mode**

C'est le mode d'imagerie AFM le plus populaire, l'épine dorsale des techniques spécialisées. Le développement du *TappingMode*<sup>TM</sup> a permis aux chercheurs d'imager des échantillons trop fragiles pour supporter les forces latérales du mode contact et d'utiliser des vitesses de balayage bien supérieures à celles qui pouvaient être obtenues en mode sans contact.

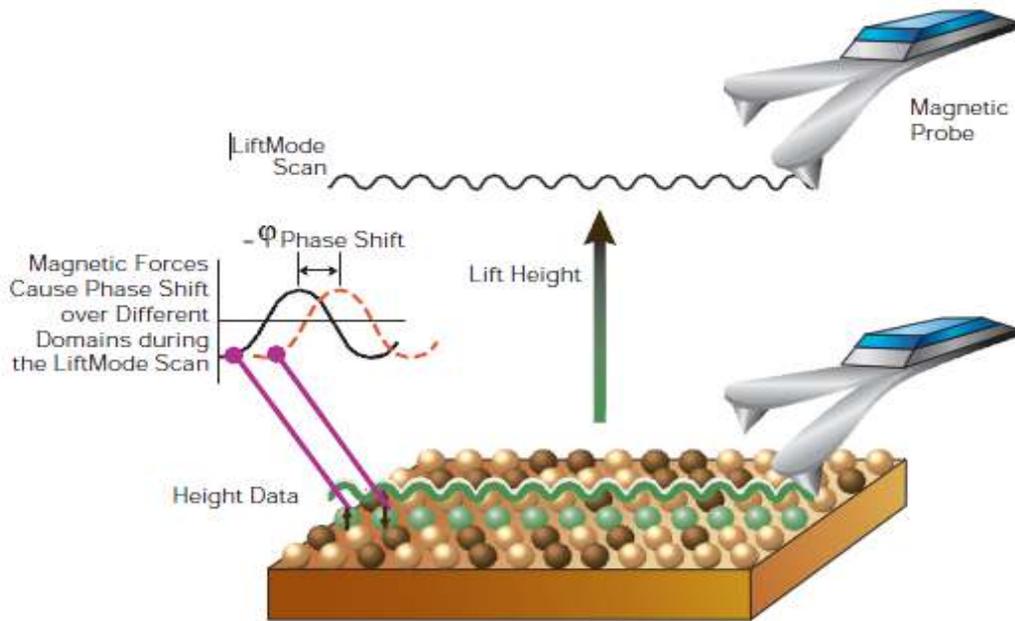
L'AFM *TappingMode* est une technique brevetée par *Bruker* qui cartographie la topographie en tapant légèrement la surface avec une pointe de sonde oscillante.

L'amplitude d'oscillation du cantilever change en fonction de la topographie de la surface de l'échantillon, et l'image topographique est obtenue en surveillant ces changements et en fermant la boucle de rétroaction z pour les minimiser. Ce mode AFM populaire constitue la base de nombreux modes avancés, tels que la microscopie à force électrique (EFM) et la microscopie à force magnétique (MFM).

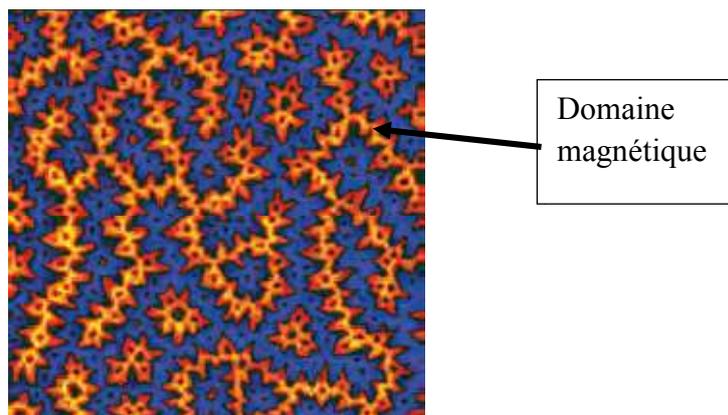
#### **b) Mode MFM :**

Chaque ligne de l'échantillon est d'abord balayée en fonctionnement TappingMode pour obtenir la topographie de l'échantillon.

Les informations topographiques sont stockées et retracées avec un décalage de hauteur sélectionnable par l'utilisateur en LiftMode, pendant lequel les données magnétiques sont collectées. Les hauteurs de levage typiques en MFM vont de 20 à 118nm [21].



*Figure III.10* :Schéma illustrant le principe MFM [22]



*Figure III.11* : Domaines magnétiques dans un échantillon d'acier [22]

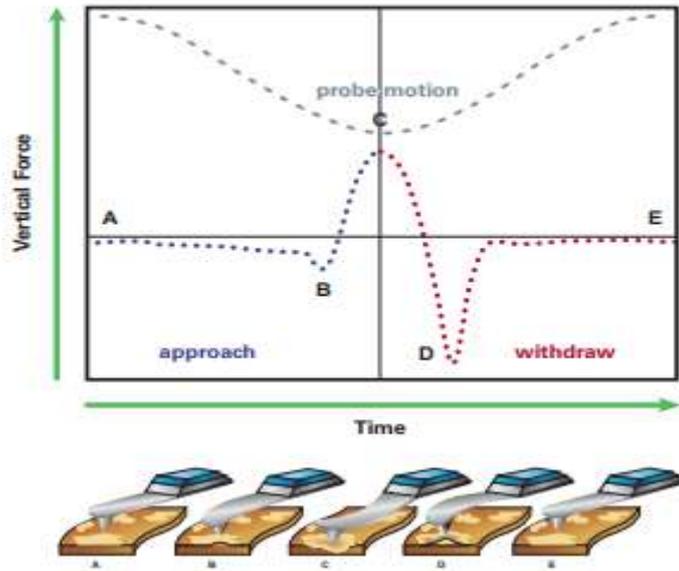
**c) PeakForce mode**

Les forces d'imagerie les plus faibles possibles (*de l'ordre de picoNewton* pN). Le **PeakForceTapping®** exclusif de **Bruker** constitue la percée scientifique la plus importante dans la technologie des microscopes à force atomique (**AFM**) depuis l'introduction du **TappingMode™**. Il fournit une imagerie haute résolution sans précédent, étend les mesures AFM à une gamme d'échantillons à laquelle on n'avait pas accès auparavant et permet de manière unique la cartographie simultanée des propriétés à l'échelle nanométrique.

- il fournit une imagerie de très haute résolution
- il permet de contrôler avec précision l'interaction entre la sonde et l'échantillon, ce contrôle supérieur de la force permet d'obtenir l'imagerie AFM la plus cohérente et la plus haute résolution pour la plus large gamme d'échantillons, des échantillons biologiques les plus mous aux matériaux très durs.
- les faibles forces préservent la forme de la sonde pour une durée de vie plus longue et une imagerie plus cohérente

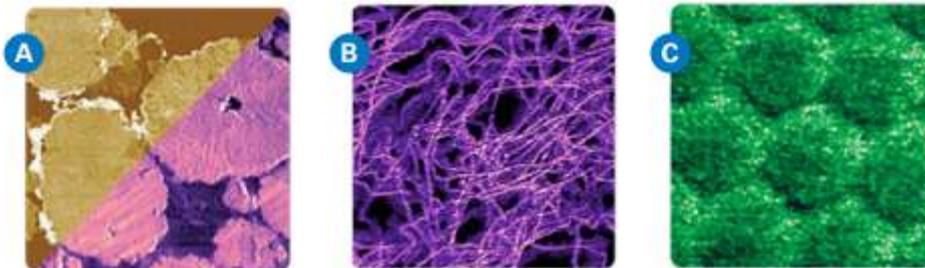
**Principe :**

La sonde tape périodiquement sur l'échantillon et la force d'interaction au niveau pN est mesurée directement par la sonde. L'échantillon et la force d'interaction de niveau pN est mesurée directement par la déflexion du cantilever. Une véritable boucle de rétroaction (pas de déclenchement de force) permet de maintenir la force maximale à 10 pN à des vitesses d'actionnement allant jusqu'à 8 kHz, dans l'air et les fluides.



**Figure III.12** : Principe de scan en PeakForce Mode [22]

La plus grande puissance de la technologie vient toutefois de sa capacité à permettre d'améliorer simultanément d'autres techniques de cartographie corrélative et quantitative. Elle fournit de nouvelles informations mécaniques, électriques et chimiques sur des échantillons auparavant inaccessibles et offre de nouvelles possibilités allant de la matière molle aux pérovskites et à la recherche énergétique.

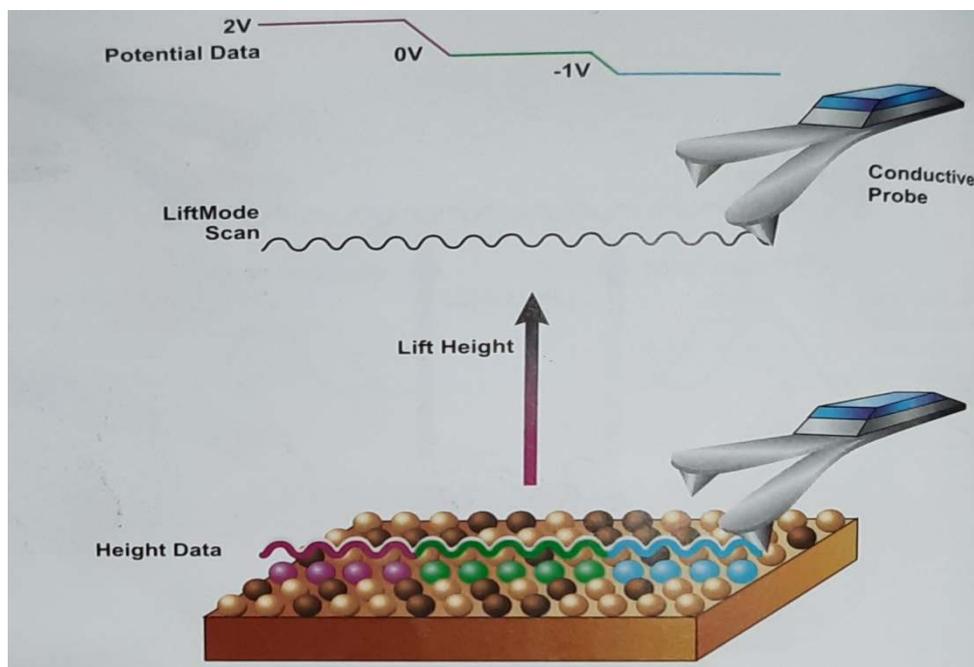


**Figure III.13** :(A) Cartographie électrique et mécanique corrélée révèle grains d'oxyde métallique inactifs dans une cathode de batterie ; (B) mesure de la conductivité de nanofils P3HT qui ne se prêtent pas au mode contact ; et (C) distribution de la déformation à l'échelle nanométrique dans le graphène sur le nitrure de bore [21].

