

**UNIVERSITÉ SAAD DAHLEB DE BLIDA**

**Faculté Des Sciences De L'ingénieur**

Département de Mécanique

# **MEMOIRE DE MAGISTER**

Spécialité : Sciences des Matériaux

## **ETUDE DE LA PRECIPITATION DE LA PHASE SIGMA ET DES CARBURES DE CHROME DANS L'ACIER INOXYDABLE DUPLEX 2205**

Par

**BETTAHAR Kheireddine**

Devant le jury composé de :

T. SAHRAOUI	Maître de Conférences, U. Blida	Président
M. HADJI	Professeur, U. Blida.	Rapporteur
M. BOUABDALAH	Professeur, E.N.P. Alger	Examineur
A. BRAHIMI	Chargé de Cours, U. Blida.	Examineur
S. BERGUEL	Chargé de Cours, U. Blida.	Examineur

Blida, Novembre 2005

## ملخص

في هذا العمل قمنا بدراسة ظاهرة الترسبات في الحديد الصلب الغير متاكسد، ذو الفريت و الاستنيت Duplex 2205.

اثبتت هذه الدراسة بداية الترسبات في حواف الحبيبات و امتدادها بداخلها مع استطالت زمن المعالجة الحرارية. تسبب هذه الترسبات تزايد في مقاييس الصلابة و تدهور في خاصية مقاومة الصدمات.

## RESUME

Des traitements de mise en solution et de vieillissement sur l'acier inoxydable duplex 2205, ont montré une sensibilité de cet acier à la précipitation des carbures de chrome et de la phase intermétallique Sigma. Ce phénomène devient de plus en plus apparent avec le prolongement la durée de vieillissement. Dans le présent travail, on montre que la précipitation débute au niveau des joints de grains et se propage à l'intérieur des grains ferritiques, provoquant une augmentation de dureté et une chute dramatique de la résilience du matériau. Le mécanisme de cette précipitation est la décomposition eutectoïde de la phase ferritique.

## **REMERCIEMENTS**

Ce travail à été mené au Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC, Chéraga) sous la direction de M<sup>r</sup> M. HADJI de L'université de Blida à qui je tiens à exprimer mes remerciements.

Je tiens à remercier aussi toutes les équipes de recherche de la Division Mécanique & Métallurgie du centre de recherche (CSC), particulièrement B. BELKASSA et H. MAZZA, pour leur soutien.

Je remercie tous les enseignants du Département de Mécanique de l'université de Blida ; Egalement M<sup>r</sup> M. BOUABDALLAH de l'Ecole Nationale Polytechnique et M<sup>me</sup> BELLAROUSSI du Centre de Développement des Technologies Avancées.

## TABLES DES MATIERES

RESUME .....	1
REMERCIEMENTS.....	2
TABLE DES MATIERES.....	3
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX.....	5
INTRODUCTION.....	8
1. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	9
1.1. Principales familles des aciers inoxydables.....	9
1.2. Présentation de nuances duplex austéno-ferritiques.....	10
1.2.1. Définition.....	10
1.2.2. Nuances standard .....	12
1.2.3. Eléments d'addition.....	12
1.3. Etat structural .....	13
1.3.1. Equilibrage des fractions volumiques des deux phases .....	13
1.3.2. Propriétés mécaniques .....	14
1.3.3. Facteurs influant sur les propriétés mécaniques.....	17
1.4. Résistance à la corrosion .....	21
1.5. Transformation structurale à haute température.....	22
1.5.1. Température supérieure à 1050°C .....	22
1.5.2. Température entre 1050 et 600°C .....	24
1.5.3. Température inférieure à 600°C .....	25
1.6. Cinétiques et types de précipitation.....	26
2. PROCEDURES EXPERIMENTALES .....	33
2.1. Identification du matériau utilisé.....	33
2.2. Prélèvement des éprouvettes.....	34
2.3. Traitement thermique.....	34
a. Traitement de mise en solution .....	34
b. Traitement de vieillissement.....	34
2.4. Méthodes de caractérisation.....	35

a. Caractérisation métallographique .....	35
b. Caractérisation mécanique.....	39
c. Analyse par diffraction des rayons X .....	40
3. RESULTATS ET INTERPRETATIONS .....	42
3.1. Identification du matériau.....	42
3.1.1. Analyse chimique .....	42
3.1.2. Examen microstructural.....	42
3.2. Traitement de mise en solution.....	43
3.3. Traitement de vieillissement .....	44
3.4. Mécanismes et stades de la transformation.....	47
3.4.1. Premier stade de la transformation .....	48
3.4.2. Deuxième stade de l'évolution structurale.....	48
3.4.3. Germination de l'austénite secondaire et la phase sigma.....	49
3.4.4. Troisième stade de la transformation .....	50
3.5. Résultats de microanalyse .....	52
3.6. La diffraction des rayons X.....	54
3.7. Analyse d'image [Taux de précipitation].....	57
3.8. Comportement mécanique .....	60
3.9. Examen des faciès de rupture.....	62
CONCLUSION .....	64
APPENDICES .....	65
A. liste des symboles et des abréviations .....	65
B. Composition chimiques des principaux aciers inoxydables duplex.....	66
C. Propriétés mécaniques des différentes catégories des aciers inoxydables.....	67
D. Propriétés physiques.....	68
E. Différents type de précipites dans les aciers inoxydables duplex.....	69
F. Solution d'attaques chimiques pour les aciers inoxydables duplex .....	70
G. Fiche ASTM (Austénite) .....	71
H. Fiche ASTM (Ferrite).....	72
I. Fiche ASTM (Sigma) .....	73
J. Fiche ASTM (Carbures de Chrome) .....	74
REFERENCES .....	75

## LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Diagramme d'équilibre Fe - Cr - Ni à 1100°C	11
Figure 1.2	Diagramme binaire Fe – Ni – Cr	11
Figure 1.3	Effet de la température sur les propriétés mécaniques de traction	15
Figure 1.4	Transition ductile – fragile pour quelques nuances austéno-ferritiques	15
Figure 1.5	Effet de la déformation à froid sur les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex 2205	17
Figure 1.6	Influence des traitements de vieillissement sur la microdureté Vickers (HV5)	19
Figure 1.7	Effet des traitements de vieillissement entre 400 et 500°C sur l'énergie d'impact (Charpy V) de l'acier inoxydable duplex 2205	19
Figure 1.8	Effet des traitements de vieillissement isotherme à des températures différentes sur l'énergie d'impact (Charpy V) de l'acier inoxydable duplex 2205	20
Figure 1.9	Effet des traitements de vieillissement entre 400 et 500°C sur la dureté HRc de l'acier inoxydable duplex 2205	20
Figure 1.10	Effet des traitements de vieillissement isotherme à des températures différentes sur la dureté HRc de l'acier inoxydable duplex 2205	21
Figure 1.11	Evolution de la teneur en fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C	23
Figure 1.12	Influence de la température sur le coefficient de répartition des éléments	23
Figure 1.13	Fraction volumique des phases ferrite, austénite, sigma après traitement isotherme pendant 90 minutes	24
Figure 1.14	Effet des éléments sur la formation de différents précipités	25
Figure 1.15	Cinétique de la précipitation isotherme pour les alliages duplex 2205, 2304, 2507	25
Figure 1.16	Structure quadratique de la phase sigma	26
Figure 1.17	Propriétés mécaniques de l'alliage duplex S32550	27

Figure 1.18	Taux de précipitation de la phase sigma pour des échantillons refroidis à partir de deux températures de mise en solution.	28
Figure 2.1	Matériau brut de réception	33
Figure 2.2	Schéma des échantillons	34
Figure 2.3	Dispositif d'attaque électrolytique	36
Figure 2.4	Microscopie électronique à balayage avec spectrométrie X et analyse en énergie	38
Figure 2.5	Dureté Vickers	39
Figure 2.6	Essai de résilience	39
Figure 2.7	Eprouvettes de résilience	40
Figure 2.8	Loi de Bragg	41
Figure 3.1	Micrographie optique du matériau à l'état reçu	4
Figure 3.2	Microstructure après traitement de mise en solution	44
Figure 3.3	(a), (b), (c) vieillissement à 750°C pendant 15min, 120min, 420min respectivement	44
Figure 3.4	(d), (e), (f) vieillissement à 850°C pendant 15min, 120min, 420min Respectivement	45
Figure 3.5	Vieillissement à 750°C pendant 15 min	48
Figure 3.6	Vieillissement à 850°C pendant 60 min	49
Figure 3.7	Après vieillissement à 850°C Pendant 420 min	50
Figure 3.8	Schéma de l'évolution structurale	51
Figure 3.9	Résultats des microanalyses (Echantillon vieilli à 750°C pendant 300min)	52
Figure 3.10	Résultats des microanalyses (Echantillon vieilli à 850°C pendant 420min)	53
Figure 3.11	Diffractogrammes des échantillons vieilli à des 750°C	55
Figure 3.12	Diffractogrammes des échantillons vieilli à des 850°C	56
Figure 3.13	Technique d'analyse d'image (Echantillon traité à 1100°C pendant 60min)	57
Figure 3.14	Attaque électrolytique au KOH	58

Figure 3.15	Cinétique de précipitation	59
Figure 3.16	Essai de Dureté	60
Figure 3.17	Microdureté des phases	61
Figure 3.18	Evolution de l'énergie absorbée en fonction du traitement de vieillissement	61
Figure 3.19	(a, b, c) faciès de rupture	62
Tableau 1.1	Elément alpha et gamma gène et coefficients d'équivalence (Brut de coulée)	14
Tableau 1.2	Propriétés mécaniques de quelques nuances ferritiques, austénitiques et duplex 15	14
Tableau 1.3	Caractéristique cristallographique des principaux précipités (acier inox)	36
Tableau 2.1	Solutions d'attaques chimiques	36
Tableau 3.1	Composition chimique du matériau étudié	42

## INTRODUCTION

Les aciers inoxydables duplex sont conçus pour avoir une microstructure à l'état recuit se composant de deux phases approximativement égales d'austénite et de ferrite. La structure duplex présente l'avantage de tirer profit des meilleures propriétés de chacune des deux phases, profitant ainsi d'une combinaison entre de bonnes propriétés mécaniques et une bonne tenue en milieux corrosifs. Leurs propriétés mécaniques élevées permettent un allègement des structures.

Leur utilisation s'étend sur plusieurs domaines industriels : pétrochimie, eau de mer, pâte à papier....

Les aciers inoxydables duplex sont susceptibles à la précipitation de certaines phases qui affectent la résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques, Ces phases peuvent se former pendant la solidification de l'alliage ou durant les traitements thermiques, même en raison des processus de vieillissement pendant l'utilisation.

Notre étude a pour but d'étudier les phénomènes de précipitation dans l'acier inoxydable duplex 2205 après traitement de mise en solution et vieillissement. Parmi les phases pouvant apparaître lors d'un traitement de vieillissement, la phase sigma, composé intermétallique dur et fragile, riche en Chrome et en Molybdène avec une structure tétragonale complexe. On peut observer aussi la présence des carbures de Chrome.

Les méthodes d'investigation utilisées sont ; la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la technique d'analyse d'image, la diffraction des rayons X, les essais de microdureté et de résilience.

Afin d'atteindre notre objectif, on a jugé opportun de diviser cette étude en trois étapes, La première consiste en une recherche bibliographique sur le comportement structural et mécanique des aciers inoxydables duplex. La seconde concerne les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation métallurgique, et la troisième étape consistera en la présentation et interprétation des résultats obtenus.

## **CHAPITRE 1 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

### 1.1 Principales familles des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages à base de fer, ayant la propriété de résister à plusieurs types de corrosions tout en gardant des caractéristiques structurales et mécaniques élevées. Le remède à ce phénomène consiste à séparer les surfaces métalliques actives du milieu environnant par une couche de passivation, L'existence spontanée de cette couche détermine la limite : métal / couche passive / environnement. C'est la composition chimique appropriée de la couche de protection qui confère à l'alliage sa grande résistance chimique [3, 22].

#### 1.1.1 Les aciers austénitiques

Ce sont des alliages à base de Fe-Cr-Ni, tels que leur structure soit entièrement austénitique à haute température (1050 – 1150 ° C). Cette austénite est maintenue à l'état métastable à l'ambiante ( $M_s \leq 20$  ° C).

#### 1.1.2 Les aciers ferritiques

Ce sont des alliages à base de fer – chrome, ne subissant pas de transformation austénitique. L'équilibrage des éléments alphagènes principalement Cr, et gammagènes C, N et Ni doit être tel que l'alliage soit à toutes températures à l'extérieur de la boucle du diagramme fer – chrome.

#### 1.1.3 Les alliages austéno-ferritiques

Diffèrent des précédents par le fait que leur équilibre en éléments alphagènes et gammagènes est tel que la structure à haute température (1050-1150 ° C) est mixte ferrite + austénite. Elle est de même maintenue métastable à la température ambiante par hypertrempe, ce qui nécessite que la stabilité de la phase austénitique soit suffisante. Dans le cas contraire, on obtiendrait une structure ferrite + martensite. Ces aciers sont sensibles à la précipitation de plusieurs types de précipités provoquant la dégradation de leurs

propriétés ; ces aciers sont le sujet de notre étude et seront traités en détail dans les chapitres qui suivent.

#### 1.1.4 Les aciers martensitiques

Sont des alliages de base fer – chrome. La structure martensitique est obtenue par trempe d'une phase austénitique située à l'intérieur de la boucle  $\gamma$  du diagramme Fe – Cr. Les teneurs en chrome et en carbone doivent être choisies de façon à pouvoir atteindre par chauffage l'intérieur de la boucle  $\gamma$ .

Les autres éléments d'additions, en particulier le Nickel, seront limités à des teneurs de 3 à 4 % pour éviter de stabiliser l'austénite.

### 1.2 Présentation des nuances duplex austéno-ferritiques

#### 1.2.1. Définition

Il s'agit d'aciers inoxydables biphasés contenant une proportion ferrite / austénite de l'ordre de 50 %. Ils sont insensibles aux corrosions intergranulaires et sous contrainte, et présentent des caractéristiques mécaniques élevées.

Pour ces alliages, les procédures d'élaboration doivent être minutieuses afin d'éviter la formation des phases secondaires et maintenir une bonne fraction volumique ferrite / austénite. Leur composition chimique comporte 20 à 25 % de chrome, 5 à 9 % de nickel et une teneur en carbone généralement inférieure à 0,06 %. Les diagrammes Fe - Ni - Cr (figures 1.1 et 1.2) illustrent l'importance que possède la pondération entre addition de nickel et de chrome sur la structure de l'alliage. D'autres éléments contribuent également à l'équilibrage de la nuance ; on les classe en deux familles, l'une regroupant les éléments favorisant l'apparition de la phase austénitique ou éléments gammagènes, l'autre regroupant les éléments alphagènes favorisant l'apparition de la phase ferritique.

Du fait de leur teneur élevée en chrome, ces aciers sont sensibles à la formation de phase fragilisante principalement entre 700°C et 900°C et ce, même pour des maintiens de courte durée. La fragilisation par la présence de la phase sigma peut se produire à des temps de l'ordre de 3 minutes.

Notons bien que la dégradation des propriétés mécaniques se produit avant même la détection microstructurale des phases intermétalliques. Ce qui nécessite une élimination de

loin de la possibilité d'apparition de ces phases en prenant des températures de mise en solution assez élevées [1, 3, 4, 16].

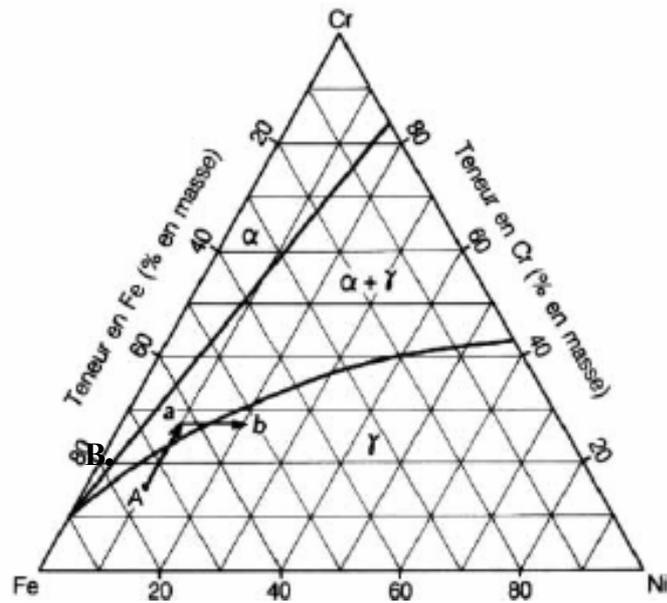


Figure 1.1 : Diagramme d'équilibre Fe - Cr - Ni à 1100°C [22].

A. point représentatif d'un alliage 18-10.

B. point représentatif d'un alliage austéno-ferritiques 2205.

a. augmentation de la teneur en Chrome qui fait apparaître une certaine proportion de ferrite.

b. Augmentation de la teneur en Nickel qui restitue la structure austénitique.

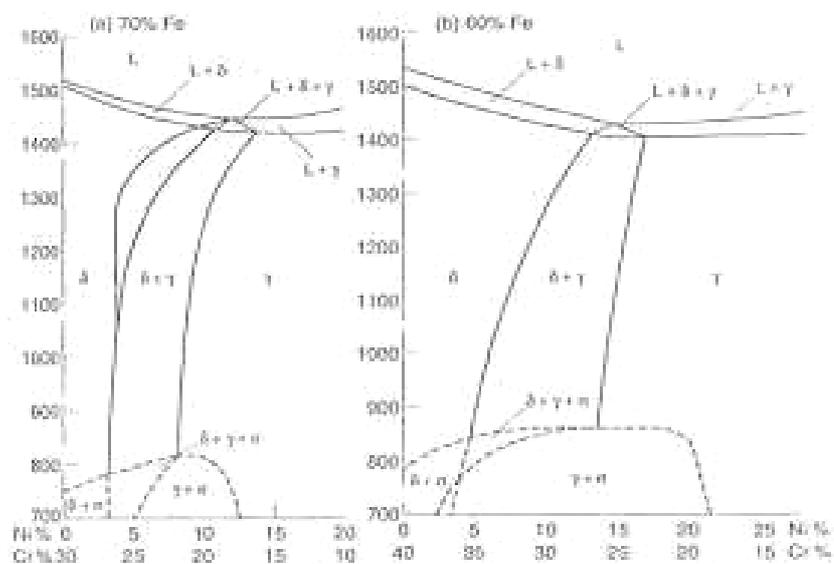


Figure 1. 2 : Diagrammes binaires Fe - Ni - Cr [1].

### 1.2.2. Nuances standard

EURONORM.....1.4462 - X2 C r Ni Mo N 22.5.3

AFNOR .....Z3 CND 22.05.AZ

WERKSTOFF .....N r 1.4462

ASTM.....UNS S 31803/S 32205

### 1.2.3. Elements d'addition [1, 3]

#### **Cr :**

L'avantage principal du Chrome est l'amélioration de la résistance à la corrosion, par la formation d'un film passif permettant l'élargissement du domaine de passivité. C'est un élément stabilisateur de la ferrite et constitue aussi l'élément préférentiel pour la formation de certaines phases intermétalliques telle que la phase sigma.

Une équation à été établie dans le but de quantifier l'effet des élément :

$$Cr_{eq} = \%Cr + \% Mo + 0.7 \% Nb.$$

#### **Ni :**

Elément stabilisateur d'austénite : sa teneur dépend principalement de celle en Cr. Son rôle est de contrôler la balance des phases et la répartition des éléments, et afin de maintenir une proportion de ferrite d'environ 40 à 60%, l'équation du Cr équivalent doit être équilibrée par l'équation du Ni équivalent.

$$Ni_{eq} = Ni + 35C + 20N + 0.25Cu.$$

#### **Mo :**

Le Molybdène améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûre et par crevasse. Comme le Chrome, le Molybdène permet d'étendre le domaine de passivation et réduit la densité de courant dans le domaine actif. C'est un élément stabilisateur de la phase ferritique.

#### **C :**

La teneur du carbone dans la plupart des aciers inoxydables est limité à 0.02% ou 0.03%, principalement pour éviter la formation des carbures riches en Chrome qui sont considérés comme des sites d'initiation de piqûre et des attaques intergranulaires.

**N :**

L'azote est un puissant stabilisateur de la phase austénitique. Il est réparti préférentiellement dans l'austénite à cause de sa grande solubilité dans cette phase et sa concentration dans l'interface du film de passivité. L'azote a de multiples effets sur les aciers inoxydables duplex du point de vue des propriétés mécaniques et de la résistance à la corrosion.

**Mn :**

Elément stabilisateur d'austénite. Pour les aciers inoxydables duplex, cet élément permet l'élévation du domaine de température d'apparition des phases intermétalliques nuisibles telle que la phase sigma. Il favorise la solubilité de l'Azote. Il améliore aussi la résistance à l'usure abrasive et les propriétés de traction sans diminution remarquable de la ductilité.

On peut trouver d'autres traces d'éléments d'additions tel que le Cuivre, le Tungstène et le Silicium.

### 1.3. Etat structural

#### 1.3.1. Equilibrage des fractions volumiques des deux phases

Les aciers inoxydables sont des alliages Fe - Cr et Fe - Ni - Cr, contenant éventuellement des éléments d'alliage, soit des interstitiels comme le carbone et l'azote, soit des éléments métalliques substitutionnels tels que le Chrome et le Molybdène .

Comme les aciers au carbone, ils peuvent être dans différents états structuraux engendrés par des transformations allotropiques du fer. Selon les teneurs respectives en éléments alphas ou gammagènes, un effet de stabilisation des phases cubiques centrées et des phases cubiques à faces centrées est observé. Cet effet modifie largement l'amplitude des intervalles de température des domaines d'existence de ces phases. Les alliages austéno-ferritiques sont donc constitués de grains ferritiques et de grains austénitiques, et les fractions volumiques de ces deux phases dépendent de la composition chimique et du traitement thermique.

Le tableau 1.1 donne la classification ainsi que les coefficients d'équivalence en prenant comme référence l'influence gammagène du nickel et alphas du chrome comme unitaire. Ces coefficients dépendent en deuxième ordre de la composition globale de l'alliage ainsi

que de sa température d'hypertrempe et du taux de ségrégation.

L'addition d'azote combinée à celle du manganèse peut permettre une substitution aux additions de Ni et de Mo [1, 3].

Tableau 1.1 : Elément alpha et gamma gène et coefficients d'équivalence  
(à l'état brut de coulée)[3].

ELEMENTS ALPHA- GENES					ELEMENTS GAMMA-GENES			
Cr	Si	Mo	Al	Ti	Ni	C	N	
1	1.5	2	3	4	1	30	20	

### 1.3.2. Propriétés mécaniques

Le tableau 1.2 montre que les aciers inoxydables duplex présentent des valeurs de  $R_m$  et  $R_p$  et de dureté plus élevée que la plupart des nuances austénitiques et ferritiques. La propriété principale des aciers inoxydables duplex est la limite élastique élevée à température ambiante ainsi que la limite à la rupture.

Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques de quelques nuances ferritiques, austénitiques et duplex [1].

	Nuances	$R_{p0.2}$	$R_m$	A	HB	HRC
Ferritic	S40900	205	380	20	179	–
	S44700	415	550	20	223	20
Austenitic	S31603	170	485	40	217	–
	S31254	300	650	35	223	–
Duplex	S31200	450	690	25	293	31
	S31260	485	690	20	290	–
	S31803	450	620	25	293	31
	S32304	400	600	25	290	32
	S32550	550	760	15	302	32
	S32750	550	795	15	310	32
	S32760	550	750	25	270	–
S32900	485	620	15	269	28	

Plusieurs approches ont été faites dans le but de prédire les propriétés de résistance à la traction par des méthodes théoriques analytiques. Les équations suivantes estiment en fonction de la composition chimique les caractéristiques de résistance à la traction.

$$R_{p0.2} = 120 + 210 \sqrt{N + 0.02} + 2 (Mn + Cr) + 14 Mo + 10 Cu + (6015 - 0.0054 \delta) \delta + (7 + 35 (N + 0.02)) d^{-1/2}$$

$$R_m = 470 + 600 (N + 0.02) + 14Mo + 1.5 \delta + 8 d^{-1/2} \text{ Mpa}$$

$\delta$  est la fraction de la ferrite.

$d$  est la distance interlamellaire.

La figure 1.3 montre les propriétés mécaniques de traction de quelques aciers inoxydables duplex à différents intervalles de températures et en comparaison avec des aciers ferritiques et austénitiques de composition similaire.

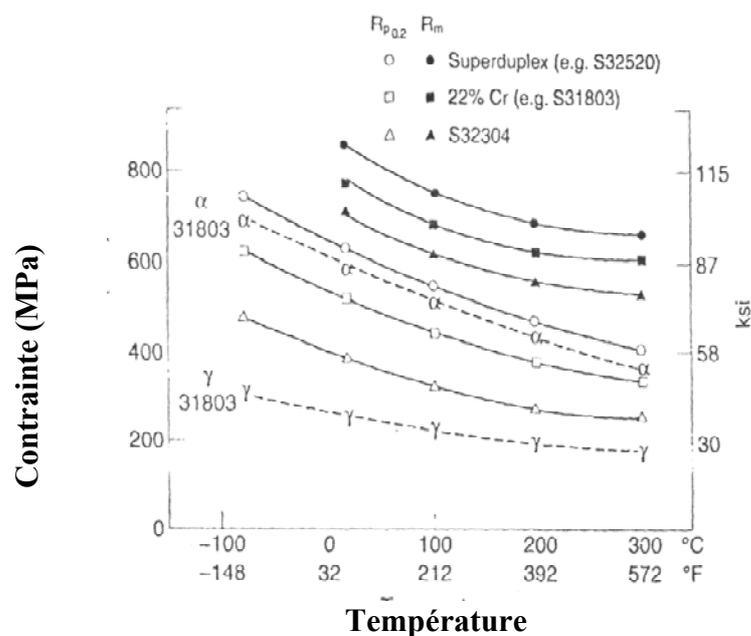


Figure 1.3 : Effet de la température sur les propriétés mécaniques de traction [1].

La résilience des alliages austéno-ferritiques reste excellente même à basse température (figure 1.4). Aucune transition ductile-fragile n'est observée. Leur usage peut être envisagé jusqu'à  $-50^{\circ}\text{C}$ , voire des températures inférieures avec des précautions particulières.

La structure des aciers inoxydables duplex est une structure en bande. Elle est directionnelle en terme de distribution de la ferrite et de l'austénite. Ceci réduit la ténacité lorsque la fracture est parallèle aux bandes lamellaires ferritiques [1, 2, 7].

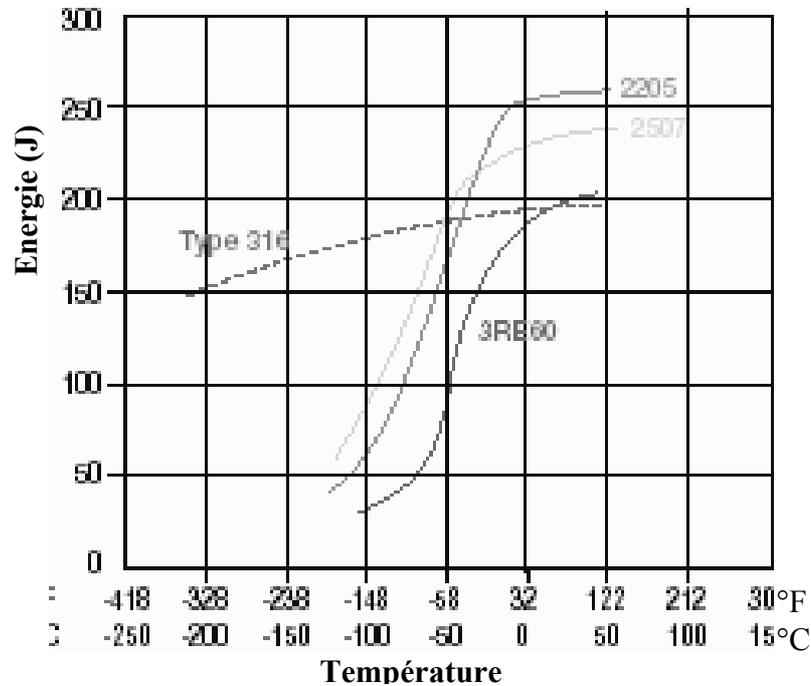


Figure 1.4 : transition ductile – fragile pour quelques nuances austéno-ferritiques [2].

Les bonnes propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex sont dues simultanément à plusieurs facteurs.

- Durcissement par solution solide d'insertion des éléments C, N.
- Durcissement par solution solide de substitution des éléments Cr, Mo, Ni et autres.
- L'arrangement des deux phases sous forme de bandes lamellaires engendre une structure fine.
- La présence de la phase ferritique qui est plus dure que l'austénite, ce qui augmente la dureté de l'ensemble de la matrice.
- La possibilité de l'existence de l'austénite secondaire.
- La différence de contraction des deux phases ferritique et austénitique provoque des contraintes internes au cours du refroidissement.

La combinaison de ces différents mécanismes explique les propriétés mécaniques remarquables de ces aciers. Ils possèdent aussi la possibilité de durcissement et de consolidation par déformation à froid comme le montre la figure 1.5 [1, 3, 19].

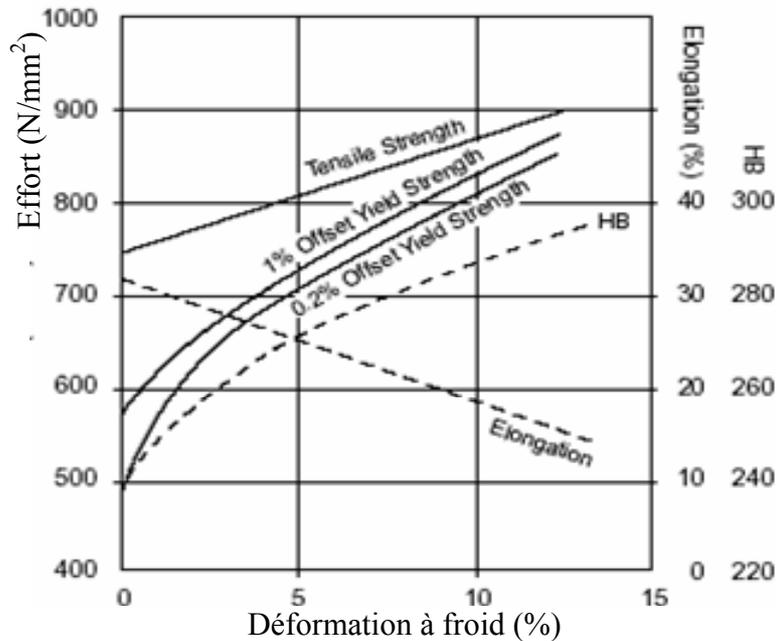


Figure 1.5 : Effet de la déformation à froid sur les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex 2205 [2].

### 1.3.3. Facteurs influant sur les propriétés mécaniques

#### a. Influence de structure

L'excellent compromis entre les bonnes propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est pour partie conféré par la phase ferritique, tandis que la matrice austénitique permet de conserver la ductilité et la ténacité. La ferrite est connue aussi par des valeurs élevées de résistance à la traction, l'austénite à son tour présente le phénomène de consolidation induit par déformation. Ces propriétés peuvent être conservées même lorsque l'allongement est supérieur à 25%. Cette combinaison de propriétés confère aux aciers inoxydables duplex l'aptitude d'être utilisé même pour de faibles épaisseurs. On note que la structure en bande, texturée en fibre, peut entraîner une anisotropie des propriétés mécaniques [3, 9, 20].

### b. Influence de la composition.

Une augmentation des teneurs en chrome, molybdène, cuivre... favorise un durcissement par solution solide supplémentaire. Ce durcissement concerne simultanément les deux phases de l'alliage. On constate aussi que des additions d'azote jusqu'à 0.12 ou 0.14 % permettent une nette augmentation des caractéristiques mécaniques de l'alliage. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'action durcissante de l'azote concerne essentiellement la phase austénitique puisque la phase ferritique est rapidement saturée en éléments interstitiels. On peut donc avec additions croissantes d'azote, inverser le rapport des propriétés mécaniques des deux phases. En effet, avec de faibles additions d'azote, c'est la phase austénitique qui sera la première à être plastifiée lors d'une déformation, tandis que pour des additions importantes d'azote, c'est la phase ferritique qui doit subir les premières déformations plastiques[1, 14, 21].

### c. influence des traitements thermiques

Les figures 1.6 (a, b) présentent l'évolution des caractéristiques mécaniques de deux alliages austéno-ferritiques en fonction de la température de revenu. Les domaines de durcissement 700-900 °C (formation de phases intermétalliques ( $\sigma$ ,  $\chi$ )) et 300-500 °C (formation de la phase  $\alpha$ ) sont mis en évidence. Soulignons qu'une fraction volumique de phase ferritique transformée en phases intermétalliques conduit à une perte dramatique de résilience.

Le domaine de durcissement par traitement thermique entre 700 et 950°C doit être soigneusement évité. Le deuxième domaine est compris entre 300 et 550 °C. Dans ce domaine, on peut obtenir un durcissement notable (figures 1.9, 1.10) mais au détriment toujours de l'aptitude à la résistance au choc (figures 1.7, 1.8). Le durcissement des aciers inoxydables duplex concerne exclusivement la phase ferritique et conduit à une rupture transcrystalline par clivage de cette phase lors de sollicitations mécaniques. La résistance au choc peut rester néanmoins bonne, en optimisant le traitement de durcissement et en ajustant la composition de l'alliage de sorte à conserver au minimum 50% d'austénite. Ce phénomène de durcissement de la ferrite associé à une perte en ténacité dans les aciers austéno-ferritiques doit être pris en compte pour déterminer les températures maximales en service pour un temps d'exploitation donné [1, 5, 8].