**d) Peak force KPFM (Kelvin Probe Force Microscopy)**

La microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) permet de cartographier à haute résolution le potentiel de surface et la topographie d'une grande variété d'échantillons, les nanostructures métalliques et semi-conductrices (qui sont utilisées dans une variété de dispositifs, des biocapteurs aux cellules solaires).

Ce mode permettant de mesurer la fonction de travail des surfaces, c'est une technique d'analyse couramment utilisée dans la recherche sur la corrosion



**Figure III.13** : Principe de scan en PeakForce KPFM Mode [22].

***Partie II : Partie Expérimentale***  
***Chapitre IV : Résultats et Interprétation***

## Introduction

Ce chapitre se concentre sur l'évolution de la microstructure et de la microdureté des trois aciers vieillis 2101, 2205 et 2507. Un intérêt particulier est porté aux détails des topographies de la structure des grains et la distribution du potentiel sur les surfaces des différents états thermiques.

### Identification des métaux d'étude

Le *tableau IV.1*, ci-dessous, présente le résultat de l'analyse de la composition chimique des trois aciers duplex utilisés dans cette investigation LDX 2101, SDX 2205 et SDSS 2507. Cette composition chimique s'insère dans l'intervalle de la composition chimique théorique cité dans le *chapitre I*.

**Tableau IV.1** Analyse de la composition chimique des aciers duplex.

	<i>Fe</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Nb</i>	<i>N</i>	<i>V</i>
<b>2101</b>	Bal.	0.228	0.789	3.95	20.1	0.276	1.66	0.212	0.023	1.2	0.048
<b>2205</b>	Bal.	0.0446	0.453	1.46	21.8	3.66	5.17	0.190	0.0225	0.107	0.0406
<b>2507</b>	Bal.	0.033	0.445	0.791	26.5	3.51	6.63	0.0961	0.0312	0.236	0.167

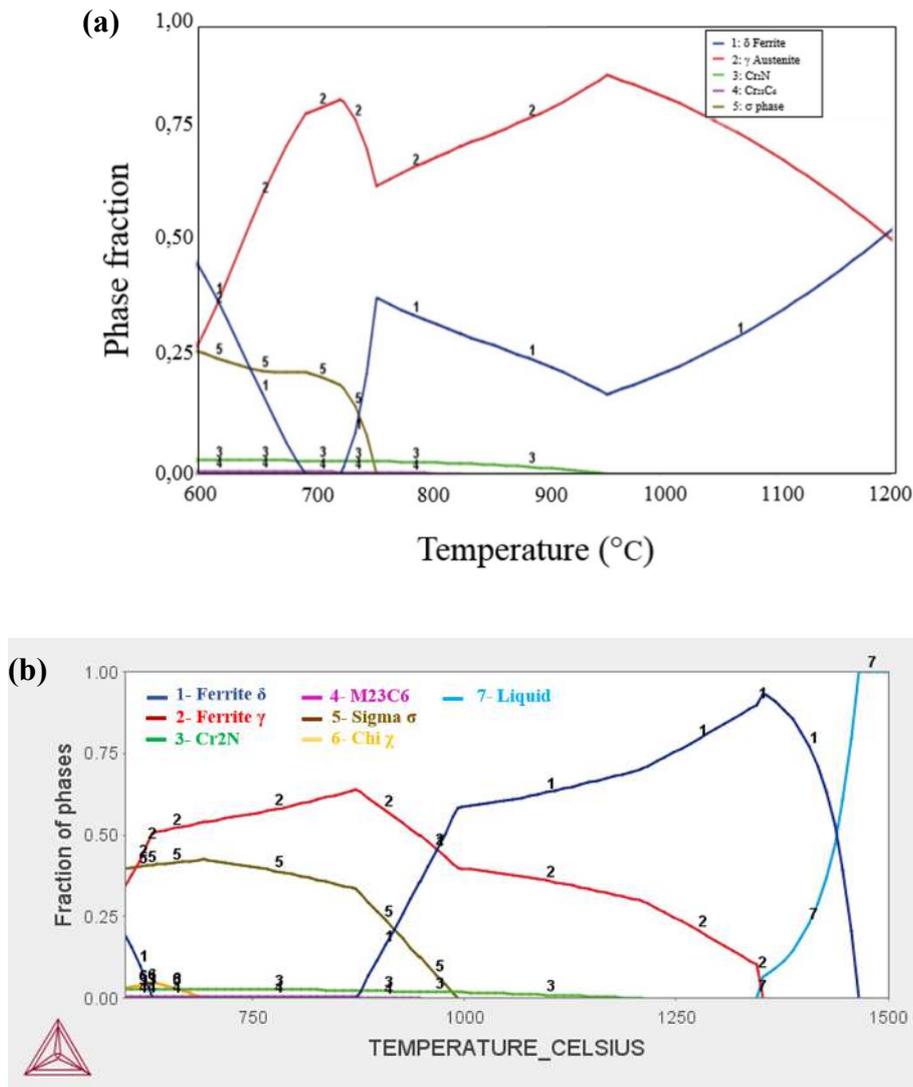
### IV.1 Calcul du diagramme des phases par Thermo-Calc

Le logiciel Thermo-Calc et la base de données thermodynamique (TCFE7) ont permis d'établir les fractions molaires des phases à l'équilibre fonction de la température pour les différents alliages considérés, montrant ainsi l'influence des éléments d'alliage sur l'évolution de ces fractions.

La *figure IV.1a* présente le diagramme calculé par Thermo-Calc des phases présentes dans l'acier LDX 2101 traité. On constate la formation de phases secondaires telles que ; les nitrides, les carbures et la phase sigma. On remarque aussi qu'en dessous de 760 °C, il y a formation de nitrides, carbures et la phase intermétallique Sigma ( $\sigma$ ), où la fraction molaire la plus élevée des nitrides est d'environ ~4% à la température de 750°C et ce au

détriment de la ferrite (environ 38 %). Simultanément, une petite fraction de carbures (0.5%) est formée.

Le calcul thermodynamique pour l'acier 2507 (**figure IV.1b**) montre la présence de l'austénite  $\gamma$ , de la phase  $\sigma$  (32%), des nitrures (5%) et une petite quantité de carbures de chrome à la température de vieillissement de 850°C.



**Figure IV.1** Calcul thermodynamique par logiciel Thermo-Calc des phases présentes dans le (a) LDX 2101, (b) SDSS 2507 [23].

## **IV.2 Effet du traitement thermique sur la microstructure**

### **IV.2.1 Effet du traitement de mise en solution**

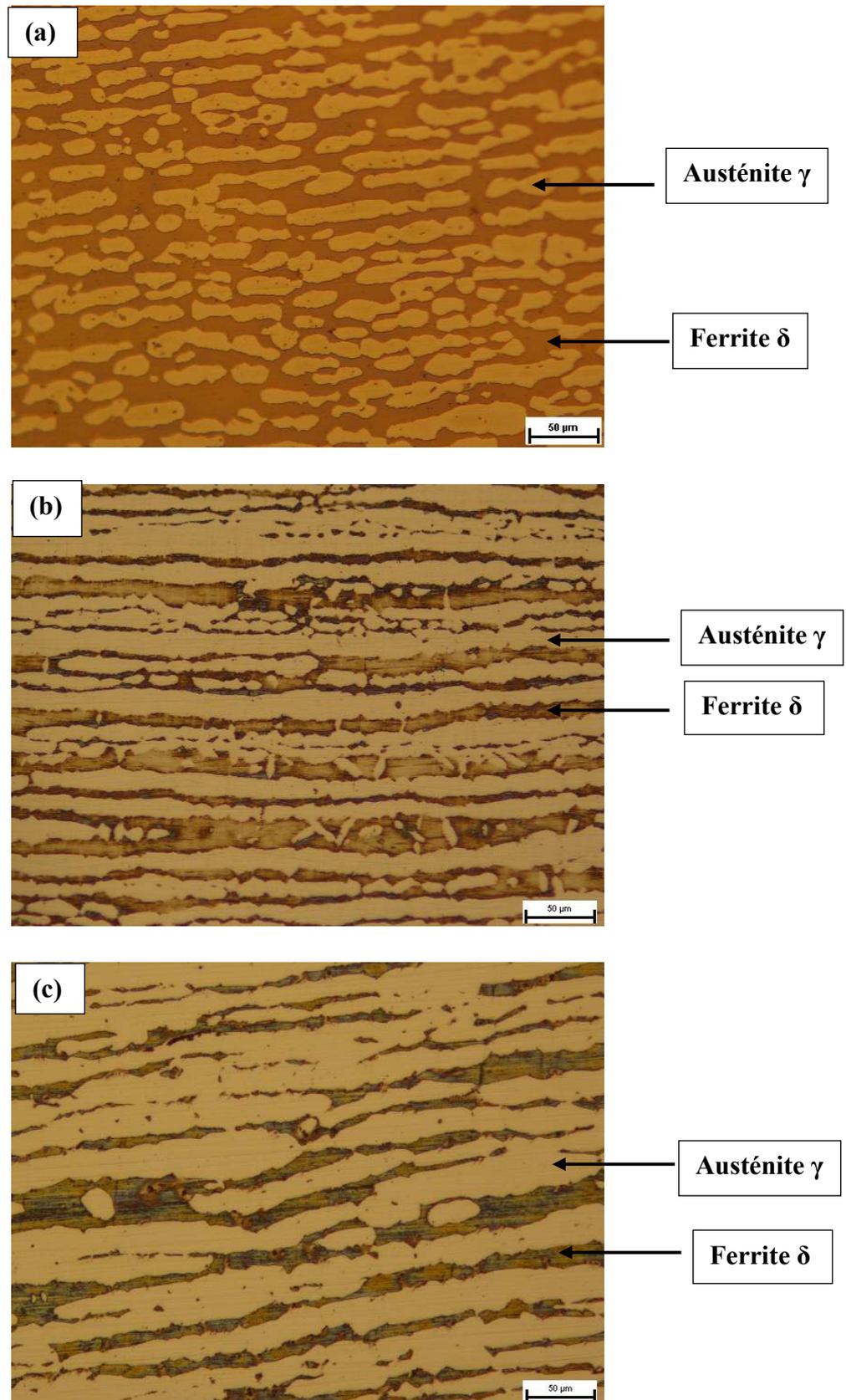
*La figure IV.2a* montre la microstructure optique de l'acier LDX 2101 mise en solution à 1050°C pendant 1 heure. Cette microstructure d'équilibre contient, tenant compte du contraste de couleur, deux phases principales: l'austénite  $\gamma$  plus claire distribuée dans une matrice plus sombre de la ferrite  $\delta$  avec des quantités moyennes de 48% et 52%, respectivement.

Les taux de phases sont calculés à partir de logiciel de traitement d'image image J

*La figure IV.2b* présente la microstructure optique de l'acier SDX 2205 mise en solution à 1100°C pendant 1 heure. Elle révèle des îlots allongés de ferrite  $\delta$  et d'austénite  $\gamma$ . L'évaluation quantitative de la distribution des phases a révélé que la teneur volumique en ferrite est d'environ 48%.

*La figure IV.2c* montre la micrographie optique de l'acier duplex SDSS 2507 mise en solution à 1100°C pendant 1 heure. Elle est caractérisée par des bandes claires d'austénite et des bandes sombres de ferrite distribuées alternativement avec des proportions approximatives 49% austénite et 51% ferrite.

Pendant le traitement de mise en solution, les phases secondaires provenant de la microstructure antérieure ont été dissoutes à température élevée et la microstructure ainsi obtenue retrouve son état d'équilibre. Après une trempe à l'eau, la microstructure de haute température se trouve figée à la température ambiante.



**Figure IV.2** Micrographie optique du traitement de mise en solution des aciers duplex :  
(a) 2101, (b) 2205, (c) 2705

## IV.2.2 Analyse par DRX

La *Figure IV.3* illustre les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X des aciers duplex, 2101 (*figure IV.3a*), 2205 (*figure IV.3b*) et 2507 (*figure IV.3c*), mis en solution et suivi d'une trempe à l'eau. Les spectres de diffraction des échantillons mis en solution ne révèlent que la présence des deux phases ferrite  $\delta$  et l'austénite  $\gamma$ . La trempe à l'eau sert à maintenir les atomes de soluté en solution solide et à empêcher tout mécanisme de précipitation.

Appareil D2 phases Bruker

La source : Cu Longueur d'onde 1.54Å°

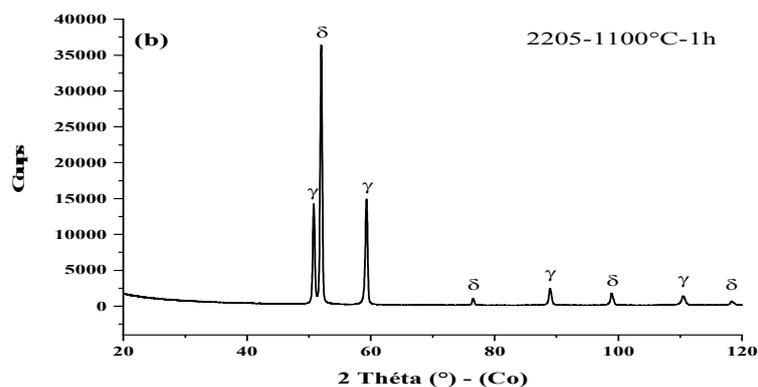
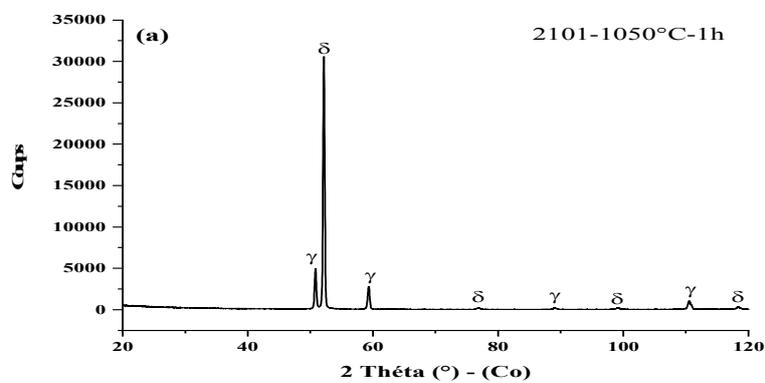
2 thêta 20-120°

Pas 0.02° /0.5s

Logiciel d'acquisition DIFFRAC

Logiciel d'indexation des picks

X'PertHighScore



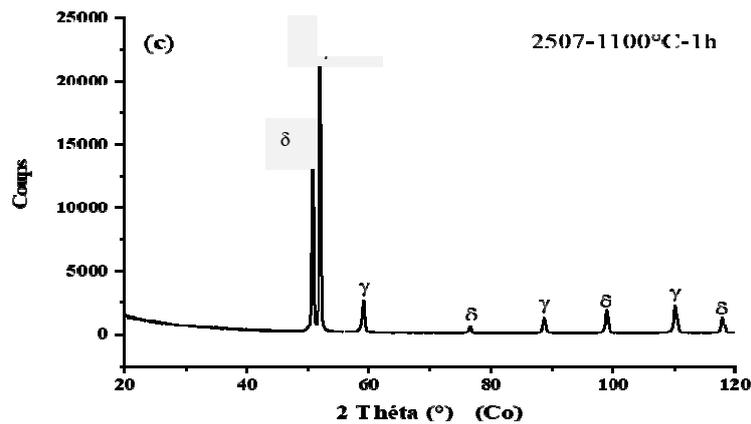


Figure IV.3 Spectres de diffraction des aciers : (a) 2101, (b) 2205 et (c) 2507.

### IV.2.3 Effet du traitement de vieillissement

La figure IV.4 et la figure IV.5 présentent les micrographiques optique et électronique des aciers 2101, 2205, 2507 vieillis aux conditions décrites dans la partie expérimentale.

La figure IV.4a montre la microstructure de l'acier 2101 vieilli à 750°C pendant 24 heures. Des changements microstructuraux ont été observés :

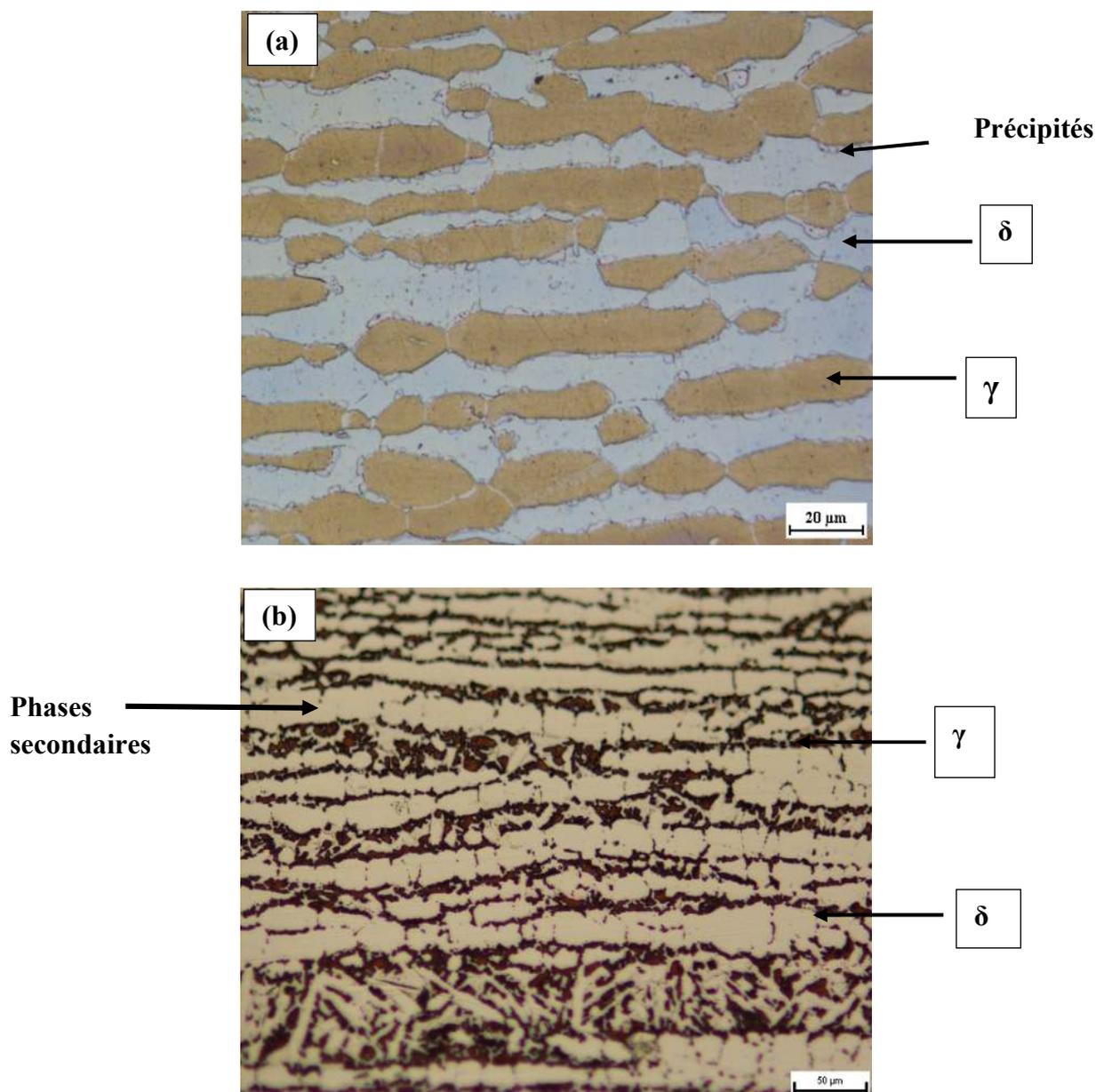
- Formation de l'austénite secondaire ( $\gamma_2$ ) dans la ferrite aux interfaces ( $\delta$ )/( $\gamma$ )
- Précipitation des  $Cr_2N$
- Distribuées avec des proportions approximatives austénite ~ 51% austénite et ~ 38.5% ferrite, le reste sont des phases secondaires et précipités.

En outre, la phase  $\sigma$  n'est pas détectable à ces conditions de traitement.