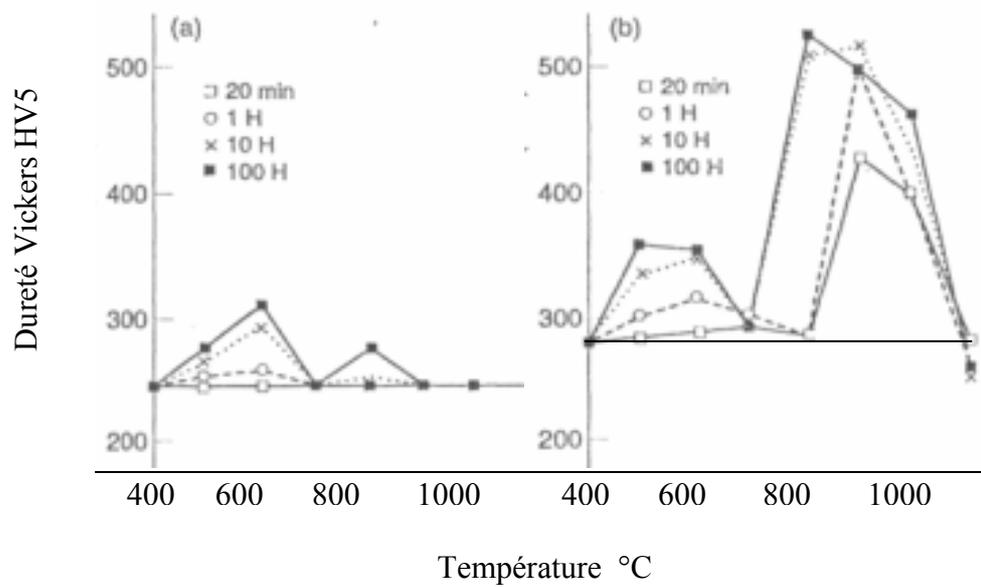


Figure 1.6 : Influence des traitements de vieillissement sur la microdureté Vickers (HV5) [3].

(a) Alliage S32304

(b) Alliage S32550

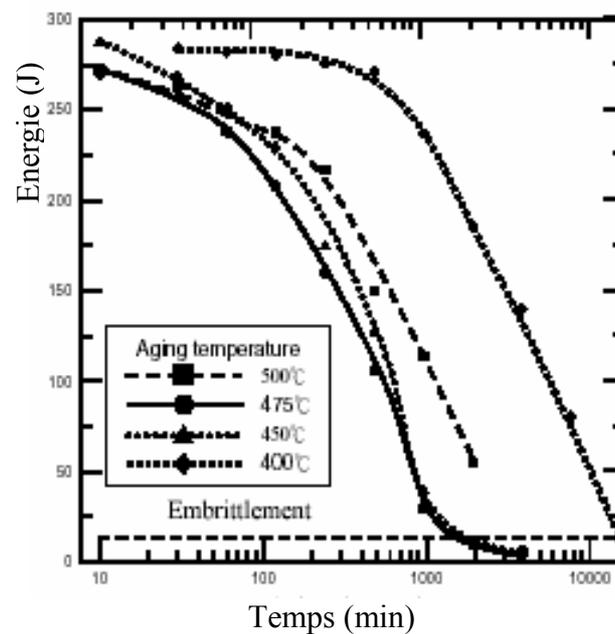


Figure 1.7 : Effet des traitements de vieillissement entre 400 et 500°C sur l'énergie d'impact (Charpy V) de l'acier inoxydable duplex 2205 [24].

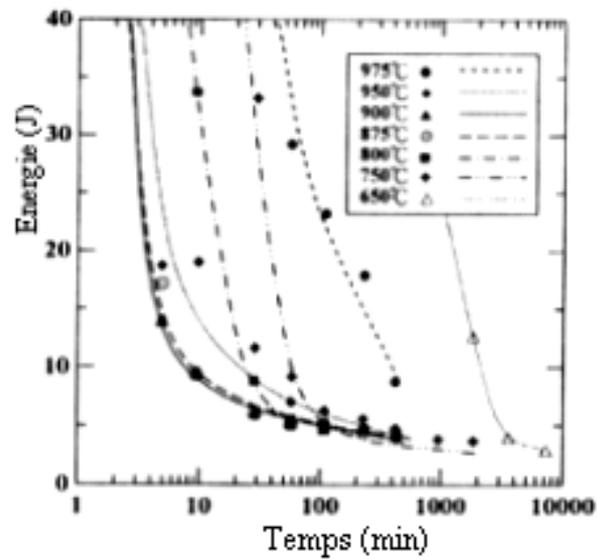


Figure 1.8 : Effet des traitements de vieillissement isotherme à des températures différentes sur l'énergie d'impact (Charpy V) de l'acier inoxydable duplex 2205 [23].

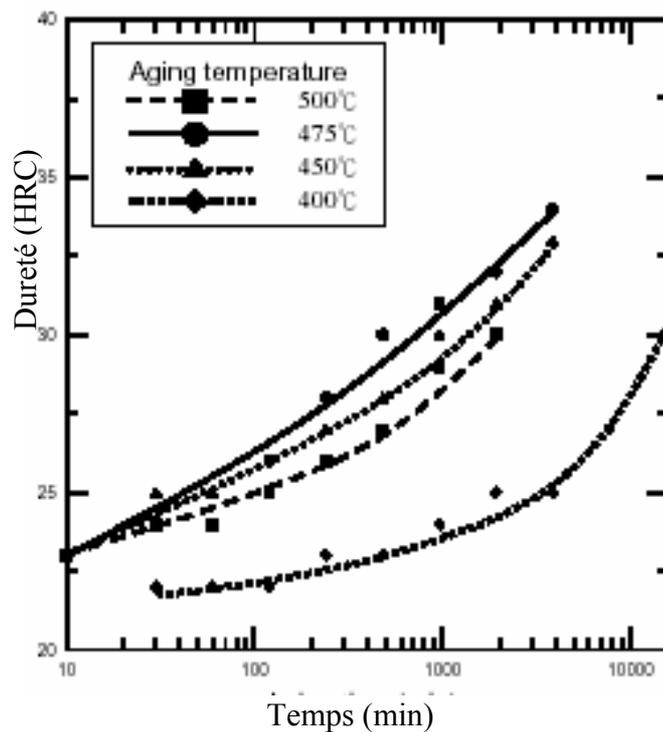


Figure 1.9 : Effet des traitements de vieillissement entre 400 et 500°C sur la dureté HRC de l'acier inoxydable duplex 2205 [24].

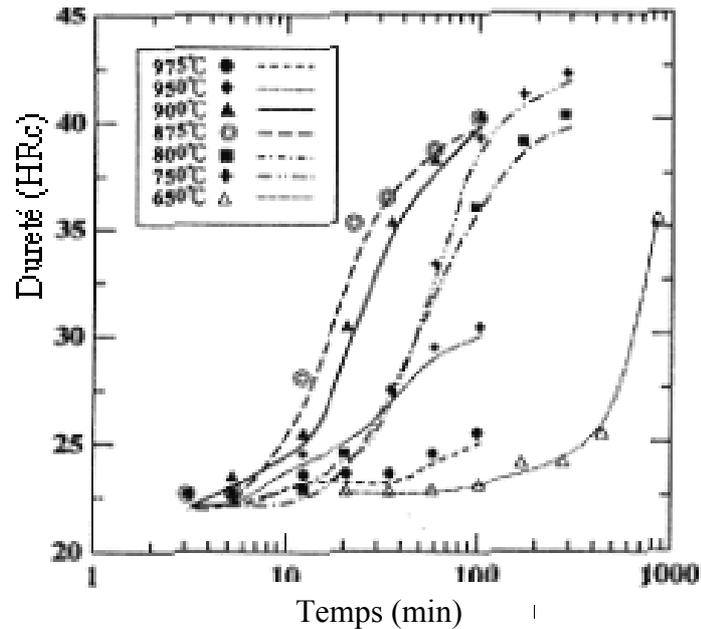


Figure 1.10 : Effet des traitements de vieillissement isotherme à des températures différentes sur la dureté HRc de l'acier inoxydable duplex 2205 [23].

#### 1.4. Résistance à la corrosion

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques est due comme dans le cas des aciers austénitiques et ferritiques, à l'existence d'une couche passive superficielle procédant des propriétés protectrices. La formation de cette couche obéit à un processus d'enrichissement en certains éléments d'alliage tel que le Chrome, le Nickel, le Silicium et le Molybdène.

Le pouvoir protecteur de cette couche - c'est-à-dire le freinage de la dissolution anodique - peut varier selon le degré d'agressivité des milieux. Dans le cas des alliages biphasés, il est possible que le comportement des deux phases soit distinct, par exemple dissolution préférentielle de l'une des deux phases. Cela peut se produire lorsque les réactions électrochimiques anodiques et cathodiques se déroulent sur les deux phases simultanément mais avec des cinétiques différentes.

L'influence de la phase sigma sur les propriétés de corrosion a été le sujet de plusieurs études, et cela concerne en général les soudures. La zone affectée thermiquement peut être sévèrement sensibilisée par les phases intermétalliques telle que la phase sigma [10, 12, 13].

### 1.5. Transformation structurale à haute température

Lors d'un traitement thermique isotherme ou anisotherme, plusieurs évolutions structurales peuvent surgir dans les aciers inoxydables duplex. La plupart des changements sont attribués pour majeure partie à la phase ferritique car celle-ci présente des vitesses de diffusion plus élevées. Les éléments d'alliage diffusent dans la ferrite cent fois plus rapidement que dans l'austénite, cela est principalement la conséquence de la faible compacité du réseau cristallin cubique centré.

Comme il a été mentionné, la ferrite est riche en Cr et Mo. Ces deux éléments représentent les constituants privilégiés des phases intermétalliques. En outre, la solubilité des éléments dans la ferrite diminue avec la chute de température, ce qui favorise la précipitation lors des traitements à haute température.

Les évolutions structurales sont regroupées dans trois catégories :

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

#### 1.5.1. Température supérieure à 1050°C

Lors d'un refroidissement lent à partir des températures supérieures à 1050°C, les aciers inoxydables duplex se solidifient complètement en mode ferritique (ferrite delta), Cette solidification est suivie par une transformation à l'état solide en austénite. Cette transformation est réversible, tout réchauffage au - dessus de 1050 jusqu'à 1300°C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite (figure 1.11).

L'élévation des températures conduit à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases, le facteur K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité dans la phase austénitique tend vers l'unité (figure 1.12) Dans ce cas, la ferrite devient plus riche en éléments interstitiels tels que le carbone et l'azote. Pour les teneurs en Azote comprises entre 0.25 et 0.4%, la proportion est équivalente entre la ferrite et l'austénite à 1250°C. Pour une teneur inférieure à 0.2% , la proportion de ferrite peut atteindre 80 à 85%. Cette observation a une répercussion importante sur la structure des ZAT des soudures. Les grains peuvent devenir équiaxiaux avec le prolongement du traitement à haute température, ou peuvent devenir aciculaires

avec la structure de Widmenstätten lors d'un refroidissement intermédiaire. Les structures aciculaires sont obtenues aussi dans les dépôts des soudures [1, 3, 11].

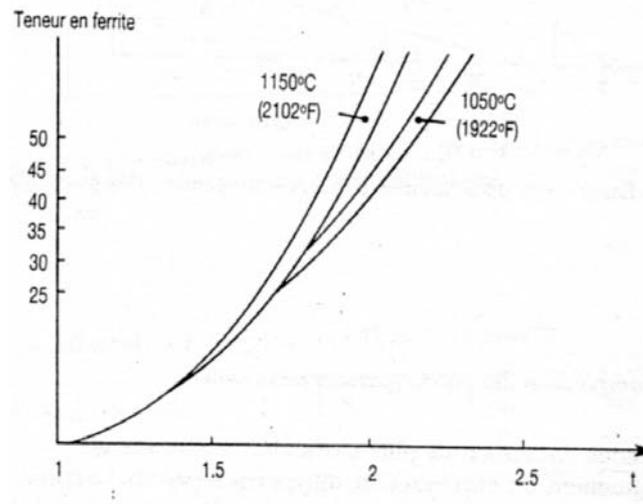


Figure 1.11 : Evolution de la teneur en fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C [3].

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

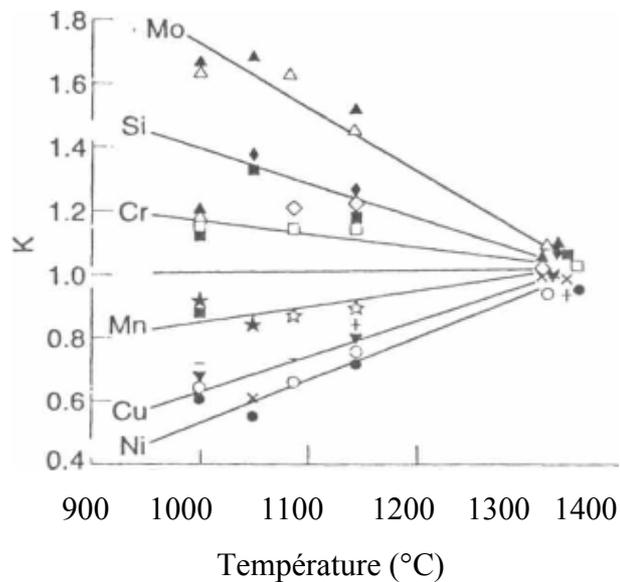


Figure 1.12 : Influence de la température sur le coefficient de répartition des éléments  $K = (\text{ferrite} / \text{austénite})$  [1].

### 1.5.2. Température entre 1050 et 600°C

Cette marge de température est le siège de sensibilisation des aciers inoxydables duplex à la précipitation des composés et des phases intermétalliques (Voir figures 1.10 et 1.11). Ces précipités ont en général une structure cristalline différente de celle du soluté ou du solvant.

Entre 700°C et 950°C environ, une transformation structurale peut surgir donnant comme résultat carbures +  $\sigma$  + austénite secondaire  $\gamma_2$ , avec une migration des interfaces ferrite / austénite vers l'intérieur des grains ferritiques. L'origine de cette transformation structurale est la décomposition eutectoïde de la ferrite, au cours de laquelle résulte un gradient de concentration des éléments d'addition entre précipité et matrice. La phase  $\gamma_2$  s'enrichit en Ni et rejette le Cr et le Mo, encourageant la précipitation des phases riches en ces deux éléments, tels que les carbures de Chrome et la phase sigma.

Sur la figure 1.13, on remarque le changement des fractions volumiques des phases  $\delta$ ,  $\gamma$ ,  $\sigma$ , engendré par des traitements isothermes à différentes températures. Plus la fraction volumique de la phase sigma augmente, plus celle de la ferrite diminue jusqu'à sa consommation totale. La précipitation de la phase sigma peut être influencée par l'élévation des températures de mise en solution. Plus cette température est élevée, plus la précipitation est plus lente [1, 12, 28].

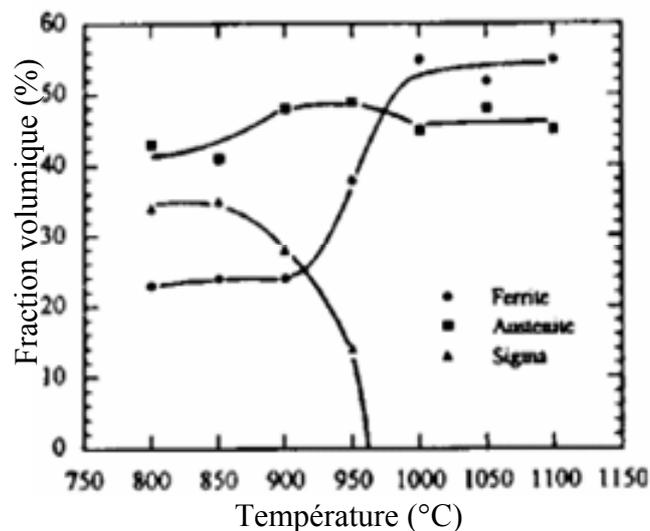


Figure 1.13 : Fraction volumique des phases ferrite, austénite, sigma après traitement isotherme pendant 90 minutes. [17]

### 1.5.3. Température inférieure à 600°C

Ces températures correspondent à un durcissement de la ferrite par l'apparition d'autres formes de précipités telles que les phases intermétalliques  $\alpha'$  riche en Chrome, la phase R ( $\text{Fe}_2\text{Mo}$ ) riche en Mo et les nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$ . L'effet de ces précipités se traduit par une réduction de la ténacité [1, 15].

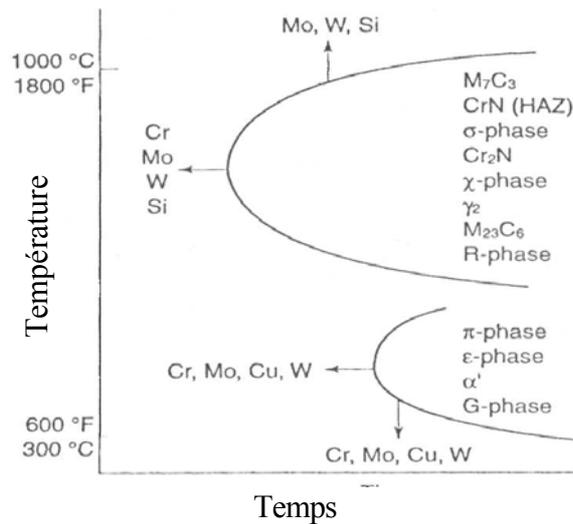


Figure 1. 14 : Effet des éléments sur la formation de différents précipités [1].

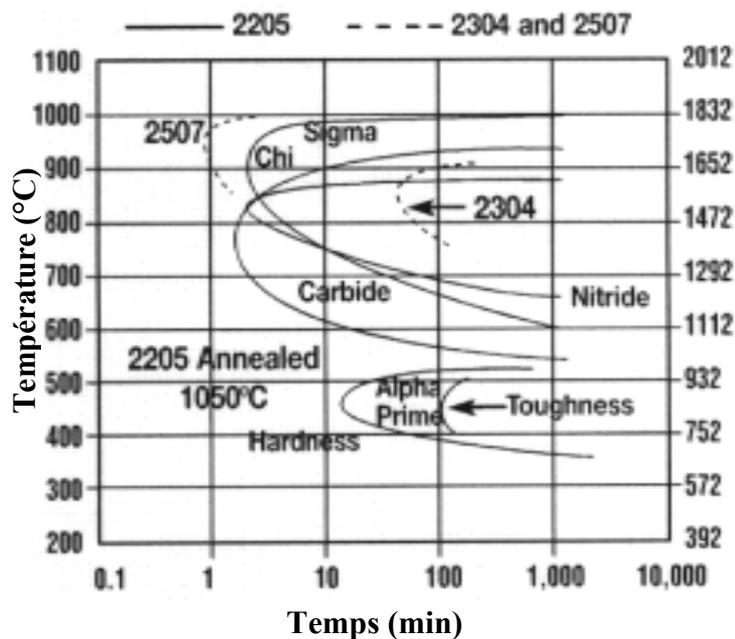


Figure 1. 15 : Cinétique de la précipitation isotherme pour les alliages duplex 2205, 2304, 2507 [2].

## 1.6. Cinétiques et types de précipitation

### a. Phase sigma

Découverte la première fois par Bain et Griffith en 1927, pendant leurs études sur les alliages ternaires Fe-Cr-Ni.

C'est la plus importante phase intermétallique en terme de réduction de la résistance à la corrosion et à la fragilisation. Les teneurs élevées en Cr et Mo favorisent la formation de cette phase car ces deux éléments représentent les constituants privilégiés dans la formation et la stabilisation de cette phase.

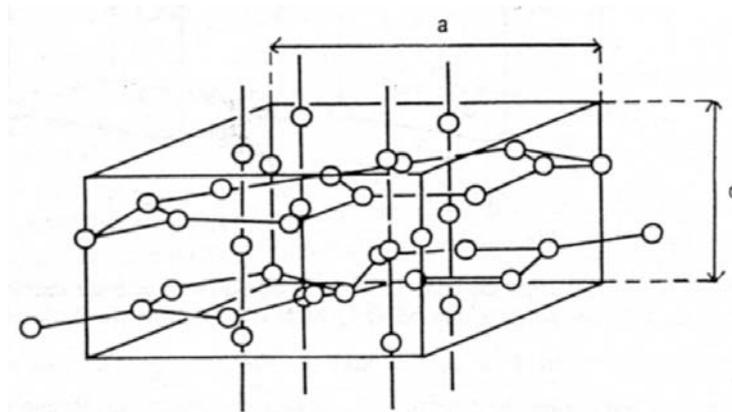


Figure 1.16 : Structure quadratique de la phase sigma

Paramètres :  $a=8.790$  et  $c=4.558$  [3].

La phase intermétallique sigma est non magnétique, dure et fragilisante. Sa formation est associée avec une détérioration de la résistance au choc et la résistance à la corrosion (figure 1.17). Elle germe entre  $650^{\circ}\text{C}$  et  $1000^{\circ}\text{C}$  avec d'autres particules dans l'ordre de préférence suivant :

- Les joints d'interfaces  $\delta / \gamma$ .
- Les joints de grains  $\delta / \delta$  de haute énergie interfaciale.
- à l'intérieur des grains ferritiques.

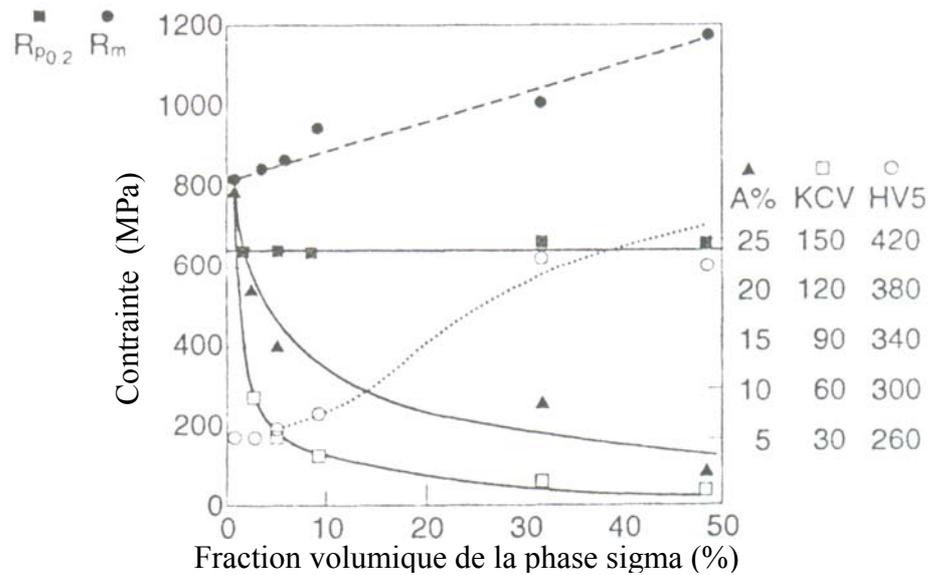


Figure 1. 17 : Propriétés mécaniques de l'alliage duplex S32550 en fonction de la fraction volumique de la phase sigma, précipité par traitement thermique de vieillissement [1].

La minimisation du risque d'apparition de cette phase constitue l'un des facteurs les plus importants dans la réussite des ouvrages et des constructions en acier inoxydable duplex. Dans ces alliages, la ferrite delta est une phase métastable. à des températures inférieures à 1000°C ; la phase austénitique tend à croître dans la direction des régions ferritiques lorsque l'échantillon est lentement refroidi après mise en solution à haute température. Certaines vitesses de refroidissement peuvent donc engendrer une précipitation. Ce qui peut être observé dans les soudures des aciers inoxydables duplex pour certaines conditions opératoires. La vitesse critique permettant d'éviter la formation de la phase sigma au cours du refroidissement est de  $0.25 \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$ , (figure 1.18) confirmé par T.H. Chen, J.R Yang [6, 18, 27].

La température limite de la stabilité de cette phase est en général de 1050°C. Tous les aciers inoxydables duplex doivent être élaborés dans des conditions de mise en solution permettant la dissolution totale de la phase sigma et d'autres types de précipités [6, 8].

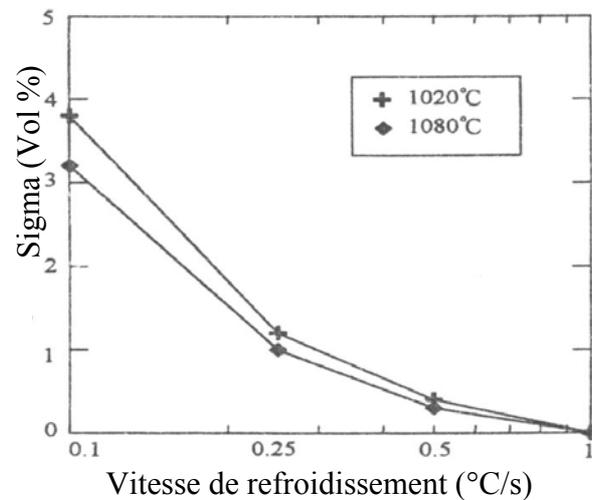


Figure 1.18 : Taux de précipitation de la phase sigma pour des échantillons refroidis à partir de deux températures de mise en solution. 1020 et 1080 °C avec les vitesses 0.1, 0.25, 1°C [6].

Les attaques chimiques métallographiques électrolytiques permettent l'identification et même la quantification de cette phase en utilisant des solutions appropriées telles que l'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde de sodium [12, 23, 30].

#### b. Phase Chi ( $\chi$ )

Comme la phase sigma, la phase  $\chi$  se forme entre 700 et 900°C dans de petites quantités. L'enrichissement de la ferrite en éléments favorisant la formation des phases intermétalliques lors d'une exposition à des températures relativement basses ( 700°C ) favorise la formation de la phase  $\chi$ . Les sites de nucléation sont les joints des grains, les joints de macles incohérents et les dislocations intragranulaires. Pour les aciers inoxydables duplex, cette phase précipite principalement au niveau des interfaces ferrite / ferrite et ferrite / austénite en croissant vers l'intérieur de la ferrite. La nucléation de cette phase peut être influencée par la déformation à froid, en présentant une fraction volumique proportionnelle avec la teneur en Azote. La phase  $\chi$  possède les mêmes influences que la phase sigma sur la résistance à la corrosion et la ténacité du matériau. Elle peut apparaître comme phase intermétallique ou comme carbure de formule  $M_{18}C$ . La maille est de paramètre  $a = 0.892$  nm avec 58 atomes.

La phase  $\chi$  peut se trouver dans les systèmes binaires et souvent dans les systèmes ternaires contenant le Fe, Cr, Mo, avec la composition  $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ , et dans les systèmes contenant Fe, Cr, Mo, Ni, sous la formule  $\text{Fe}_{50}\text{Cr}_{33}\text{Mo}_{13}\text{Ni}_5$  [1, 2, 21].

#### c. La phase Alpha prime $\alpha'$

La phase « alpha prime » riche en Cr, connue par sa fragilisation à 475°C apparaît sous forme de particules cohérentes très fines à l'intérieur de la matrice ferritique et ne peut donc être détectée par microscopie optique. Sa présence est accompagnée d'une augmentation de dureté, une détérioration de la résistance à la corrosion et une diminution de la ténacité. Sa marge de température est 300°C - 550°C (figure 1.14, 1.15). La cinétique de précipitation de la phase alpha prime est plus faible que celle de la phase sigma ou de la phase chi. Les aciers inoxydables duplex peuvent être sévèrement fragilisés par cette phase pendant le service. Pour cela la température maximale d'utilisation de ces nuances est limitée à 300°C [1, 2].

#### d. La phase G

La phase G se développe au niveau des interfaces  $\alpha / \alpha'$  entre 300 et 400°C après un long temps de maintien provoquant un enrichissement en Ni et Si [1].

#### e. Phase R, $\pi$ et $\tau$

Les structure de lave ou la phase R ( $\text{Fe}_2\text{Mo}$ ) riche en Mo, se précipite dans de petites quantités entre 550 et 650°C dans les sites intra ou intergranulaire. Ces phases diminuent la résistance à la corrosion par piquûre.

La phase  $\pi$  a été identifiée dans les sites intergranulaires ferrite / ferrite des aciers inoxydables duplex après un traitement thermique isotherme entre 550°C et 650°C pendant plusieurs heures ; elle est riche en Cr et en Mo et souvent confondue avec la phase sigma [1].

#### f. Phase $\epsilon$ riche en Cu

Pour les alliages contenant du cuivre avec ou non du tungstène, d'autres mécanismes de durcissement surgissent.

Une sursaturation se produit dans la ferrite à cause de la diminution de sa solubilité aux basses températures entraînant une précipitation d'une phase extrêmement fine, la phase  $\epsilon$  riche en Cu après un maintien de 100h à 500°C, ce qui élargit le domaine de température de durcissement pour les aciers inoxydables duplex [1, 3].

#### g. Carbures de chrome $M_{23}C_6$ et $M_7C_3$

Les carbures de chrome les plus répandus pour les nuances duplex ont une forme générale  $M_{23}C_6$  ; ces carbures peuvent contenir du Mo, leur formation se fait dans la marge de température 550°C - 950°C. D'autres carbures précipitent sous la forme  $M_7C_6$  ou  $M_6C$  (avec M= Cr, Fe, Mo). La formation de ces carbures provoque la détérioration de la résistance à la corrosion à cause de l'appauvrissement local en chrome.

Le carbure  $M_7C_3$  se forme entre 950°C et 1050°C aux interfaces  $\delta / \gamma$ . Cependant, comme la précipitation de ces carbures ne prend qu'environ 10min, on peut les éviter en utilisant la technique de trempe normale. Pour les duplex dont la teneur en Carbone est relativement élevée ( 0.03% ), la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  peut avoir lieu rapidement entre 650°C et 950 °C et ne nécessitent qu'une minute de ce précipité à 800°C. Les régions préférées des  $M_{23}C_6$  sont les interfaces  $\delta / \gamma$  lorsque la ferrite riche en Cr et l'austénite riche en C sont juxtaposées [1, 2].

#### h. Nitrures $Cr_2N$ et CrN

L'azote est ajouté aux aciers inoxydables duplex afin de stabiliser l'austénite et d'améliorer la résistance mécanique et la résistance à la corrosion. La solubilité de l'azote dans l'austénite est nettement plus élevée que dans la ferrite. A plus haute température, la fraction volumique de la ferrite augmente et sa solubilité pour l'azote augmente également. Au cours d'un refroidissement ultérieur, cette solubilité diminue et la ferrite devient sursaturée en Azote entraînant une précipitation intergranulaire de nitrures tel que  $Cr_2N$ . Ces nitrures en tendance à mieux se former après une mise en solution à haute température suivie d'une trempe. Cependant, le soudage favorise d'autres types de nitrures cubiques CrN. Le maintien isotherme à des températures comprises entre 700°C et 900 °C provoque

la précipitation des nitrures intergranulaires  $\text{Cr}_2\text{N}$  aux joints de grains ferritiques  $\delta / \delta$  sous forme de fines plaquettes[4, 15].

Tableau 1.3 : Caractéristique cristallographique des principaux précipités dans les aciers inoxydables [3].

	Structure	Paramètres
Cr N	c.f.c. typeNaCl	$a = 4,140 \text{ \AA}$
$\text{Cr}_2\text{N}_\beta$	—	
$\text{Nb}_2 \text{Cr}_2 \text{N}_2$ (phase Z)	Quadratique	$a = 3,034 \text{ \AA}$ $c = 7,387 \text{ \AA}$
$\text{Fe}_4 \text{N}$ (phase $\gamma'$ )	c.f.c. atomes N en site interstitiel octaédrique	$a = 3,791 \text{ \AA}$ (du côté fer) $a = 3,801 \text{ \AA}$ (du côté N)
phase $\varepsilon$ $\varepsilon - \text{Fe}_3\text{N}/\text{Fe}_2\text{N}$	Hexagonal compact	$a = 2,660 \text{ \AA}$ $c = 4,344 \text{ \AA}$ } du côté riche en fer } $a = 2,764 \text{ \AA}$ $c = 4,420 \text{ \AA}$ } du côté riche en azote
phase $\zeta$ $\text{Fe}_2\text{N}$	Orthorhombique (surstructure des atomes N)	$a = 5,511 \text{ \AA}$ $b = 8,29 \text{ \AA}$ $c = 4,425 \text{ \AA}$
phase $\chi$	isomorphe du Mn $\alpha$ (cubique centré)	$a \sim 8,9 \text{ \AA}$
phase $\sigma$ Fe Cr	quadratique à 30 atomes	$a = 8,790 \text{ \AA}$ $c = 4,559 \text{ \AA}$ $c/a = 0,519 \text{ \AA}$
phase $\sigma$ Fe V	quadratique. à 30 atomes	$a = 8,92 \text{ \AA}$ $c = 4,61 \text{ \AA}$ $c/a = 0,516$

### 1.7 Application [1, 3, 4, 25]

Les aciers inoxydables duplex de type 2205 (UNS 31803) trouvent de plus en plus leurs applications dans des divers domaines :

- Industrie mécanique.
- Aéronautique,
- Nucléaire.
- Pétrochimique.
- Pâte à papier.
- Réservoir de stockage des produits chimiques.
- Echangeur de chaleurs.
- Acide organique.....

## CHAPITRE 2 PROCEDURES EXPERIMENTALES

Dans cette partie, nous présenterons par ordre chronologique les différentes techniques expérimentales utilisées.

### 2.1. Identification du matériau utilisé

Le matériau utilisé dans cette étude est l'acier inoxydable duplex 2205. Il a été reçu sous forme de tube de 170mm de diamètre et de 7 mm d'épaisseur (figure 2.1).

#### Analyse de la composition chimique

L'analyse de la composition chimique de notre acier à été faite au Laboratoire de Métallurgie de la Base Centrale Logistique (BCL) de Béni-Mered (Blida). L'appareil utilisé est un spectromètre de fluorescence des rayons X. L'irradiation de l'échantillon à analyser par un faisceau de rayon X primaire entraîne une émission d'autres rayons X secondaires de fluorescence dont les longueurs d'ondes sont caractéristiques des éléments constituant l'échantillon.

Des analyses complémentaires pour le dosage du Carbone ont été faites au laboratoire de la SNVI (Rouiba) en utilisant la méthode de fusion avec catalyseur (Cu).

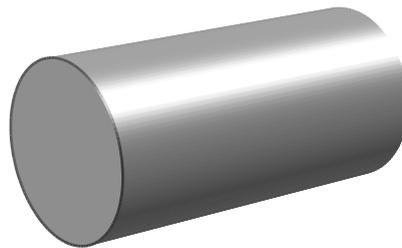


Figure 2.1 : Matériau brut de réception.

## 2.2. Prélèvement des éprouvettes

Des échantillons sous forme parallélépipédique ont été prélevés du tube non soudé afin d'étudier le comportement de l'acier à haute température et la cinétique du phénomène de précipitation. Ces éprouvettes ont été destinées à la caractérisation micro structurale et mécanique de l'acier.