La figure IV.4b et la figure IV.4c montrent les microstructures des échantillons 2205 et 2507 traités thermiquement à 850°C pendant 24 h. ces microstructures sont caractérisées principalement par la décomposition de la ferrite  $\delta$  :

- Formation de l'austénite secondaire ( $\gamma_2$ ) dans la ferrite aux interfaces ( $\delta$ )/( $\gamma$ ) (figure IV.5a)

- Des précipités de  $\text{Cr}_2\text{N}$  (marques de flèche sur *la figure IV.5a*) et *la figure IV.5b*) ont été trouvés dans les grains de ferrite ou aux interfaces  $\gamma/\delta$ . La formation de ces  $\text{Cr}_2\text{N}$  dans la ferrite est favorisée par nucléation et croissance à partir de la solution solide sursaturée, principalement, en Cr et de N.
- La phase sigma ( $\sigma$ ) précipite et évolue aux interfaces  $(\delta)/(\delta)$  ou  $(\delta)/(\gamma)$  et résulte d'une réaction de type eutectoïde de la ferrite. Elle est riche en Cr et Mo qui se développe par nucléation au détriment de la ferrite ( $\delta$ ) qui se désintègre par les réactions :  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$  et  $\delta \rightarrow \sigma$ , où  $\gamma_2$  [24].
- Une diminution de la fraction volumique de la ferrite  $\sim 25\%$  et  $\sim 51\%$  austinite



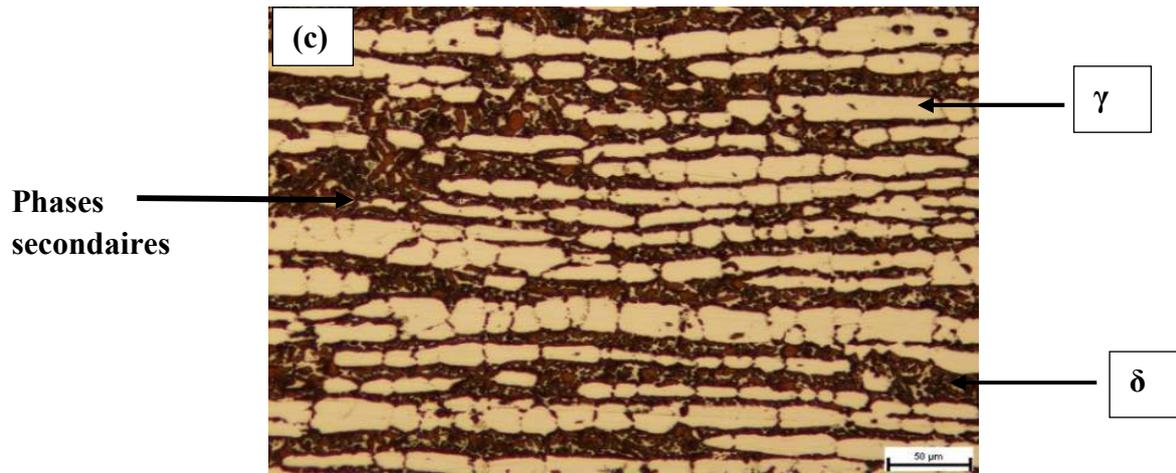


Figure IV.4 Micrographie optique du traitement de vieillissement des aciers duplex : (a) 2101, (b) 2205, (c) 2705

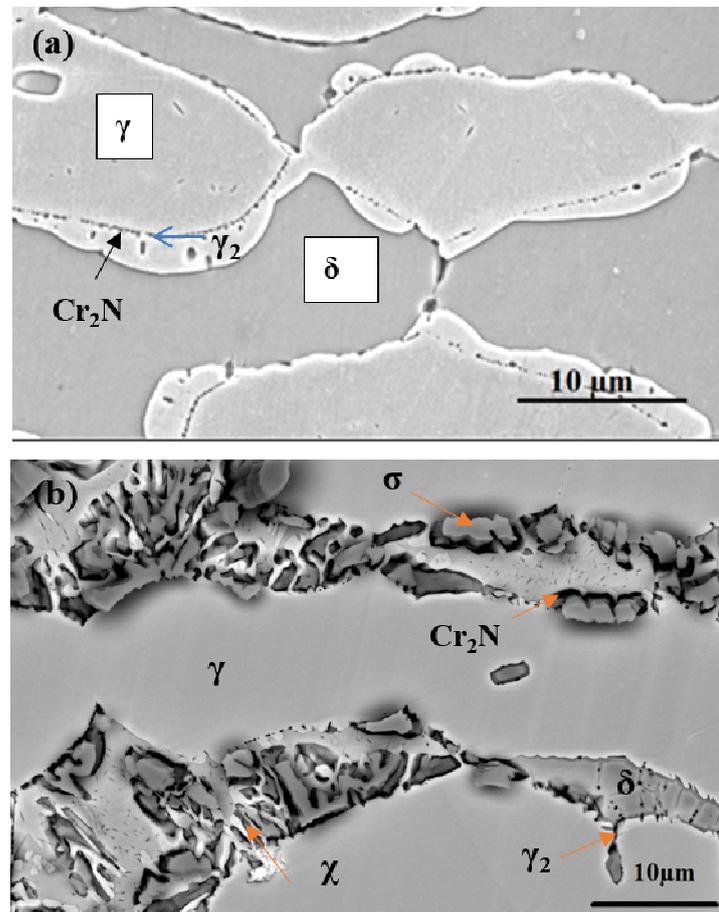


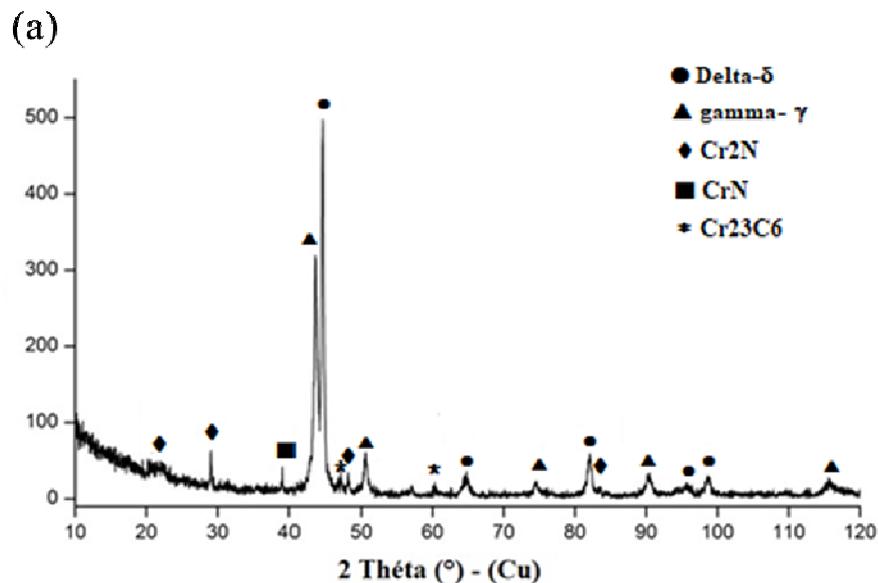
Figure IV.5 Images MEB (a) 2101, (b) 2507

#### IV.2.4 Analyse par DRX

La *figure IV.6* présente les spectres de diffraction des rayons X des aciers 2101, 2205 et 2507 vieillis aux conditions décrites dans la partie techniques expérimentale.

- Pour l'acier 2101, le spectre de DRX sur la *figure IV.6a* montre que les précipités formés pendant le traitement de vieillissement sont des carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  et des nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$  avec l'absence de la phase sigma  $\sigma$ .
- Pour l'acier 2205 (*figure IV.6b*), le spectre de DRX révèle l'absence de la phase  $\delta$ , tandis que des pics de faibles intensités ont été observés démontrant la présence de la phase sigma.
- Pour l'acier 2507 (*figure IV.6c*), des pics, qui correspondent à la phase  $\sigma$ , un peu plus intense que ceux observés sur la *figure IV.6b*, reflétant l'augmentation de la fraction volumique de cette phase.

En outre, l'indexation des spectres DRX confirme la présence des carbures et des nitrures dans les trois aciers duplex. Leur différence en fractions volumiques est due à la différence en éléments d'alliage.



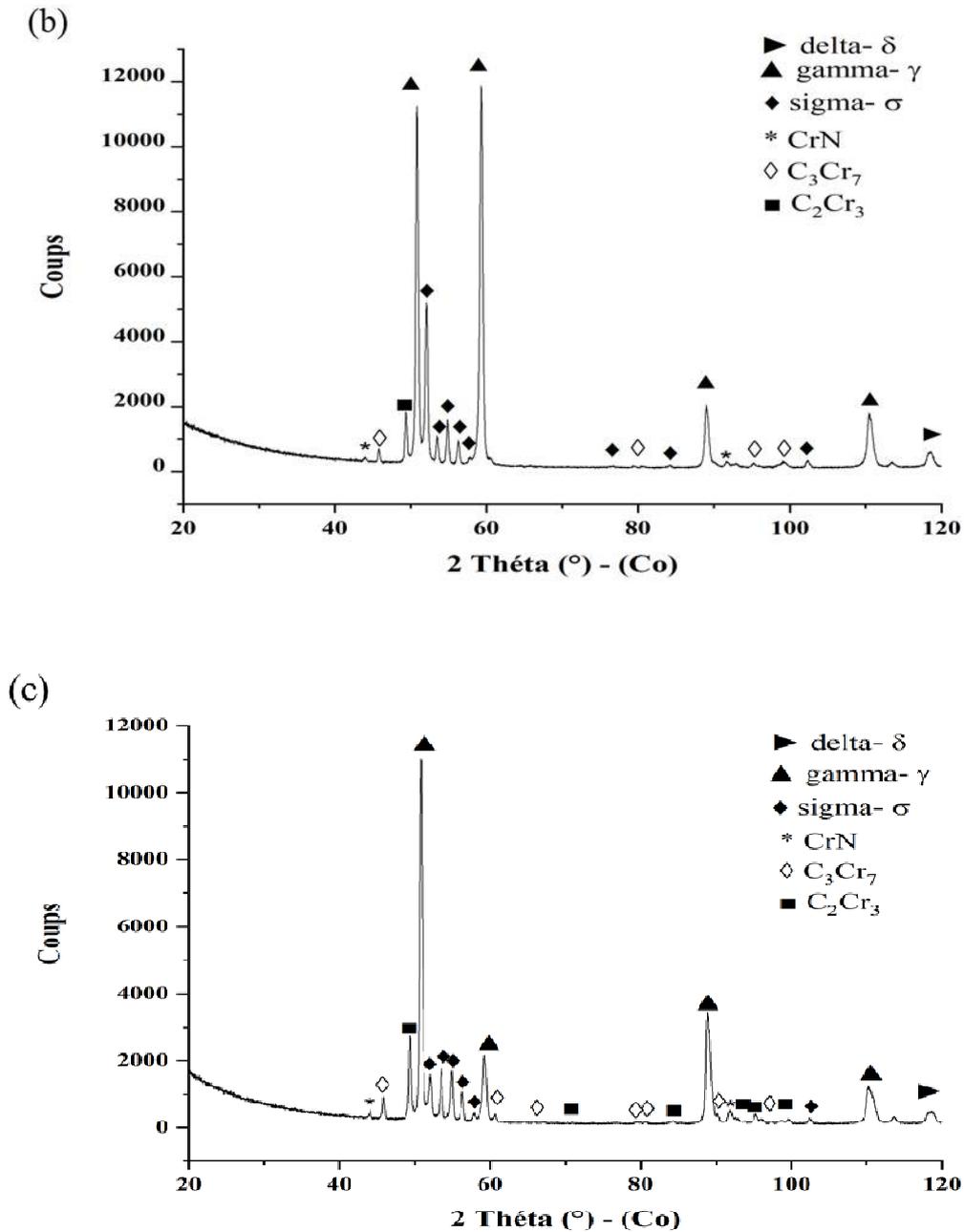


Figure IV.6 Spectres de diffraction après traitement de vieillissement des aciers duplex  
(a) 2101, (b) 2205, (c) 2507