D'autres éprouvettes ont été prélevées du tube soudé contenant les différentes zones du cordon de soudure, comme le montre la fig.2.2. Ces éprouvettes ont été destinées à l'étude du comportement de la zone fondue et de la zone affectée thermiquement.

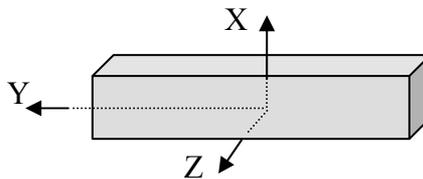


Figure 2.2 : Schéma des échantillons.

## 2.3. Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four à résistance électrique au Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC) de Chéraga. Le traitement a été réalisé en utilisant un four à résistance électrique.

### a. Traitement de mise en solution

Ce traitement consiste en un chauffage à 1100°C pendant 60min suivi d'une trempe à l'eau.

### b. Traitement de vieillissement

Les températures choisies pour le traitement de vieillissement sont 750°C et 850°C, avec des temps de maintien allant de 15 à 420min.

## 2.4 Méthodes de caractérisation

Les méthodes de caractérisation adoptées dans cette étude sont :

- Des méthodes destinées à l'observation de la microstructure en utilisant la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage.
- Des méthodes destinées à examiner le comportement mécanique de l'acier au moyen des essais de microdureté Vickers et des essais de résiliences.
- Une technique permettant l'analyse et l'identification des différents constituants des échantillons.

### a. Caractérisation métallographique

#### a. 1. Préparation des échantillons

L'observation des microstructures nécessite une préparation préalable des échantillons. Les étapes de cette préparation sont :

- Préparation des échantillons à partir des éprouvettes prélevées et traitées thermiquement.
- Enrobage.
- Polissage : en allant des papiers abrasifs de granulométrie étagée (80 – 1200) vers la pâte d'alumine de 0.3 et de 0.05 $\mu\text{m}$  de granulométrie.

#### a. 2. Attaques métallographiques

Deux solutions d'attaques chimiques ont été utilisées afin de mettre en évidence la structure et la morphologie des grains et afin d'estimer les proportions des phases après chaque traitement (Glyceria et hydroxyde de potassium KOH électrolytique). Le tableau 2.1 présente les réactifs utilisés pour révéler la structure en bande des aciers inoxydables duplex et la morphologie des grains ferritiques et austénitiques après mise en solution, ainsi que les phases intermétalliques présentes après les traitements de vieillissement.

### Glyceregia :

Permet la révélation des joints de grains ferritiques et austénitiques, les interfaces, les joints des macles, la précipitation des phases intermétalliques, la morphologie de la structure [29].

### KOH électrolytique :

Permet la coloration des phases et des précipités intermétalliques. Contrairement à la solution classique Glyceregia, l'hydroxyde de potassium ne révèle pas les joints de macles et les joints ferritiques et austénitiques.

Cette attaque révèle la phase sigma en marron foncé, la ferrite en marron clair ou jaune, les carbures en noir tandis que l'austénite reste blanche. En nuance de gris la phase sigma devient noir, et la ferrite grise [12, 23, 26, 30].

Tableau 2.1 : Solutions d'attaques chimiques.

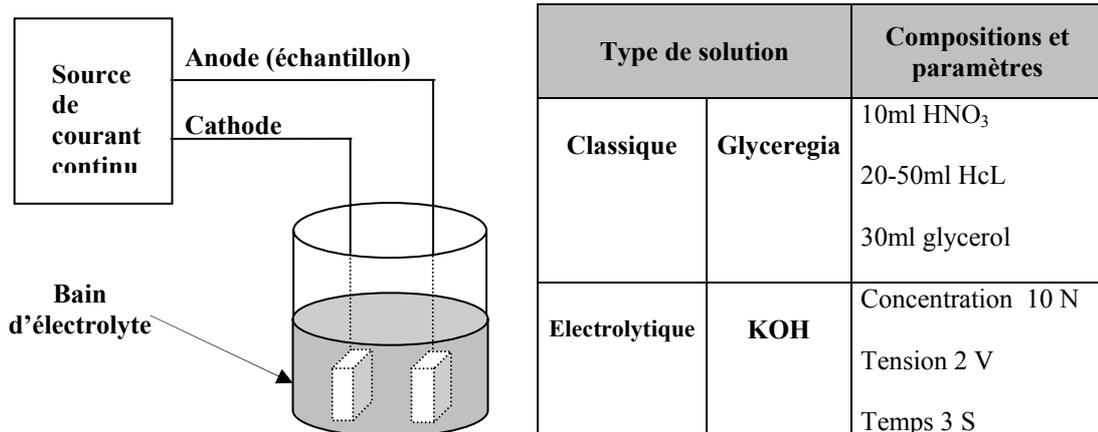


Figure 2.3 : Dispositif d'attaque électrolytique.

L'appareillage se compose d'un Becher de 1 à 2 litres contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable. [dans notre cas, nous avons utilisé une cathode en acier inoxydable austénitique 304L], un voltmètre et un ampèremètre permettant de suivre les caractéristique électriques indiquées pour la solution approprié.

### a. 3. Observation par microscopie optique

L'acquisition des micrographies optiques a été réalisée au niveau du Centre de Recherche scientifique et technique en Soudage et Contrôle (CSC) en utilisant un microscope optique de type ZEISS Axio Plan, doté d'une caméra numérique avec logiciel (AXIO Cam MRc).

#### Analyse d'image

Cette technique permet de tirer profit des micrographies obtenues par microscopie optique d'une manière quantitative. L'utilisation des logiciels de traitement d'image (ATLAS) permet de mesurer quantitativement les fractions volumiques des phases en présence. Pour cela, on utilise des attaques métallographiques appropriées permettant une dissolution sélective et une coloration inégale des phases et des précipités.

### a. 4. Observation au MEB avec microanalyse

#### Fonctionnement

L'image est formée point par point par balayage de la surface du métal au moyen d'un faisceau électronique d'environ 20nm de diamètre, sur une aire carrée comprise entre 20nm et 0.5  $\mu\text{m}$  selon le grossissement. Ce dernier peut aisément dépasser 50000 (avec une résolution de 20 nm), la profondeur de champ atteint les 500 $\mu\text{m}$  au grossissement 100, et 30 $\mu\text{m}$  au grossissement 200, Cette grande profondeur du champ du MEB permet d'examiner aisément les micro-reliefs des surfaces de rupture et des morphologies des surfaces corrodées.

La surface du métal émet des signaux modulés qui sont captés par divers détecteurs adaptés aux modes de réponse du métal. On peut en effet obtenir des images topographiques en captant et en analysant les signaux principaux suivants:

- Electrons rétrodiffusés (d'énergies très voisines de celles du faisceau primaire) : c'est le mode réfléchissant, qui donne un fort contraste avec une résolution courante de 100 nm.
- Electrons secondaires, de faible énergie, dont les trajectoires courbes permettent de voir l'intérieur des anfractuosités, avec une résolution courante de 20 nm; la profondeur de champ est 300 fois supérieure à celle du microscope optique.

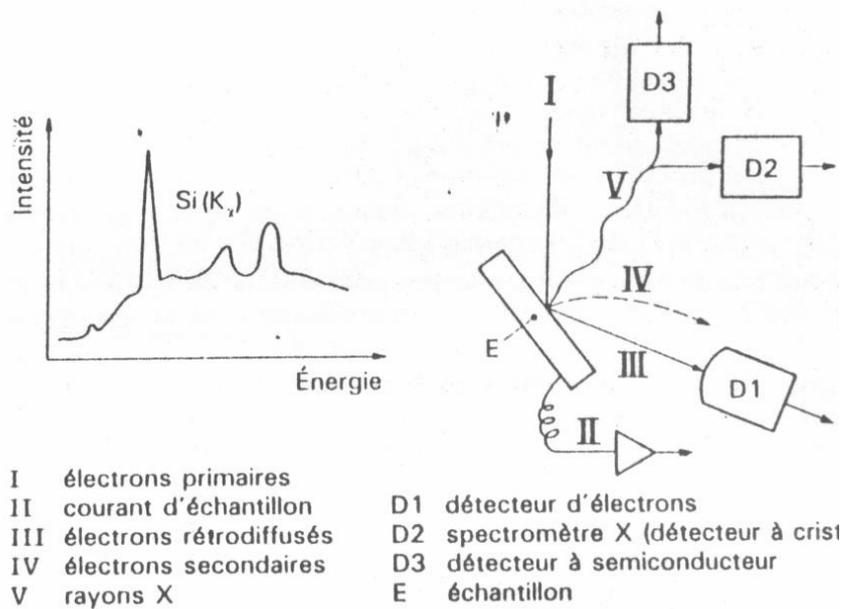


Figure 2.4 : Microscopie électronique à balayage avec spectrométrie X et analyse en énergie.

Cet essai a été réalisé au niveau du Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA), le microscope électronique utilisé est de type JEOL JSM-6360LV.

Dans le but de déterminer la nouvelle répartition des éléments d'addition entre les différentes phases, la composition chimique de chaque phase a été analysée individuellement en utilisant la spectrométrie par dispersion d'énergie (EDS).

## b. Caractérisation mécanique

### b. 1. Essais de Dureté et de Microdureté

Ces essais permettent de caractériser les cinétiques de durcissement structural, ils sont à la fois rapides et peu coûteux en matériaux (figure 2.5).

Le Duromètre utilisé est de type INSTRON WOLPERT TESTOR avec une charge de 5Kg (HV5).

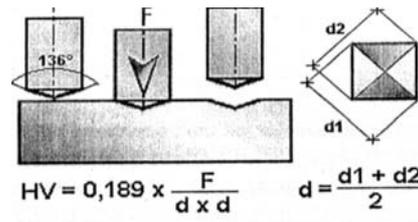


Figure 2.5 : dureté Vickers.

Le Microduromètre est de type BUEHLER Micromet [Hardness Tester], la charge utilisée est de 25g.

Ces essais a été réalisés au niveau du Centre de Recherche scientifique et technique en Soudage et Contrôle (CSC).

### b. 2. Essai de résilience

L'essai de flexion par choc ( essai de résilience ou essai de rupture fragile ) consiste à mesurer le travail nécessaire pour rompre, à l'aide d'une masse pendulaire, un barreau usiné sous forme carrée de 1cm<sup>2</sup> de section, entaillé en son milieu par une encoche et reposant sur deux appuis.

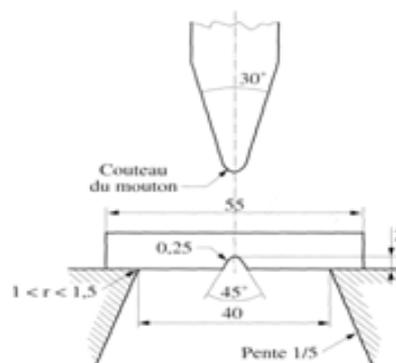


Figure 2.6 : Essai de résilience.

L'essai est réalisé conformément à la norme NF EN 10045-1 octobre 1990. à température ambiante. Les éprouvettes de résilience entaillées en V, sont ceux définis par la norme NF A 875 schématisée par la figure 2.6.

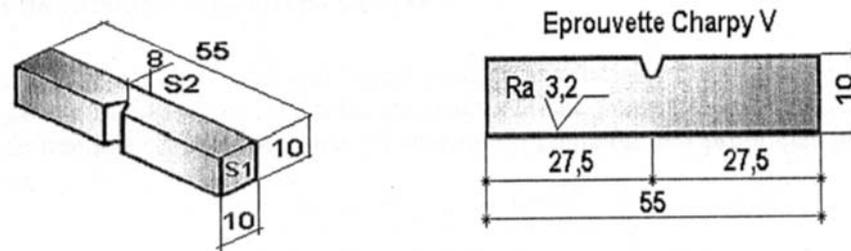


Figure 2.7 : Epreuves de résilience.

L'essai de résilience a été suivi d'une observation des faciès de rupture par microscopie électronique à balayage. Cet examen permet de joindre et de faire une correspondance entre l'aspect métallurgique microstructural et le comportement mécanique de notre acier.

### c. Analyse par diffraction des rayons X

#### Principe

Le principe de la méthode de diffraction des rayons X est de faire tourner un échantillon par rapport à un faisceau monochromatique. Opération au cours de laquelle une famille de plans cristallins peut diffracter.

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde  $\lambda$  tombe sur un matériau métallique, une partie du faisceau est diffusée par les atomes du cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté. Cette condition de diffraction est illustrée sur la figure 5 et connue sous le nom de **Loi de Bragg** qui s'exprime sous la forme:  $2 d \sin \theta = n \lambda$

Avec :  $d$  : distance entre deux plans réticulaires consécutifs.

$\theta$ : angle des rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire.

$n$  : nombre entier appelé ordre de la réflexion.

Cette loi montre que, pour un matériau donné et un faisceau de rayons X monochromatiques, il n'y aura diffraction des rayons X que pour des angles d'incidence  $\theta$  bien déterminés. Ces angles sont en relation avec les distances entre les plans réticulaires produisant les réflexions.

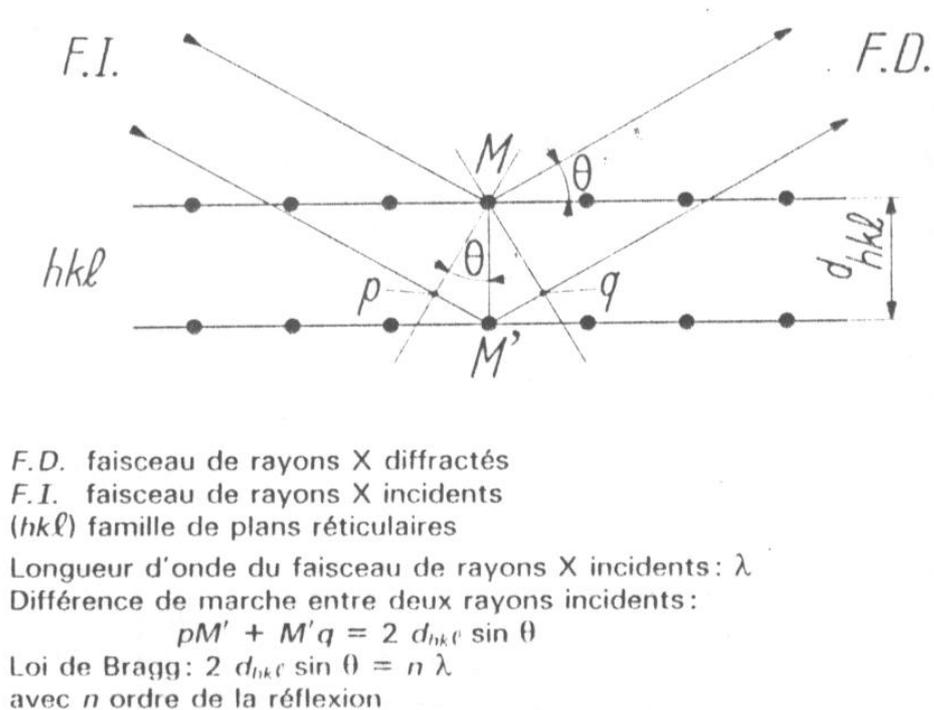


Figure 2.8 : loi de Bragg [22].

Pour une intensité incidente  $I_0$ , l'intensité  $I$  des rayons X diffractés dépend principalement :

- de l'angle de Bragg  $\theta$  et de la longueur d'onde  $\lambda$ .
- de la répartition des atomes dans la maille élémentaire (facteur de structure  $F_{hkl}$ )
- du volume  $V$  du matériau irradié.
- de l'état de perfection du réseau cristallin.

Un système muni d'un détecteur transmet les différentes informations à un logiciel de calcul permettant d'analyser et de reporter les résultats sur un diffractogramme.

La diffraction des rayons X (DRX). Cet examen a été réalisé au Centre de développement des technologies avancées (CDTA) sur un diffractomètre de type D8 ADVANCE BRUKER en utilisant la source Cu -  $K\alpha$  ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ).

## CHAPITRE 3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS

En premier lieu, nous présenterons les différents états structuraux des échantillons après traitement thermique à haute température avec une identification des phases et des précipités ; et en second lieu, nous traiterons le comportement mécanique de notre acier.

### 3.1. Identification du matériau

#### 3.1.1. Analyse chimique

Le tableau 3.1 montre les résultats de l'analyse chimique de notre acier. Cette composition correspond bien à celle de l'acier inoxydable duplex 2205. La présence des teneurs élevées en éléments gammagènes et alphagènes confère à cet acier l'aptitude de présenter une structure biphasée après solidification.

Tableau 3.1 : Composition chimique du matériau étudié.

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

#### 3.1.2. Examen microstructural

La figure 3.1 représente la microstructure de l'acier 2205 à l'état reçu, cette microstructure est typique aux aciers inoxydables duplex et visualise clairement les deux phases : ferrite / austénite. L'austénite est présente sous forme de plages isolées à l'intérieur de la matrice ferritique et peut être distinguée par le phénomène de maillage. A cet état, l'arrangement de ces deux phases est relativement désordonné.

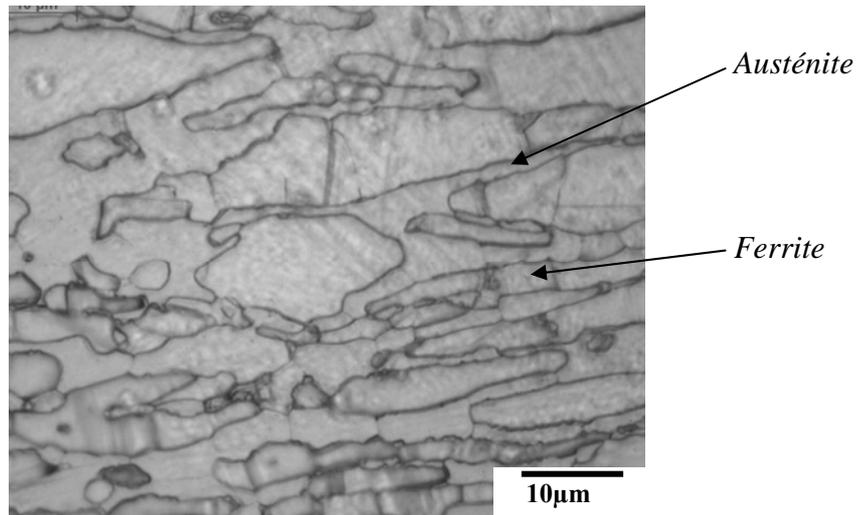


Figure 3.1 : Micrographie optique du matériau à l'état reçu.

### 3.2 Traitement de mise en solution

Chauffage à 1100°C pendant 60 minutes suivi d'une trempe à l'eau.

La figure 3.2 représente la structure de l'alliage après traitement de mise en solution, ce traitement permet un bon équilibre de la fraction volumique des phases avec une répartition homogène des éléments interstitiels ou substitutionnels en diminuant les gradients de concentrations localisées des éléments ; il permet aussi l'élimination de toute précipitation préalable.

Sur cette figure, la structure en bande devient plus apparente. La ferrite en gris foncé, l'austénite en blanc.

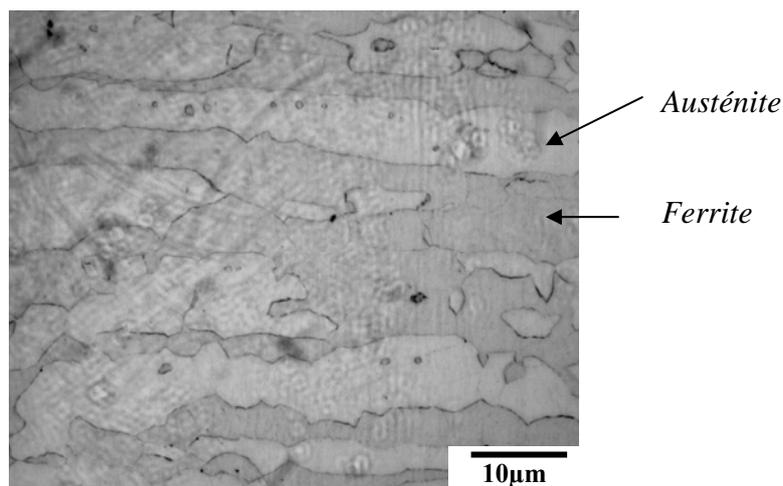


Figure 3.2 : Microstructure après traitement de mise en solution.

### 3.3 Traitement de vieillissement

Les figures suivantes montrent l'évolution de la précipitation au cours des traitement de vieillissement à 750°C et à 850°C pendant les temps de maintien:15min, 120min, 420min.

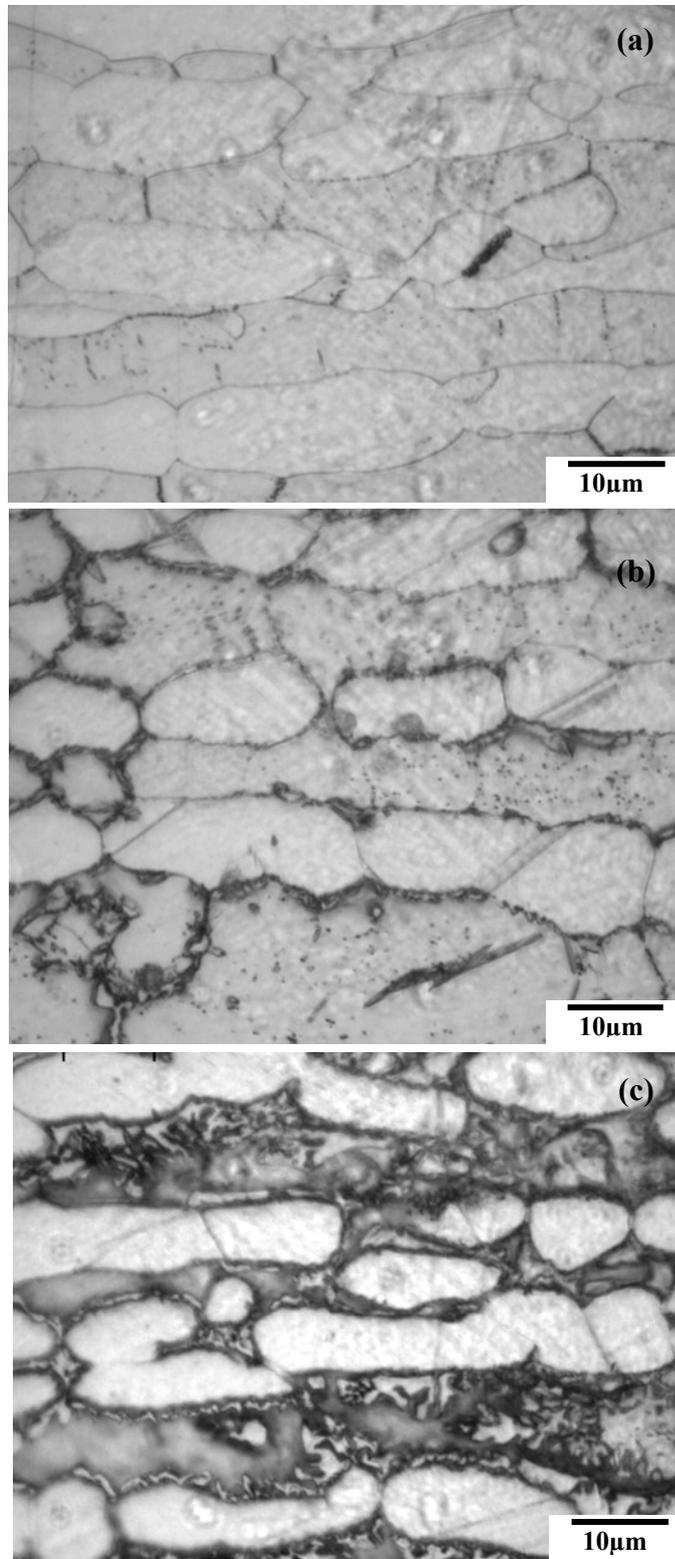
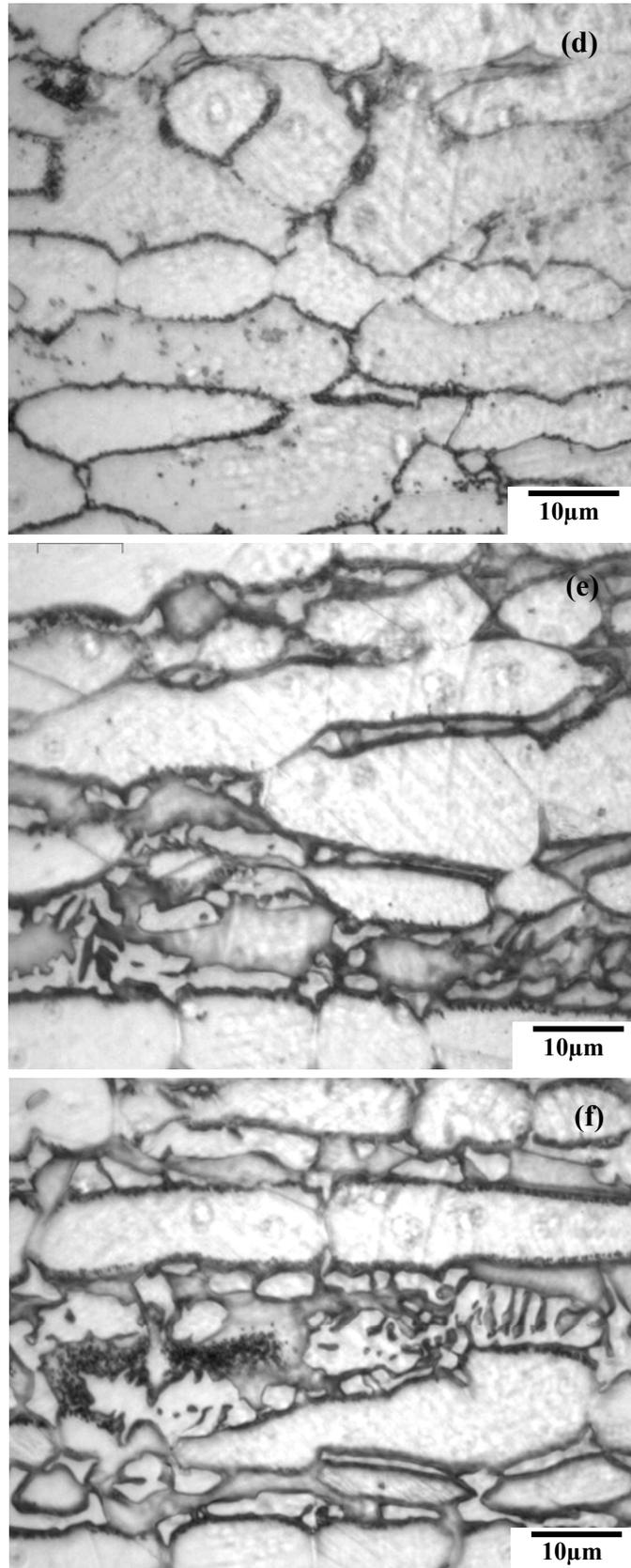


Figure 3.3 : (a), (b), (c) Vieillissement à 750°C pendant 15min, 120min, 420min respectivement.



Figures 3.4 : (d), (e), (f) Vieillissement à 850°C pendant 15min, 120min, 420min respectivement.

Les figures 3.3 et 3.4 montrent les micrographies des échantillons vieillis à 750 ° C et à 850 ° C pendant les différents temps de maintien. A travers ces micrographies, on observe l'évolution microstructurale des échantillons au cours du traitement.

On remarque tout d'abord que les évolutions structurales ont eu lieu principalement dans la phase ferritique. L'austénite initiale n'a subi aucun changement tout le long des traitements de vieillissement.

Lors des 15 premières minutes, une précipitation apparaît aux joints d'interfaces ferrite / austénite, ferrite / ferrite et même à l'intérieur des grains ferritiques (figures 3.3 a et 3.4 d). Ces précipités ont une forme de particules fines dispersées le long des joints. Les échantillons traités pendant 60 minutes et plus présentent une autre forme de précipitation, c'est une phase intermétallique ayant plusieurs morphologies (figures 3.3 b, c et 3.4 e, f). Les techniques d'analyse confirment la présence de ces précipités.

Les particules précipitées durant les premières minutes au niveau des interfaces et à l'intérieur des grains ferritiques sont identifiées comme étant des carbures de chrome de formule générale  $M_{23}C_6$ . La phase intermétallique qui apparaît en blanc sur les figures 3.3 c et 3.4 e, f est la phase sigma.

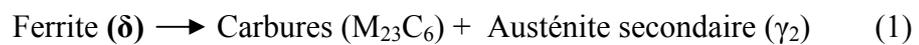
La cinétique de précipitation est plus accélérée à 850°C. La température la plus élevée permet une diffusion plus rapide des éléments constituant les différents types de précipités, à l'intérieur des grains et à travers les joints d'interfaces ferrite / austénite. Ces interfaces possèdent une forte énergie interfaciale et sont considérés comme sites préférentiels de précipitation.

En observant l'évolution de la microstructure pour chaque température figures 3.3(a, b, c) et figures 3.4 (d, e, f), on remarque que la précipitation débute avec l'apparition des carbures de chrome, mais ces carbures atteignent une taille maximale dès la première heure du traitement en se stabilisant par la suite (figures 3.3 a, 3.4 b). Pour les temps de traitement les plus longs (plus d'une heure), la phase intermétallique sigma tend toujours à croître à l'intérieur des grains ferritiques, occupant son volume. Plus le temps de maintien augmente, plus le phénomène de précipitation s'accélère ; la phase intermétallique sigma devient plus dominante et la fraction volumique de la ferrite diminue.

### 3.4. Mécanismes et stades de la transformation

Les résultats précédents montrent que lors du vieillissement, la ferrite est le siège d'une transformation structurale. Cette transformation est identifiée comme étant une décomposition eutectoïde (une phase solide se transforme en donnant naissance à deux autres phases solides) donnant comme résultat carbures + phases intermétalliques+ austénite secondaire. Ce qui est en concordance avec les études établies par K Min Lee & al [5] et D. Y. Kobayashi & al [10].

Cette transformation peut être décrite par les deux réactions suivantes :



A des températures inférieures à 1000°C, la ferrite Delta des aciers inoxydable duplex est une phase métastable. Et en raison de la faible compacité du réseau cristallin cubique centré, les éléments d'alliages diffusent plus rapidement dans la ferrite que dans l'austénite.

La précipitation de carbures de chrome et de la phase sigma nécessite la présence des teneurs élevées en chrome et en molybdène, leur formation entraîne donc un appauvrissement localisé de la matrice en ces éléments. On remarque d'après les micrographies des figures 3.3 et 3.4, que les régions voisines de la phase sigma sont toujours de couleur plus foncée que les régions lointaines, ces régions sont très sensibles aux attaques chimiques à cause de leur appauvrissement en Cr et en Mo.

La ferrite est riche en Cr et possède une plus grande diffusivité de cet élément que l'austénite, ce qui explique la germination et la croissance des carbures et de la phase sigma préférentiellement à l'intérieur des grains ferritiques.

La taille maximale des carbures de Chrome est obtenue après environ 60 minutes de traitement. Ces particules conservent les mêmes tailles avec le prolongement du temps de maintien.

### 3.4.1. Premier stade de la transformation

Activation de la précipitation aux joints d'interface ferrite / austénite et aux joints de grains ferrite / ferrite et même à l'intérieur des grains ferritiques (figure 3.5).

Selon la réaction (1), ce sont les carbures de chrome qui germent les premiers, à cause du grand pouvoir de diffusion du carbone dans la matrice austéno-ferritique et de sa grande mobilité à travers les interfaces ferrite / austénite à haute température.

La première réaction se produit rapidement et donne naissance à une structure de morphologie lamellaire de carbures et d'austénite selon T.H. Chen et J.R Yang [6]. Et à cause du faible % de carbone, la réaction (1) se limite à des particules très fines de carbures adjacentes aux interfaces primaires ferrite / austénite et ferrite / ferrite.

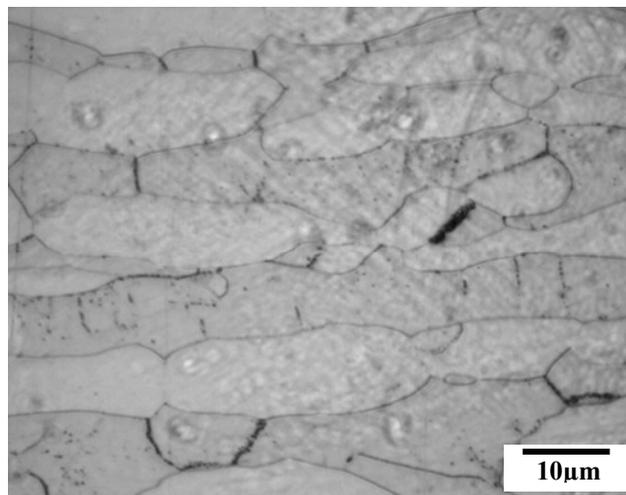


Figure 3.5 : Vieillissement à 750°C pendant 15mn.

### 3.4.2. Deuxième stade de l'évolution structurale

La croissance des carbures de chrome est accompagnée d'une nucléation de l'austénite secondaire  $\gamma_2$  en repoussant l'interface ferrite/ austénite à l'intérieur des grains ferritiques (migration de l'interface  $\delta/\gamma$ ). Les nouvelles interfaces possèdent une forme relativement courbée comme le montre la figure ci-dessous qui représente l'échantillon traité à 850°C pendant 1h.

La courbure des nouvelles interfaces ferrite / austénite selon K Min Lee et al [5] est reliée au gradient des énergies interfaciales au niveau de la jonction particule / joint de grain, favorisant les réactions de précipitation lamellaire ou cellulaire. Pour cela, les carbures de chrome sont considérés comme des sites préférentiels de la germination de la phase sigma.