### IV.3 Evolution de la microdureté

La figure IV.7 présente un histogramme de dureté après un traitement de mise en solution et après les traitements de vieillissement des trois aciers duplex 2101, 2205 et 2507. Pour

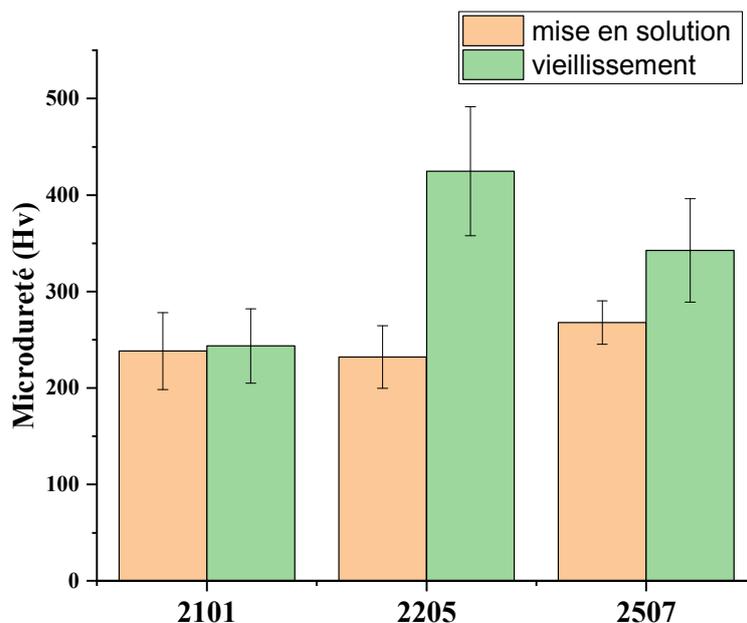
les trois aciers duplex, les valeurs de microdureté à l'état vieilli sont plus élevées que celles de l'état traité en solution.

La microdureté des trois aciers duplex après traitement de mise en solution était de 238 HV, 232HV et 268HV pour le 2101, 2205 et 2507 respectivement, il y a très peu de différence dans la performance des trois aciers.

A l'exception de 2101 2205 2507 présente une microdureté plus

Tandis que, le traitement de vieillissement à des températures comprises entre 750-850°C fait augmenter la microdureté des trois aciers duplex. La microdureté atteint des valeurs de 243HV, 424 HV et de 340 HV pour le 2101, 2205 et 2507 respectivement, l'alliage 2205 présente un durcissement nettement plus important que les autres aciers.

L'augmentation de la microdureté après le traitement de vieillissement pour la même durée du maintien (24 heures) est due à l'augmentation de la teneur en éléments d'alliage c.à.d augmentation de la fraction volumique des phases secondaires durcissantes qui précipitaient durant le traitement thermique dans la ferrite telles que la phase sigma  $\sigma$  les nitrures et les carbures du chrome [24,25]. La microdureté la plus élevée est attribuée au processus de ferritisation [26]. Cette augmentation de la microdureté est principalement attribuée à la précipitation de la phase sigma [27].



**Figure IV.7** Evolution de la microdureté.

## IV.4 Effet du traitement thermique sur la topographie et le potentiel

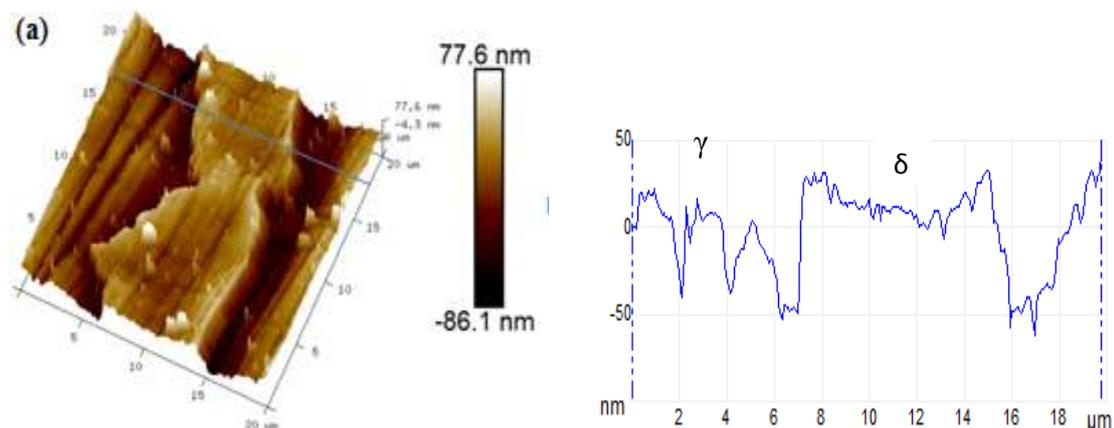
### IV.4.1 Topographie de la microstructure :

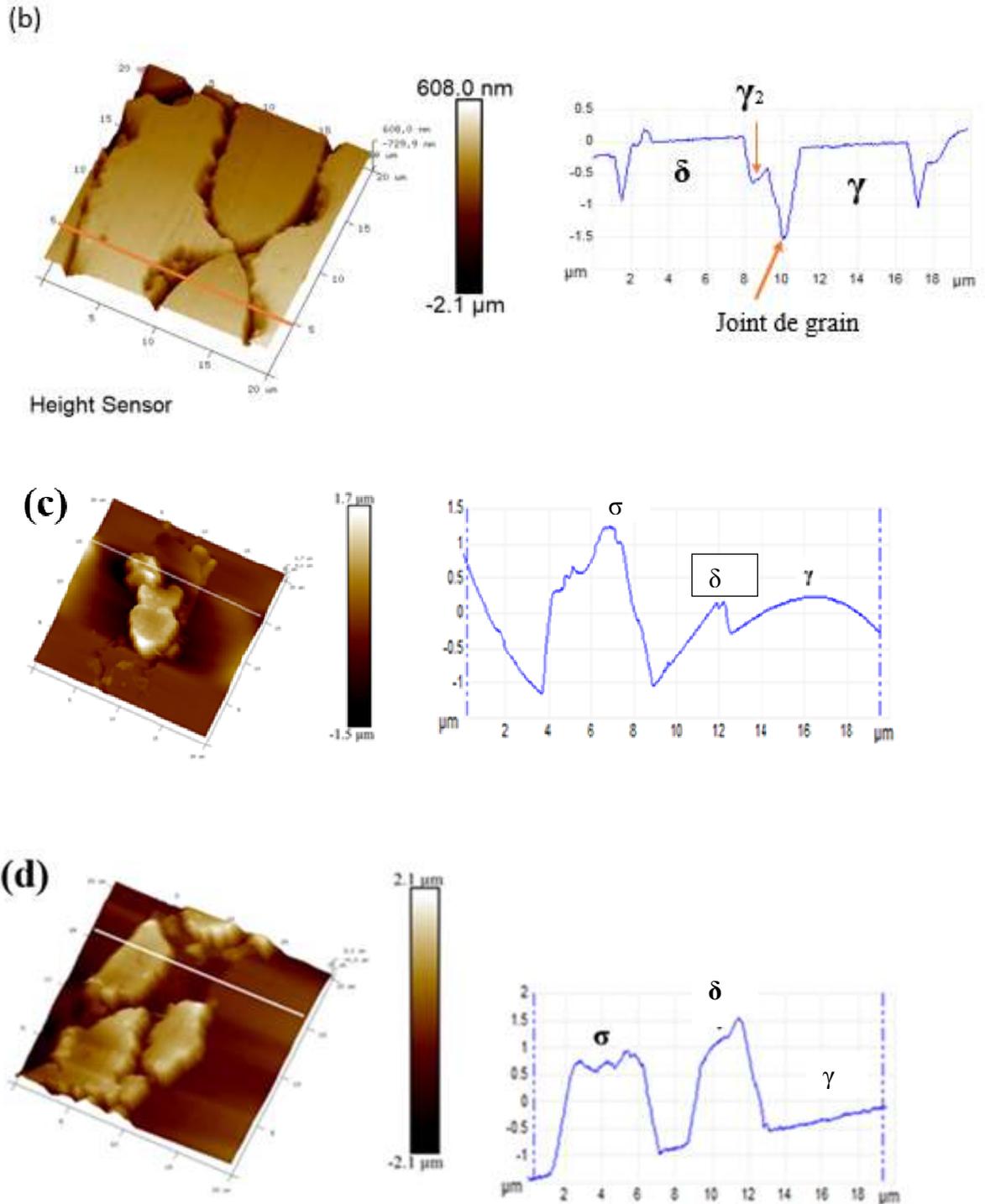
La **Figure IV.8** présente les images AFM 3D de la topographie des surfaces avec les profils correspondants des aciers (a) 2705 mis en solution et (b) 2101, (c) 2205, (d) 2507 après vieillissement. En outre, le **Tableau IV.2** montre les valeurs moyennes de la rugosité Ra (nm) avant et après vieillissement.

A partir du **Tableau IV.2**, On remarque que Ra augmente en fonction de la teneur en éléments d'alliage après le traitement de vieillissement. Les valeurs moyennes peuvent être classées comme suit 2101 (167 nm) < 2205 (262 nm) < 2507 (516 nm).

L'image AFM de l'échantillon 2507 mis en solution est présentée sur la **figure IV.8a**. Les deux phases  $\delta$  et  $\gamma$  se distinguent par un contraste sombre et clair respectivement, avec une rugosité moyenne de 18nm.

Après traitement thermique de mise en solution des trois aciers 2101 (**figure IV.8b**), 2205 (**figure IV.8c**), 2507 (**figure IV.8d**), la phase  $\gamma$  se distingue toujours par son aspect lisse. La rugosité moyenne des trois surfaces balayées, ( $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ ), augmente considérablement. Comme il a été illustré sur le **tableau IV.2**, les valeurs de rugosité les plus élevées sont attribuées principalement à la rugosité de la phase  $\delta$  qui a subi une décomposition en phase secondaires.





**Figure IV.8** Images AFM 3D de la topographie de la surface avec les profils correspondants des aciers (a) 2705 mis en solution et (b) 2101, (c) 2205, (d) 2507 après vieillissement.

**Tableau IV.2** Valeurs moyennes de rugosité avant et après vieillissement

	<i>R<sub>a</sub></i> (Mise en solution) (nm)	<i>R<sub>a</sub></i> (vieille) (nm)
<b>2101</b>	18	167
<b>2205</b>	26	262
<b>2507</b>	43	516

#### IV.4.2 Distrubition magnétiques :

La distribution des zones magnétiques sur les surfaces des aciers traités est représentée sur la **figure IV.9**. Les mesures ont été obtenues sur une surface polie de  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$  de taille des trois aciers vieillis 2101, 2205 et 2507 ainsi sur l'échantillon 2101 mise en solution.

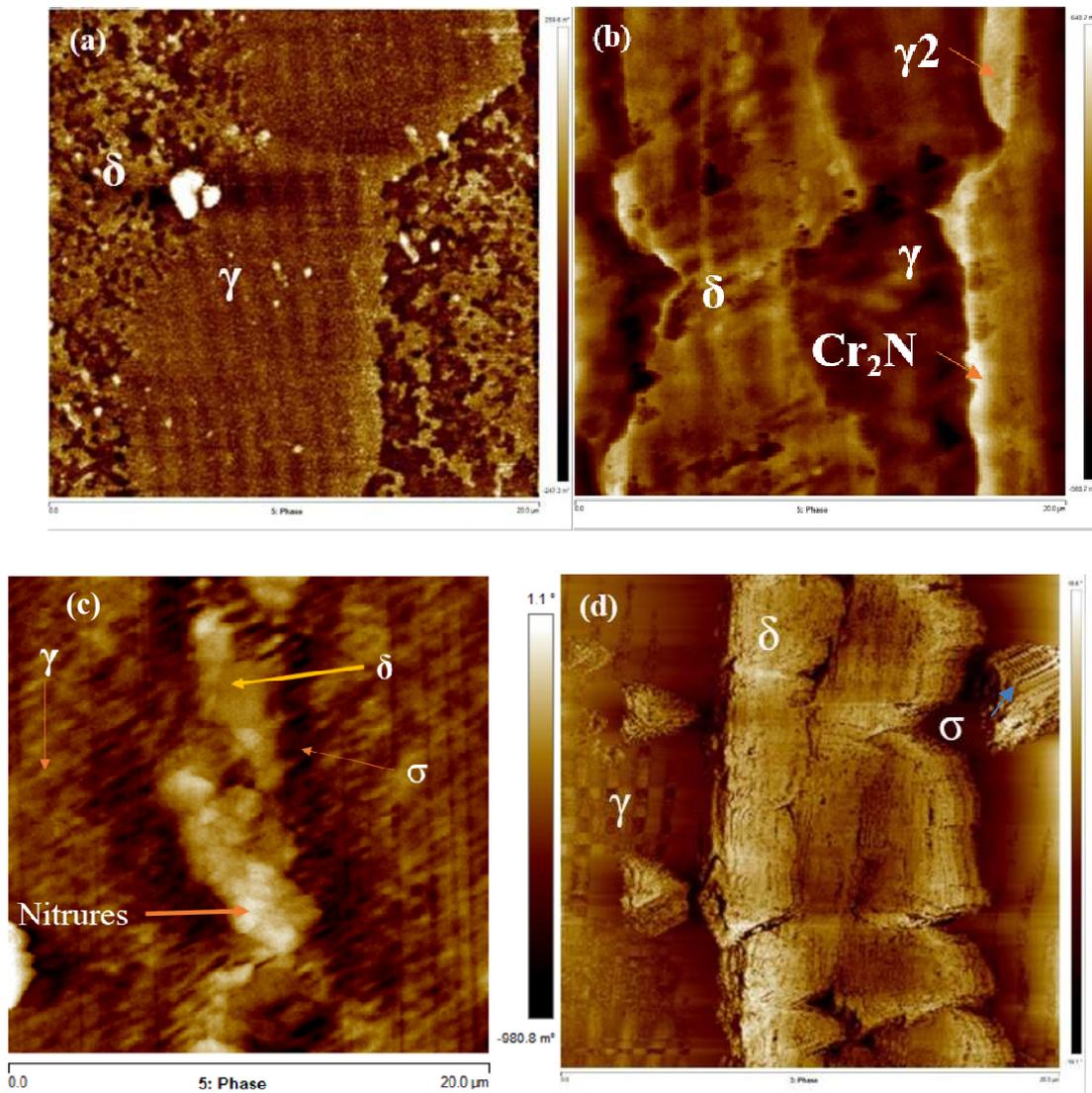
-Sur l'image MFM, de l'acier 2101 mise en solution (**figure IV.9.a**), les deux phases, ferrite et austénite, peuvent être facilement identifiées. La ferrite (ferromagnétique) présente un aspect hétérogène dû à la présence de domaines magnétiques, tandis que l'austénite (paramagnétique) apparaît plutôt uniforme.

-La **figure IV.9.b** présente la distribution du domaine magnétique de l'acier 2101 vieilli à  $750^\circ\text{C}$  pendant 24 heures. Cette image MFM reflète clairement la ferrite ferromagnétique et de l'austénite paramagnétique. De plus, on distingue une zone plus claire au niveau de l'interface  $\delta/\gamma$ , cette zone correspond aux particules  $\text{Cr}_2\text{N}$  qui sont dispersées dans la phase  $\gamma_2$ . Le contraste très clair de cette dernière zone indique qu'elle est plus magnétique que les deux phases  $\gamma$  et  $\delta$ .

-La **figure IV.9.c** illustre la distribution du domaine magnétique de l'acier 2205. L'interface  $\delta/\gamma$  présente un magnétisme très faible par rapport à la phase austénitique paramagnétique. Cela est dû à la présence de la phase sigma  $\sigma$  formée au niveau de l'interface  $\delta/\gamma$  [28], de plus de l'aspect fortement magnétique la formation des  $\text{Cr}_2\text{N}$  a fait en sorte d'augmenter les propriétés magnétiques de la phase.

-La distribution magnétique de l'acier 2507 est illustrée dans la **figure IV.9.d**, la phase austénitique présente toujours un comportement paramagnétique après traitement, l'interface  $\delta/\gamma$  contient des zones de très faible magnétisme qui correspondent aux

particules de la phase sigma  $\sigma$ , la ferrite de cet acier traité est de fort magnétisme qui est enrichie par la formation des nitrures magnétique et de la phase  $\chi$ .

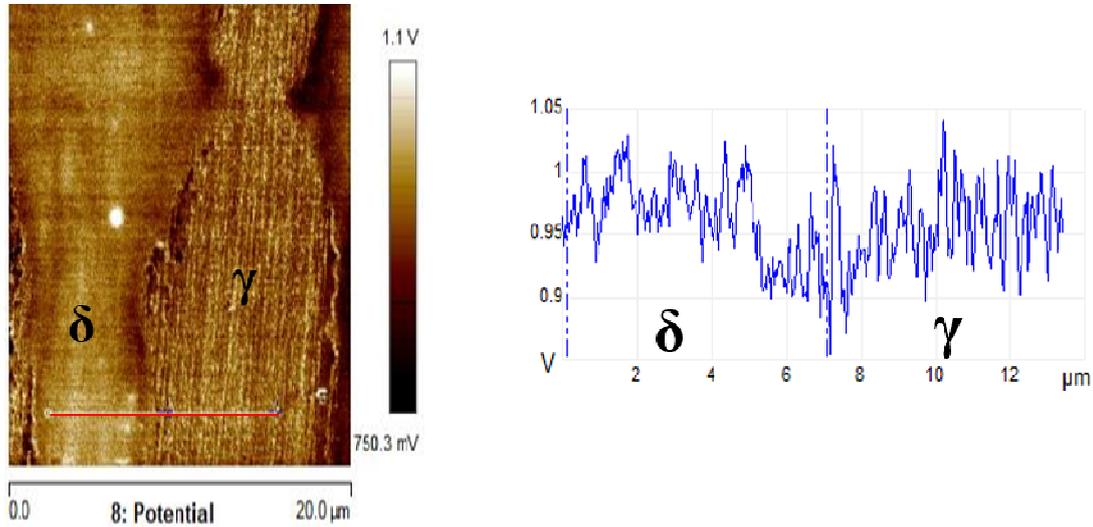


**Figure IV.9** Images MFM des aciers (a) 2101 mis en solution, après vieillissement (b) 2101, (c) 2205, (d) 2507

#### IV.4.3 Evolution du potentiel

Les figures IV.10.a et figure IV.10.b montrent une cartographie de distribution de potentiel dans l'échantillon 2507 après traitement de mise en solution à 1100°C pendant 1 heure. Ces mesures ont été obtenues sur une surface polie (20x20 $\mu\text{m}^2$ ) de l'échantillon. La figure IV.10.b est une image cartographique qui montre une légère différence dans la distribution du potentiel, les valeurs moyennes du potentiel de la ferrite et d'austénite

sont présentées dans le *tableau IV.4*, on remarque que le potentiel de la ferrite  $\delta$  est relativement plus élevé que celui de l'austénite  $\gamma$  dû à la composition chimique de ces phases.



**Figure IV.10** (a) Cartographie des phases présentes (mise en solution de l'acier 2507) (b) profil du potentiel des phases.