On remarque la présence de la phase sigma après 60 minutes de traitement à 750°C (figure 3.3 b)

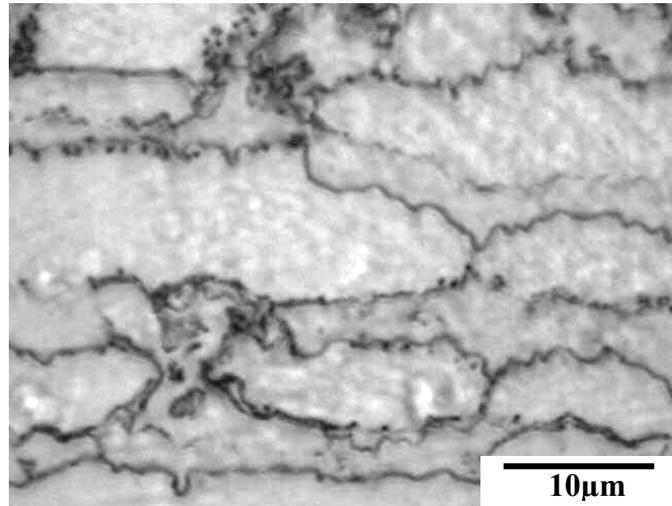


Figure 3.6 : Vieillissement à 850°C pendant 60min.

#### 3.4.3. Germination de l'austénite secondaire et la phase sigma

Les carbures précipités possèdent une teneur riche en Cr, ce qui provoque un appauvrissement en cet élément des régions voisines de la ferrite du fait que le Cr nécessaire pour la formation et la stabilité de la phase sigma dépasse la quantité disponible dans la ferrite, d'autres quantités de Cr doivent être fournies. Ceci explique l'appauvrissement de la ferrite en cet élément au voisinage des joints de grain. La phase sigma et la ferrite ont une teneur faible en Ni, la formation de la phase sigma entraîne donc un repoussement du Ni vers les interfaces sigma / ferrite. Les régions appauvries en Cr et enrichies en Ni se transforment en austénite secondaire et l'équilibre des phases est ainsi réalisé.

La phase austénitique est composée de l'austénite primaire, qui est la phase initiale existante après solidification de l'alliage, et l'austénite secondaire provenant de la décomposition eutectoïde de la ferrite, localisée entre l'austénite primaire et la phase sigma.

Plusieurs tentatives de microanalyse par EDS de l'austénite secondaire ont été réalisées. [10], Le résultat obtenu est toujours une composition chimique semblable à celle de l'austénite primaire, cela est dû au fait que le diamètre et le champ de pénétration du faisceau d'électrons sont plus grands que les dimensions de cette nouvelle phase, de même pour les carbures de chrome.

### 3.4.4. Troisième stade de la transformation

Les figures ci-dessous montrent la croissance de la phase sigma à l'intérieur des grains ferritiques.

On observe sur cette figure la morphologie de la décomposition eutectoïde donnant naissance à une structure lamellaire d'austénite secondaire et de sigma. Les lamelles sont plus larges à 850 °C à cause de la diffusion et la mobilité des éléments qui atteignent des distances plus éloignées (figure 3.4 f).

Les particules dispersées et alignées sous forme de fuseaux ont été identifiées comme étant des carbures de Chrome. Leurs dimensions sont très faibles, inférieurs au diamètre du faisceau émis lors des microanalyses par dispersion d'énergie (EDS).

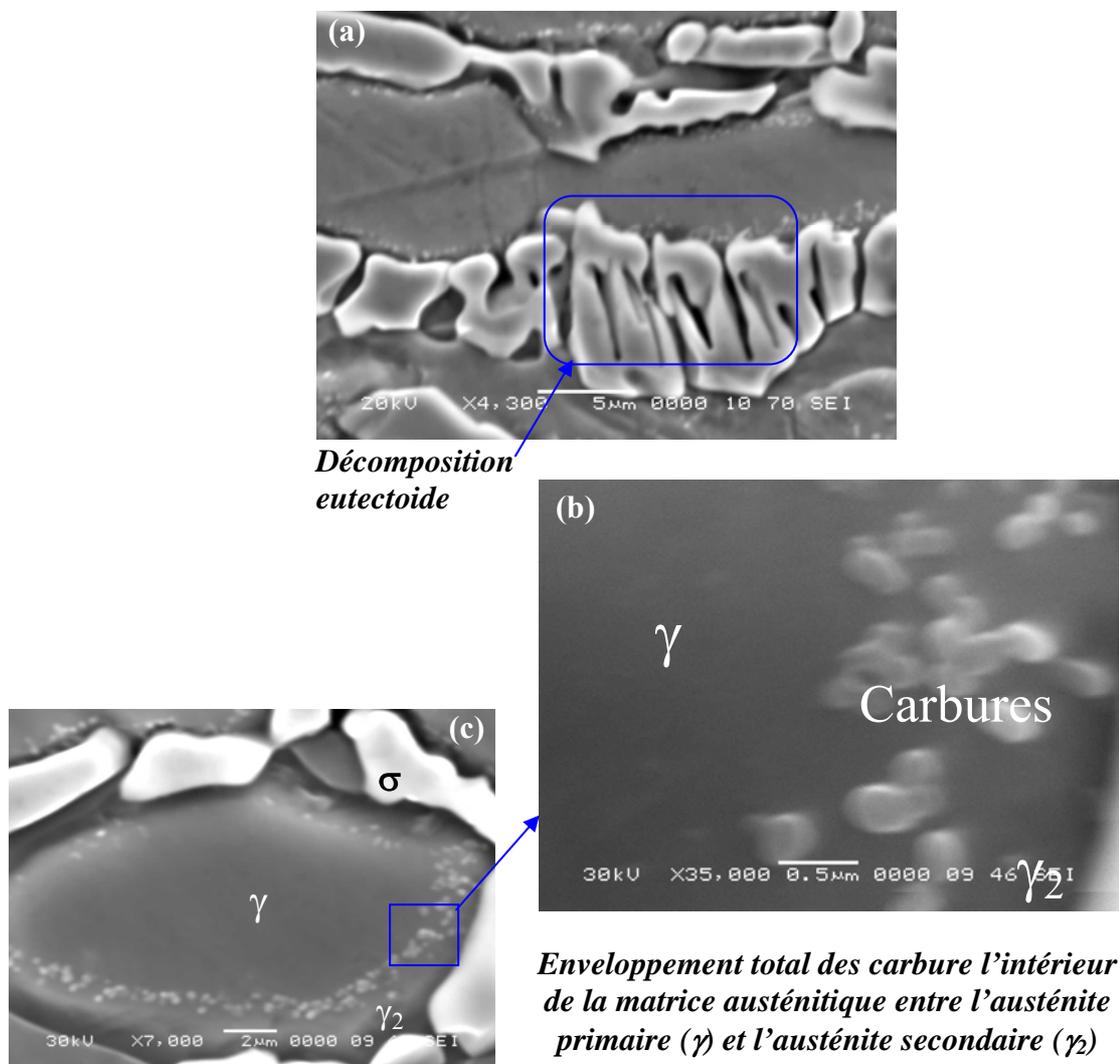


Figure 3.7 : Après vieillissement à 850 °C Pendant 420min.

*On peut résumer l'évolution microstructurale comme suit :*

La cinétique de précipitation est contrôlée simultanément par plusieurs facteurs et donne naissance à des formes variées de composés ou de phases intermétalliques.

Premièrement, une précipitation de fines particules de carbures en dispersion au niveau des joints d'interfaces austénite / ferrite et ferrite / ferrite, deuxièmement une nucléation de la phase sigma aux endroits de plus forte énergie interfaciale ferrite / austénite au contact des carbures préformés suivie d'une croissance de la phase sigma a l'intérieur des grains ferritiques.

Les régions ferritiques voisines de l'interface  $\delta / \gamma$  se transforment en austénite secondaire ( $\gamma_2$ ). En conséquence, les particules des carbures formées précédemment seront entourées et enveloppées entre l'austénite initiale et l'austénite secondaire.

La présence de précipités intergranulaires tels que les carbures accélère la vitesse d'apparition de la phase sigma, en agissant comme sites de nucléation.

La figure ci-dessous schématise les différentes étapes de l'évolution structurale au cours du traitement de vieillissement.

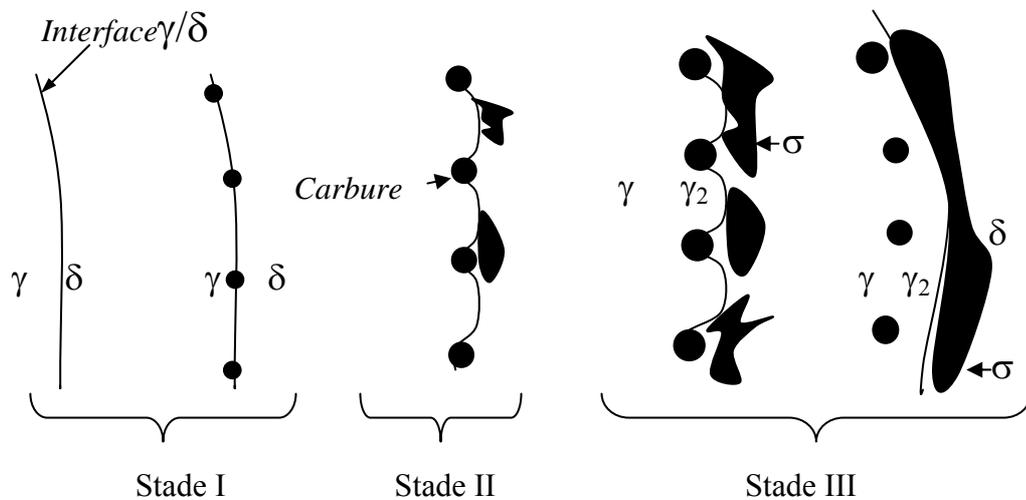


Figure 3.8 : Schéma de l'évolution structurale.

### 3.5 Résultats de microanalyse

#### 3.5.1. Echantillon vieilli à 750°C pendant 300min

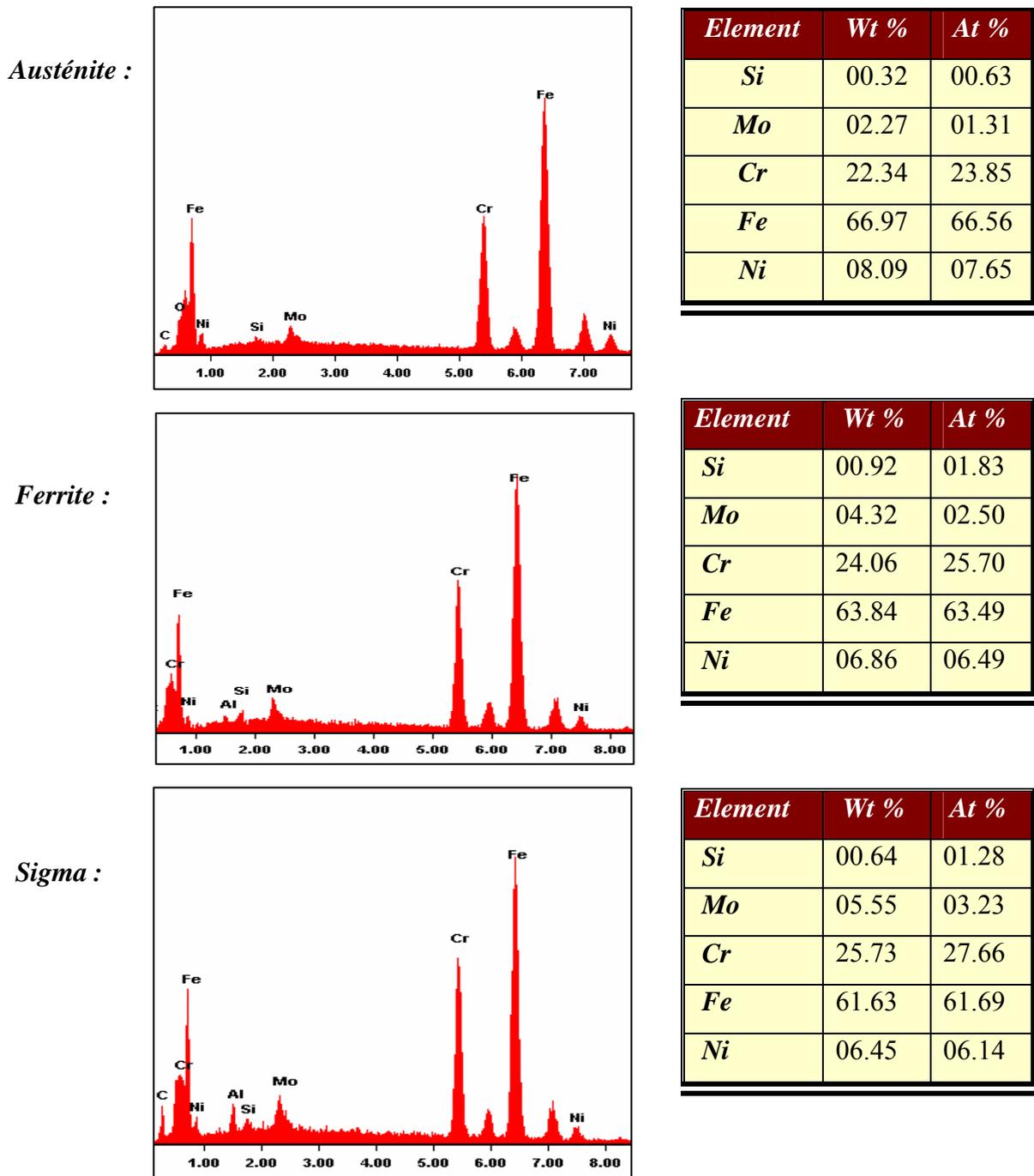


Figure 3.9 : Résultats des microanalyses (Echantillon vieilli à 750°C pendant 300min).

### 3.5.2. Echantillon vieilli à 850°C pendant 420min

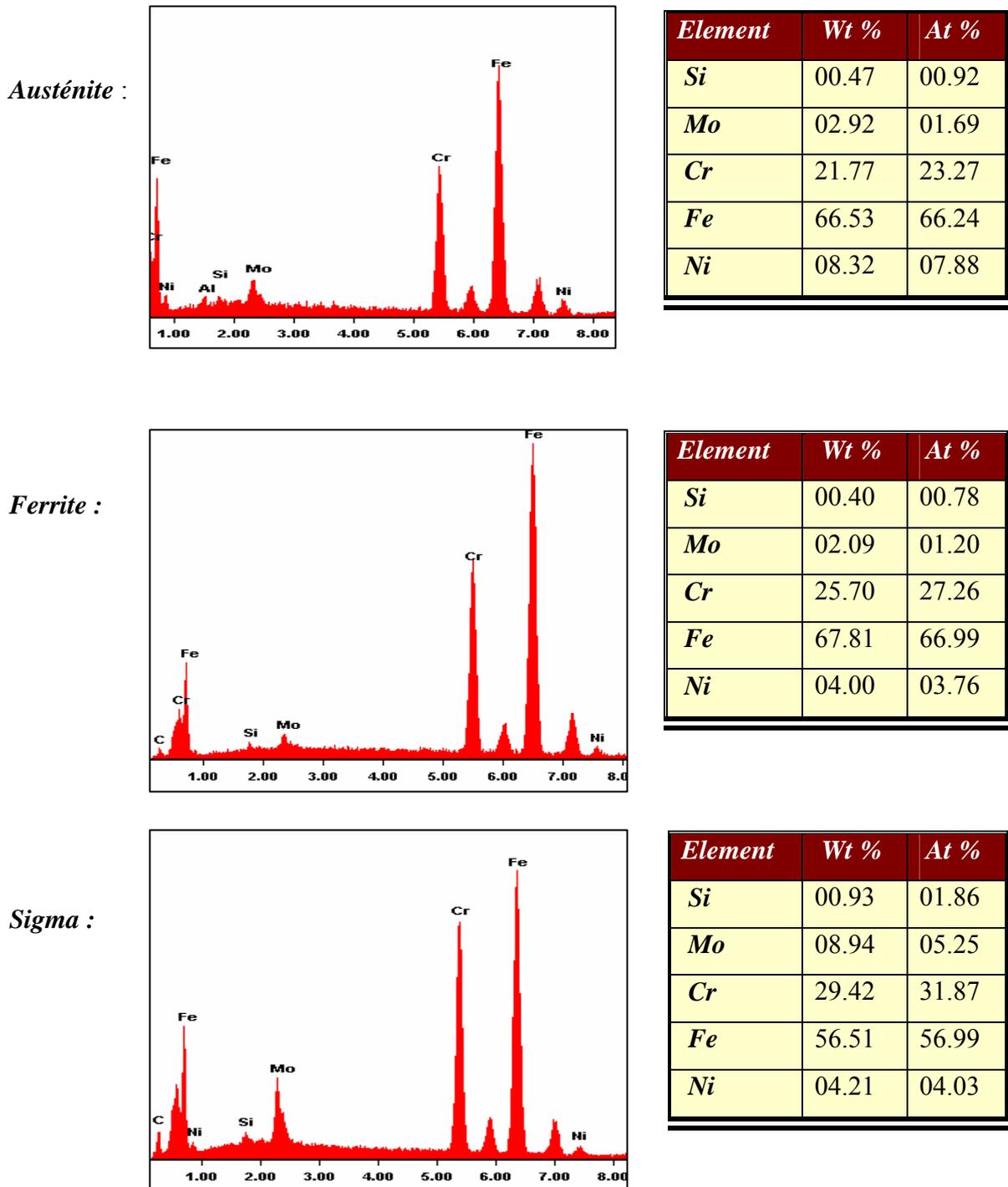


Figure 3.10. Résultats des microanalyses (Echantillon vieilli à 850°C pendant 420min).