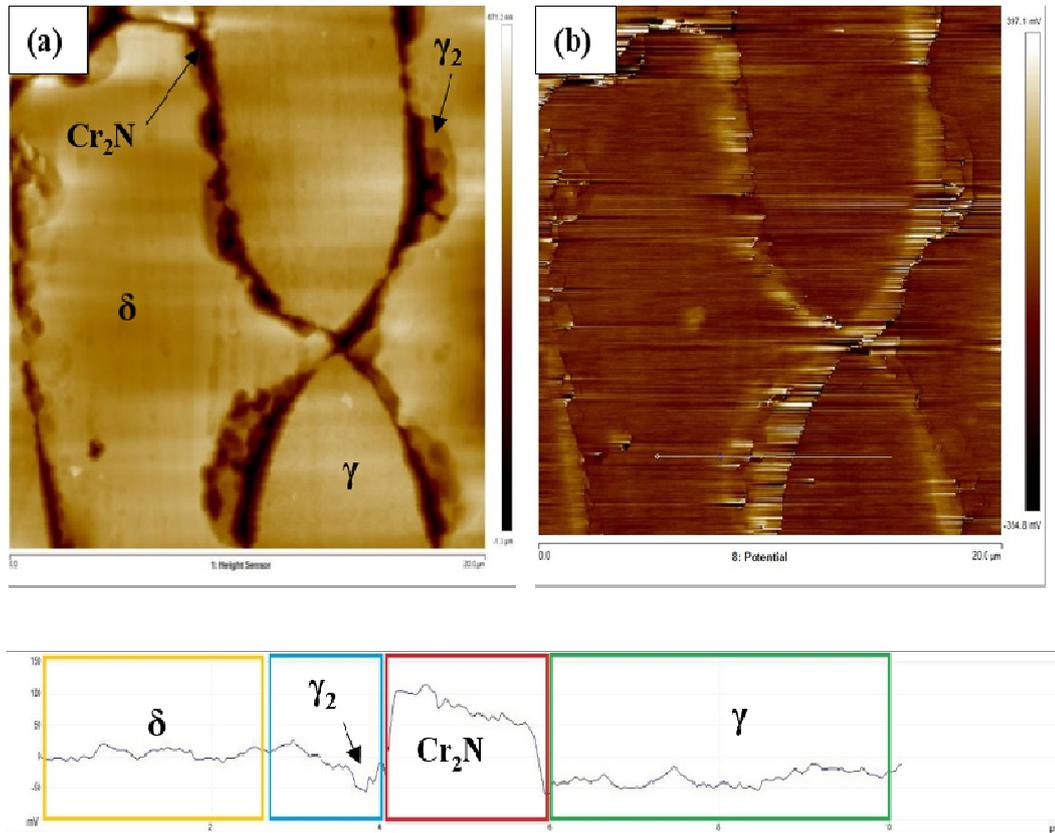
**Tableau IV.3** Valeurs moyennes du potentiel de la ferrite et d'austénite.

	$R_a (P_\delta) (mV)$	$R_a (P_\gamma) (mV)$
<b>2101</b>	<b>18.156</b>	<b>14.055</b>
<b>2205</b>	<b>15.547</b>	<b>13.303</b>
<b>2507</b>	<b>25.69</b>	<b>19.09</b>

- **LDX 2101**

La *figure IV.11* présente la carte du potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2101 qui montre que les particules de  $\text{Cr}_2\text{N}$  présentent un comportement cathodique avec un potentiel  $\sim 72$  mV qui est plus élevé que celui de la matrice ferritique ( $\delta$ ) ( $\sim 13$  mV). Ceci est probablement dû à la teneur élevée en Cr et N, sachant que le  $\text{Cr}_2\text{N}$  a une forte liaison intermétallique ; cette constatation est cohérente avec l'observation que ces particules restent stables pendant l'attaque chimique ou électrolytique [28].

Les potentiels des phases adjacentes  $\gamma_2$  et  $\gamma$  sont de 23 mV et de 19 mV, respectivement. Ces variations en valeurs du potentiel suggèrent qu'un couplage galvanique plus intense s'est formé entre les  $\text{Cr}_2\text{N}$  et les phases adjacentes  $\gamma_2$  et  $\delta$  après le traitement de vieillissement ce qui engendre une corrosion galvanique au niveau des interfaces des phases présentes.



**Figure IV.11** carte de potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2101.

- **SDX 2205**

L'observation générale, sur la **figure IV.12**, montre la distribution du potentiel de l'acier 2205. L'austénite est caractérisée par le potentiel le plus faible avec une valeur moyenne de 57mV. Le potentiel le plus élevé correspond a la phase sigma  $\sigma$ [29]avec une valeur moyenne de 1.26 V. En outre, les joints de grain ont subi une forte chute de potentiel, voyant aussi une différence de potentiel des phases secondaires presentes ( $\text{C}_6\text{Cr}_{23}$ ,  $\text{Cr}_1\text{N}_1$ ,  $\text{C}_2\text{Cr}_3$  et  $\sigma$ ) comme le montre le diffractogramme obtenu par DRX.

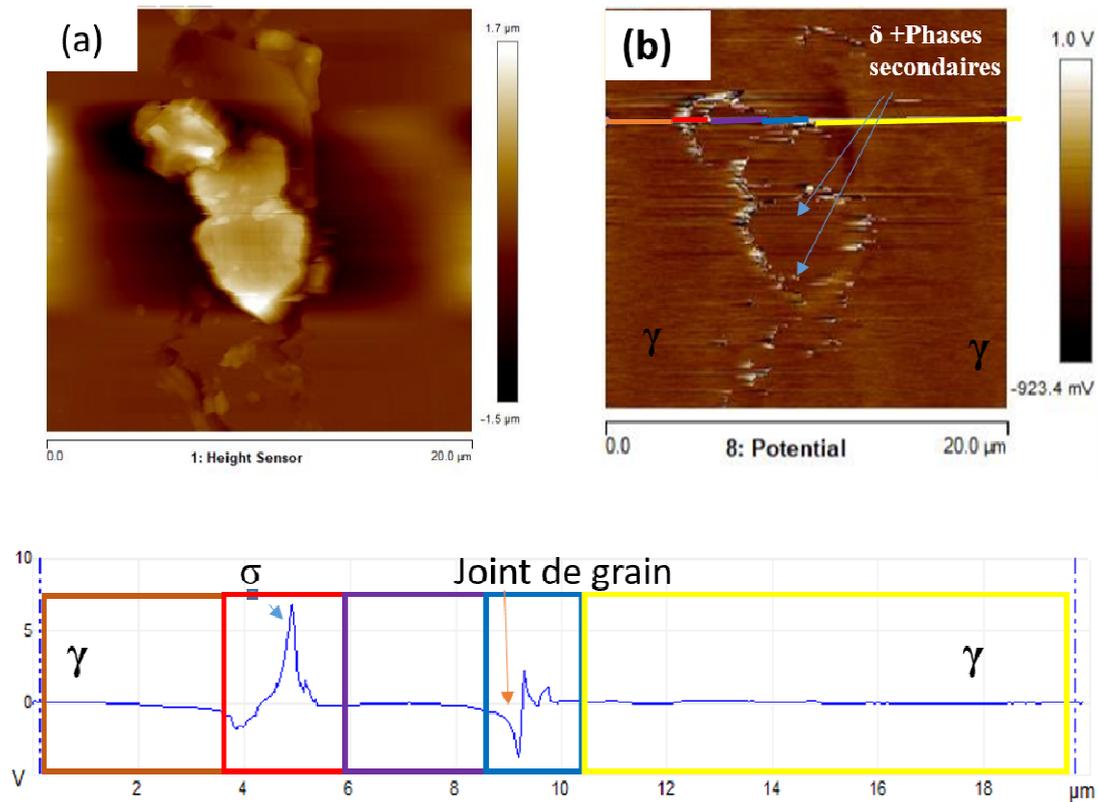


Figure IV.12 Carte de potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2205.

- **SDSS 2507**

A partir des résultats de DRX, les calculs thermodynamiques effectués en utilisant thermoCalc et les images MEB, la ferrite  $\delta$ , de l'acier 2507, se décompose en plusieurs phases secondaires (nitrides, carbures, phase  $\sigma$  et phase  $\chi$ ).

La phase  $\gamma$  se distingue par un potentiel relativement stable avec une valeur moyenne de  $\sim 140$  mV (**Figure IV.13**), la phases sigma  $\sigma$  présentent le contraste le plus clair sur l'image de morphologie, et par analogie sur la carte du potentiel indique le potentiel le plus élevé  $\sim 5$  V (le comportement le plus cathodique) par rapport à l'austénite et les phases adjacentes.

Une chute locale du potentiel a pu être observée aux interfaces  $\delta/\gamma$ , ce qui est en accord avec la littérature [30].

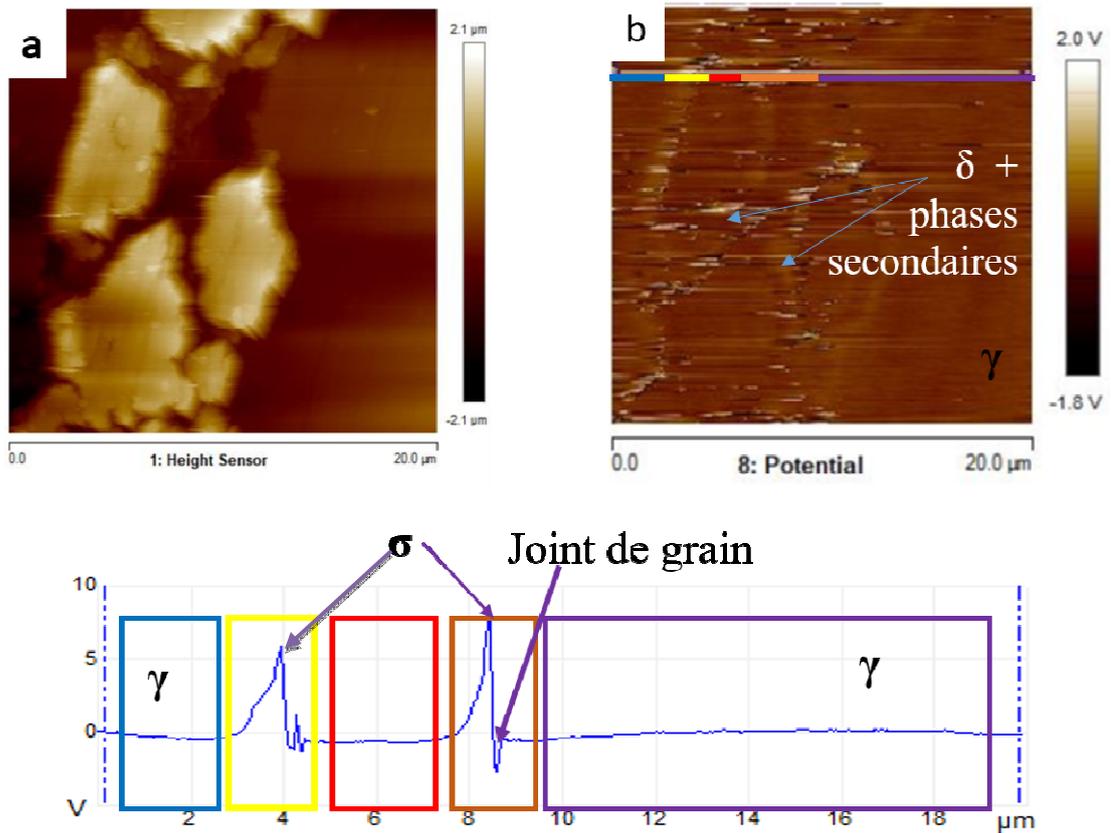


Figure IV.13 Carte de potentiel et le profil correspondant de l'acier vieilli 2507.

Dans cette étude, la phase  $\sigma$  a présenté le potentiel le plus élevée celui des nitrures, l'austénite et de la ferrite. Le gradient de potentiel entre les sigma  $\sigma$  ou les nitrures et la phase environnante rend cette dernière plus susceptible à la corrosion galvanique.

## **Conclusion générale**

Dans cette étude, trois aciers inoxydables duplex en l'occurrence 2101, 2205 et 2507, ont subi un traitement de vieillissement de 24 heures. Le 2101 a été vieilli à une température de 750°C tandis que le 2205 et le 2507 ont été vieillis à une température de 850°C. Les analyses microstructurale et mécanique ainsi que la composition chimique des phases ont été étudiées/investigées par MO, MEB/EDS, DRX, microdureté. Le potentiel des phases a été évalué par des mesures KPFM. Les conclusions peuvent être classées comme suit :

- Le traitement de vieillissement a provoqué un phénomène de précipitation à un niveau des interfaces ferrite/austénite et ferrite/ferrite.
- La nature, le taux et la composition chimique des phases secondaires qui précipitent pendant le vieillissement isotherme dépend de la composition chimique des aciers inoxydables étudiés. En effet, dans les nuances 2507 et 2205 qui présentent le taux de Cr plus élevé que le 2101, on remarque la formation de la phase  $\sigma$ .
- L'absence de la phase intermétallique  $\sigma$  dans le Lean duplex peut être attribuée à la forte teneur de l'azote N et la faible teneur en chrome Cr et molybdène.
- A ces conditions de vieillissement (températures et temps), les nitrures  $Cr_2N$  et la phase  $\gamma_2$  se forment au sein des trois aciers à partir de la décomposition de la phase  $\delta$ , alors que la phase  $\sigma$  précipite au sein des aciers 2205 et 2507. La faible teneur en N réduit la précipitation des nitrures  $Cr_2N$  et favorise la formation de la phase  $\sigma$ .
- La microdureté est liée à la composition chimique et à la nature des précipités formés. L'acier 2205 présente la microdureté la plus élevée après vieillissement, cela est dû à la formation de la phase  $\sigma$  et les carbures.
- Après la mise en solution les trois nuances de duplex présentent la même distribution magnétique : la ferrite ferromagnétique et l'austénite paramagnétique
- Après le vieillissement l'austénite ne subit aucun changement et garde le comportement paramagnétique.

- L'apparition des phases secondaires après traitement de vieillissement implique un changement de la distribution magnétique : on trouve que la phase sigma  $\sigma$  est non magnétique contrairement aux nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$  qui ont un fort magnétisme
- La différence de potentiel mesuré dans les phases constituantes (austénite et ferrite) des échantillons traités (mise en solution), est de l'ordre de 4-9 mV, due à la composition chimique de chaque phase. La ferrite, riche en Cr indique un comportement cathodique tandis que l'austénite, riche en Ni, possède un potentiel légèrement inférieur à celui de la ferrite.
- Après vieillissement une grande différence de potentiel a été observée pour les trois duplex
- le LDX vieillis est caractérisé par la précipitation de  $\gamma_2$  et les nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$ , ces dernières présentent le potentiel le plus élevé dans la matrice
- Pour les aciers 2205 et 2507 vieillis, la phase sigma présente le potentiel le plus élevé par rapport à l'austénite, la ferrite et les précipités formés.
- Les joints de grain possèdent le potentiel le plus faible.
- D'après les résultats de cette étude on constate que, la précipitation des nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$  et la phase  $\sigma$ , implique l'appauvrissement de la matrice ferritique en Cr. Ce qui diminue la résistance à la corrosion de duplex.
- Le potentiel mesuré par la technique KPFM peut être utilisé pour évaluer qualitativement la noblesse relative des phases dans les aciers inoxydables duplex, la plus grande différence de potentiel entre deux phases représente la plus grande force motrice à la corrosion galvanique (susceptibilité à la corrosion).

## Références bibliographiques

- [1] J.Y. Maetz. Evolution de la microstructure d'un acier inoxydable leanduplex lors de vieillissement. These de doctorat. INSA de Lyon (2014).
- [2] P.LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER. Les aciers inoxydables.1990
- [3] J.DAVIS, Ed,ASMS Pecialty Handbook: Stainless Steels,1944
- [4] J.BAVY.Les aciers inoxydables. Chapitre XVI, P656-610. Les Edition de physique, 1990
- [5] R.N.GUNN. Duplex Stainles Steel,microstructure propriert and application,2000
- [6] I.ALVAREZ-ARMAS, S.DGALLAIS6MOREUIL. “ duplex stainless steel”. ISTE & Wilay; 2009
- [7] R.BADJI. Influence des traitements thermiques à haut température sur l'évolution de la structure et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205. Thèse de doctorat. ENP Alger. 2008.
- [8] R.BOURAHLA, A.LABADLIA.”effect des traitements thermiques sur le comportement microstructurel et mécanique de l’acier inoxydable Lean Duplex 2101 lors du vieillissement”. Thèse de master. Université de Blida 1. 2019.
- [9] P. Lacombe, B. Baroux, G. Béranger, Eds., *Les aciers inoxydables*, Les éditions de physique, 1990.
- [10] A. F. Padilha, R. L. Plaut, *Duplex Stainless Steels*, Chapitre III, p. 115-139, ISTE WILEY, 2009.
- [11] E. M. Westin, Microstructure and properties of welds in the lean duplex stainless steel LDX 2101®, Thèse de doctorat, Royal Institute of Technology School of Industrial Engineering and Management, 2010.
- [12] J.-O. Nilsson, Super duplex stainless steels, *Materials Science and Technology*, vol. 8, 1992, page 685.

- [13] S. Hertzman, J. Charles, On the effect of nitrogen on DSS., Duplex stainless steel, Conference Proceedings, BEAUNE, France, 2010.
- [14] H. Berns, V. Gavriljuk, S. Riedner, High Interstitial Stainless Austenitic Steels, Springer, 2013.
- [15] M. Liljas, P. Johansson, H.-P. Liu, C. A. Olsson, Development of a lean duplex stainless steel, Steel research international, vol. 79, 2008, p. 466-473.
- [16] M. Pohl, O. Storz. Sigma-phase in duplex-stainless steels. Z. Metallkd. 95 (2004)vol7
- [17] D. M. E. Villanueva, F. C. P. Junior, R. L. Plaut, A. F. Padilha, Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels : austenitic, superferritic and duplex, Materials Science and Technology, vol. 22, 2006, page 1098.
- [18] J.O. Nilsson, P. Jonsson, and A. Wilson: Duplex Stainless Steels '94, Proc. Conf., TWI, Glasgow, England, 1994, paper No. 39.
- [19] K. Lee, H. Cho, D. Choi, Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of  $\delta/\gamma$  interface boundary and growth of austenite, Journal of Alloys and Compounds, vol. 285, 1999, page 156–161
- [20] T. Chen, J. Yang, Effects of solution treatment and continuous cooling on  $\sigma$ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel, Materials Science and Engineering, vol. A311, 2001, page 28–41.
- [21] <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/microscopes/materials-afm/afm-modes.html>
- [22] [www.brukerAFMprobes.com](http://www.brukerAFMprobes.com)

- [23] N. Ouali, B. Cheniti, B. Belkessa, B. Maamache, R. Kouba, and M. Hakem. “Influence of isothermal aging in LDX 2101 duplex stainless steel on the microstructure and local properties”. *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 116, no. 5–6, pp. 1881–1893, Sep. 2021.
- [24] M. B. Davanageri, S. Narendranath, and R. Kadoli, “Effect of Sigma ( $\sigma$ ) phase on Mechanical and Dry sliding wear,” *Materials Today: Proceedings*, vol. 4, no. 9, pp. 10189–10196, 2017
- [25] A. S. Hammood, A. F. Noor, and M. T. Alkhafagy, “Evaluation of corrosion behavior in artificial saliva of 2507 and 2205 duplex stainless steel for orthodontic wires before and after heat treatment,” *J Mater Sci: Mater Med*, vol. 28, no. 12, p. 187, Dec. 2017
- [26] Z. Zhang, “Microstructure evolution and mechanical properties of briefly heat-treated SAF 2507 super duplex stainless steel welds,” *Construction and Building Materials*, p. 8, 2018.
- [27] G. Argandoña *et al.*, “Effect of the Temperature in the Mechanical Properties of Austenite, Ferrite and Sigma Phases of Duplex Stainless Steels Using Hardness, Microhardness and Nanoindentation Techniques,” *Metals*, vol. 7, no. 6, p. 219, Jun. 2017
- [28] N.SATHIRACHINDA, R.GUBNER, J.PAN, U.KIVISAKK. Characterization of Phases in Duplex Stainless Steel by Magnetic Force Microscopy/ Scanning Kelvin Probe Force Microscopy. *Electrochemical and Solid-State Letters*, 11 (7) C41-C45 (2008) 1099-0062/2008/11.
- [29] C. ORNEK, D. L. Engelberg. “ Correlative EBSD and SKPFM characterisation of microstructure development to assist determination of corrosion propensity in grade 2205 duplex stainless steel”. *J Mater Sci* vol. 51:1931–1948(2016).

- [30] N. Sathirachinda, R. Pettersson, S. Wessman, U. Kivisäkk, and J. Pan, “Scanning Kelvin probe force microscopy study of chromium nitrides in 2507 super duplex stainless steel—Implications and limitations,” *Electrochimica Acta*, vol. 56, no. 4, pp. 1792–1798, Jan. 2011