Les microanalyses réalisées sur les différents échantillons montrent la composition chimique locale de chaque phase. Ces analyses permettent de déterminer la nature des différentes phases en présence dans l'alliage.

Les résultats correspondent bien à celle des phases : ferrite, austénite, sigma.

La ferrite delta est riche en éléments alphas tels que le Cr, Mo et le Si, tandis que l'austénite est riche en Ni. La phase sigma à son tour est plus riche en Cr et en Mo.

Pour les carbures de chrome, leur taille fine nécessite des tensions élevées de l'ordre de 30 KV (figure 3.7 c) pour pouvoir les visualiser. Mais le faisceau émis par des tensions pareilles dépasse en profondeur les dimensions de ces particules, ce qui donne comme résultat lors de toute tentative de microanalyse, une composition chimique semblable à celle de la matrice.

### 3.6. La diffraction des rayons X

Les figures 3.11, 3.12 montrent les diffractogrammes des échantillons après traitement de vieillissement à 750 °C et 850 °C. Sur ces diffractogrammes, on remarque la présence des pics de ferrite et d'austénite qui sont les deux phases constituant l'alliage. A ces températures, les intensités des pics de la ferrite diminuent avec le prolongement du temps de maintien du vieillissement, tandis que les intensités des pics de l'austénite augmentent. En comparant les diffractogrammes des échantillons vieillis avec le diffractogramme du métal après mise en solution, on remarque l'apparition d'autres pics ayant des intensités proportionnelles au temps de maintien, ces pics correspondent aux différents précipités, ce qui s'explique par le mécanisme de la transformation qui se fait selon les deux réactions (1) et (2) citées précédemment. Ces constatations sont en concordance avec plusieurs travaux [6,12]

La comparaison de ces diffractogrammes avec les fiches ASTM présentée dans les appendices E, F, G, H montre la présence de la phase sigma et les carbures de Chrome.

Après 420 minutes de traitement, les intensités des pics de la ferrite deviennent minimales, la fraction volumique majoritaire de la ferrite s'est décomposée, donnant naissance aux précipités et à l'austénite secondaire  $\gamma_2$ .

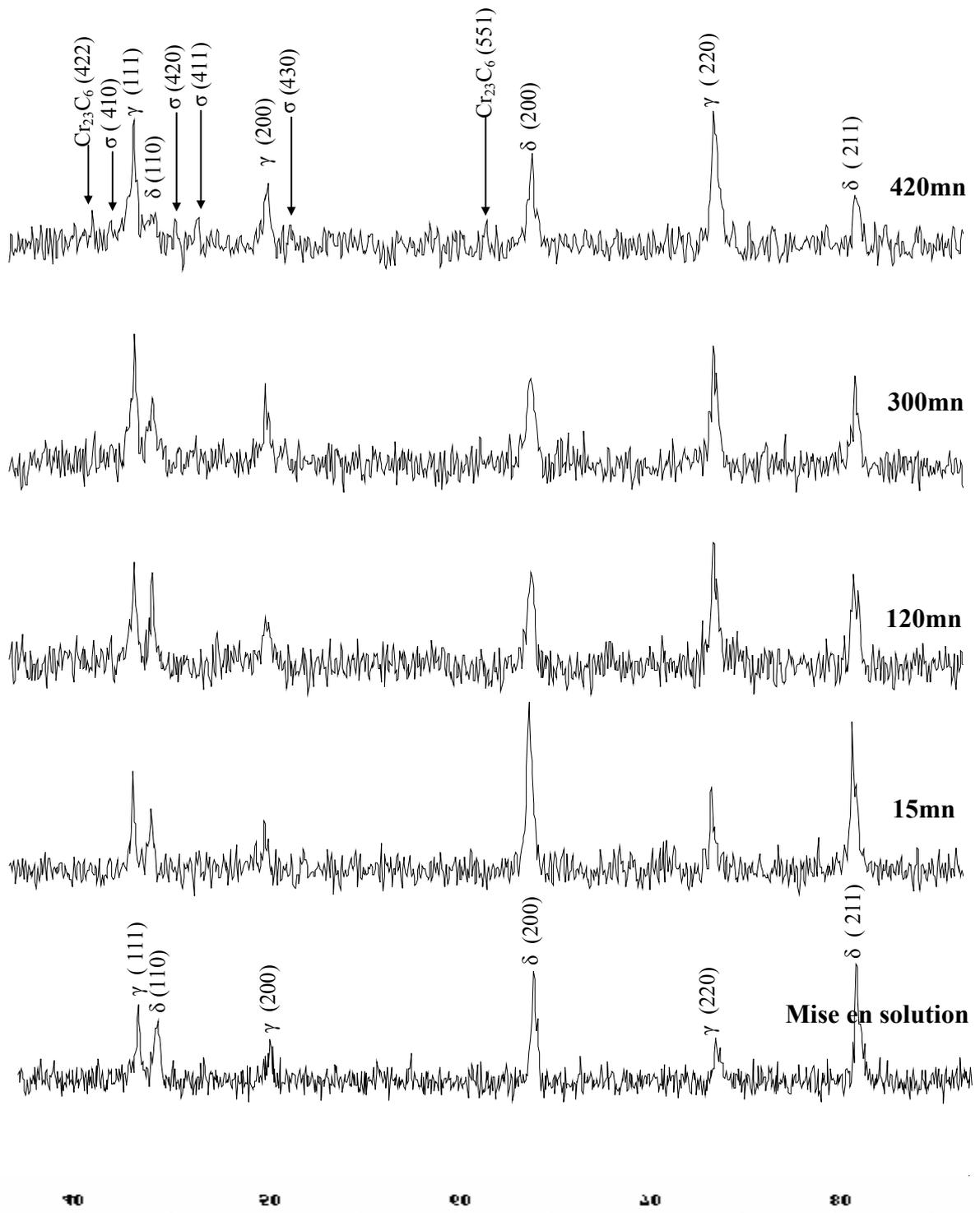


Figure 3.11 : Diffractogrammes des échantillons vieilli à 750°C.

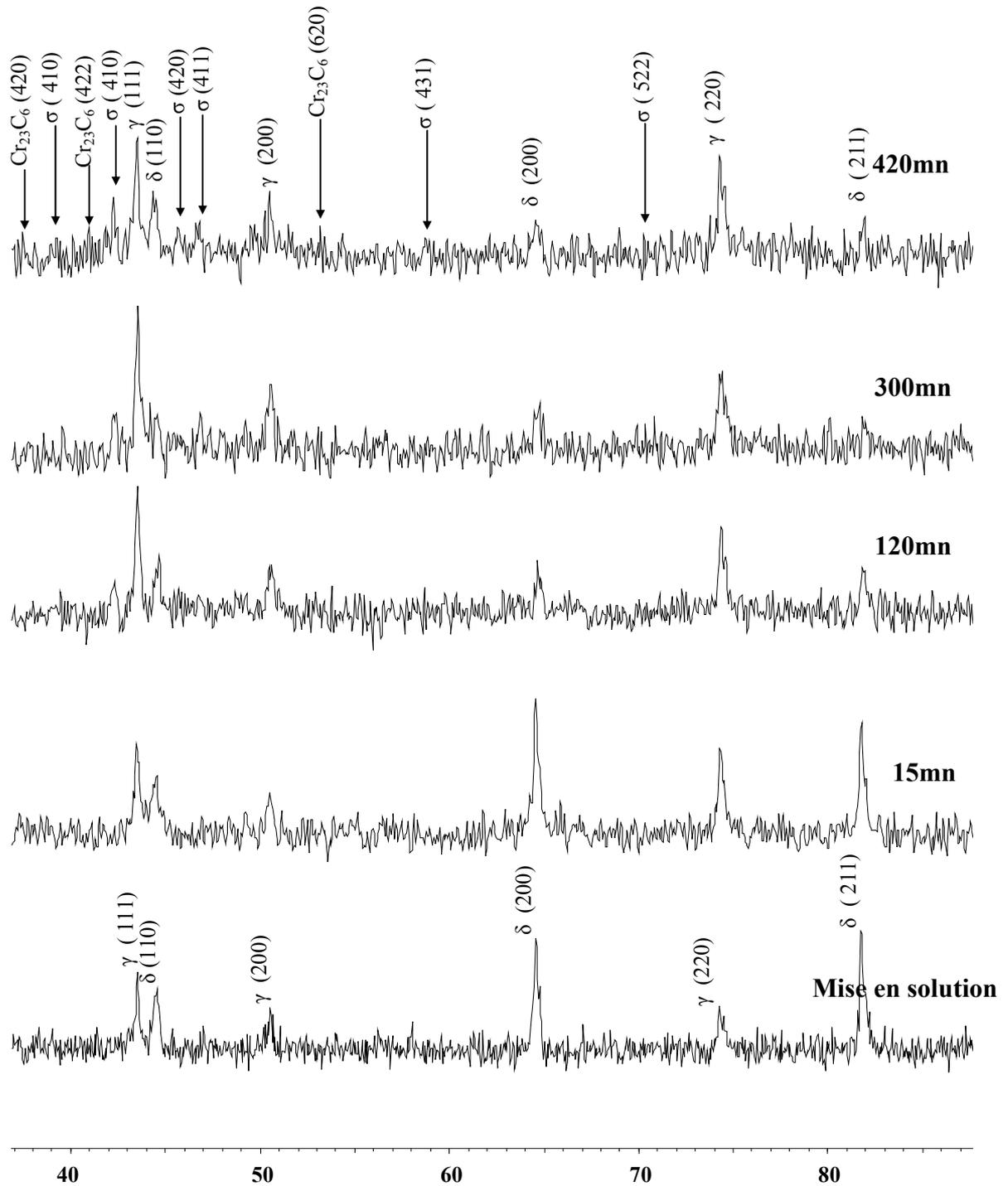


Figure 3.12 : Diffractogrammes des échantillons vieilli à 850 °C.

### 3.7 Analyse d'image [Taux de précipitation]

La technique d'analyse d'image a été réalisée, en utilisant des attaques chimiques électrolytiques au KOH permettant la coloration inégale et dissolution sélective des phases.

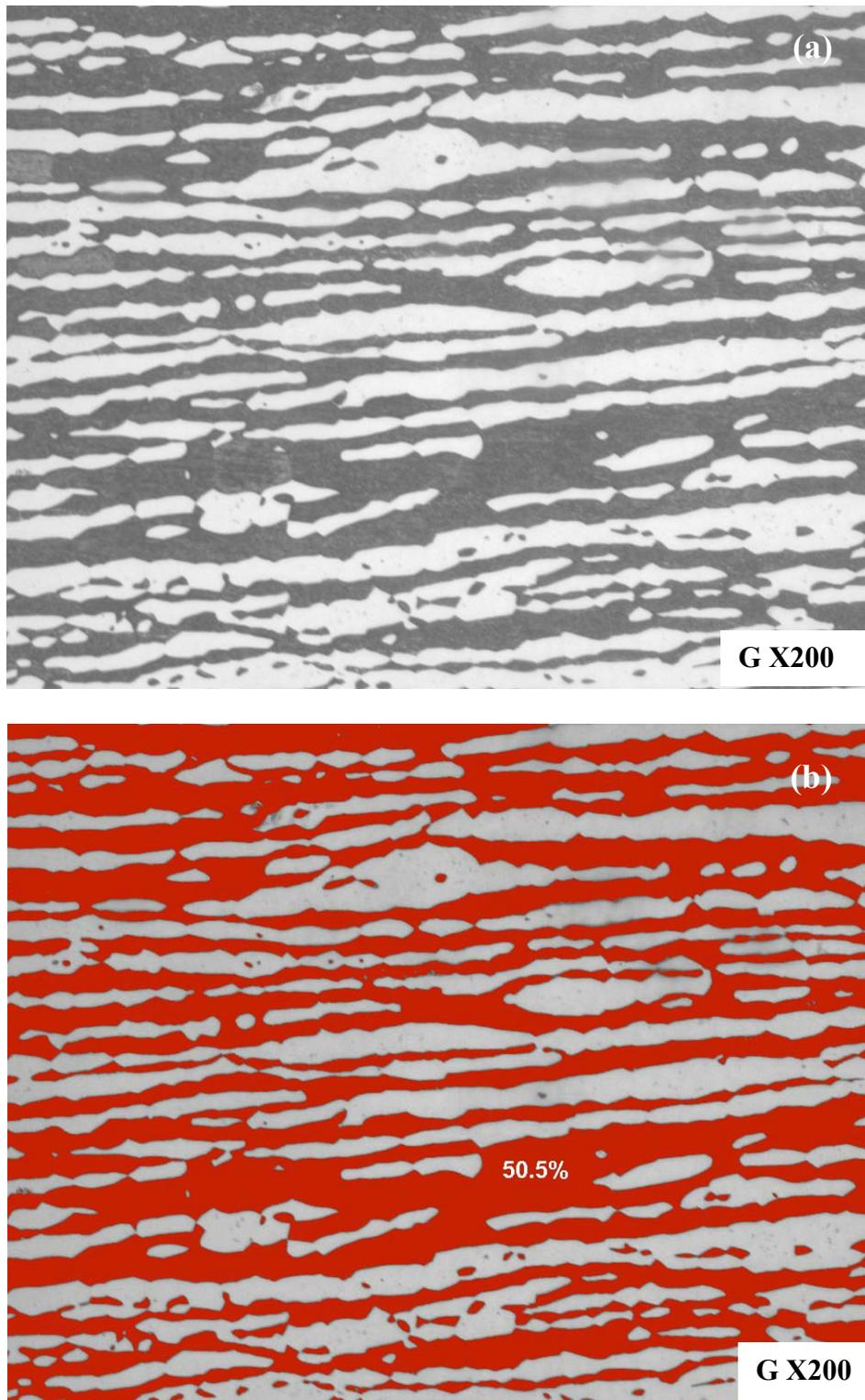


Figure 3.13 : Technique d'analyse d'image (Echantillon traité à 1100°C pendant 60min).

La figure 3.13 illustre un exemple des résultats des proportions de phases obtenus après mise en solution à 1100°C.

- (a) Micrographie initiale.
- (b) Micrographie après analyse d'image

La structure présente une proportion de phase de 50% ferrite 50% austénite avec un aspect de bande plus apparent.

Ci dessous (figure 3.14), on remarque l'apparition de la phase sigma en marron foncé à l'intérieur de la matrice ferritique, après attaque électrolytique au KOH. La ferrite légalement colorée, et l'austénite reste blanche.

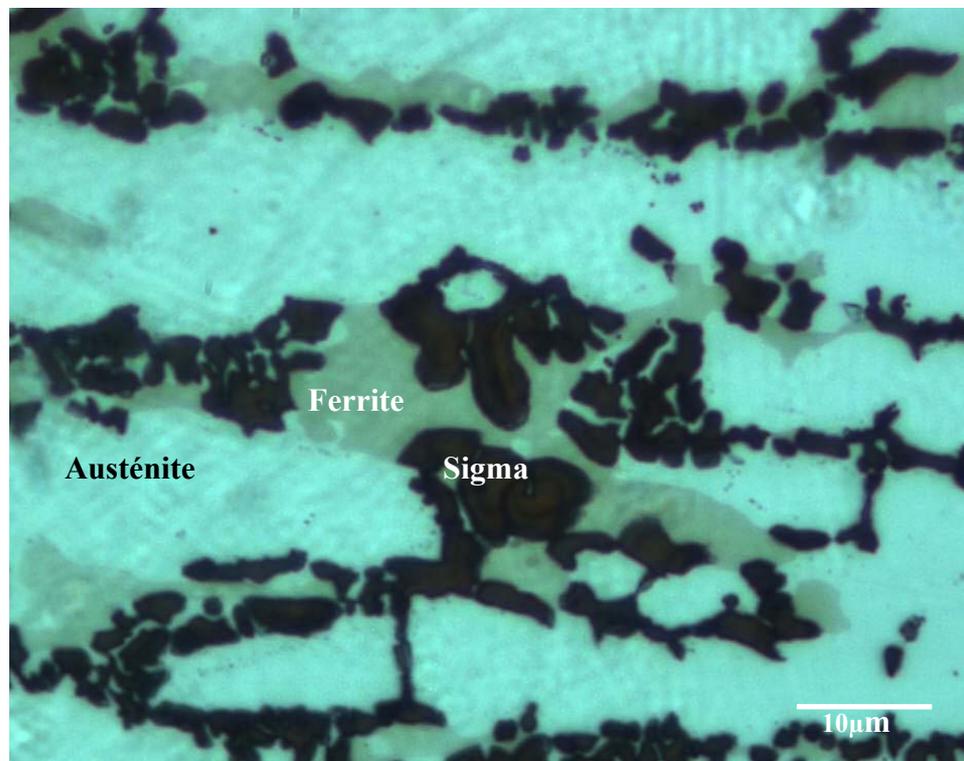


Figure 3.14 : Attaque électrolytique au KOH.

La cinétique de la précipitation de la phase sigma est montrée par la figure 3.15. cette figure illustre les différents stades de précipitation pouvant avoir lieu lors d'un traitement de vieillissement à 750 °C ou à 850 °C pendant un intervalle de temps s'étalant entre 15 minutes et 420 minutes.

D'après les variations des deux courbes, on constate que les deux cinétiques sont relativement semblables. Après deux heures de traitement, la précipitation devient moins accélérée pour les deux températures, en raison de la décomposition de la phase ferritique et la diminution de la concentration locale des éléments formateurs des précipités.

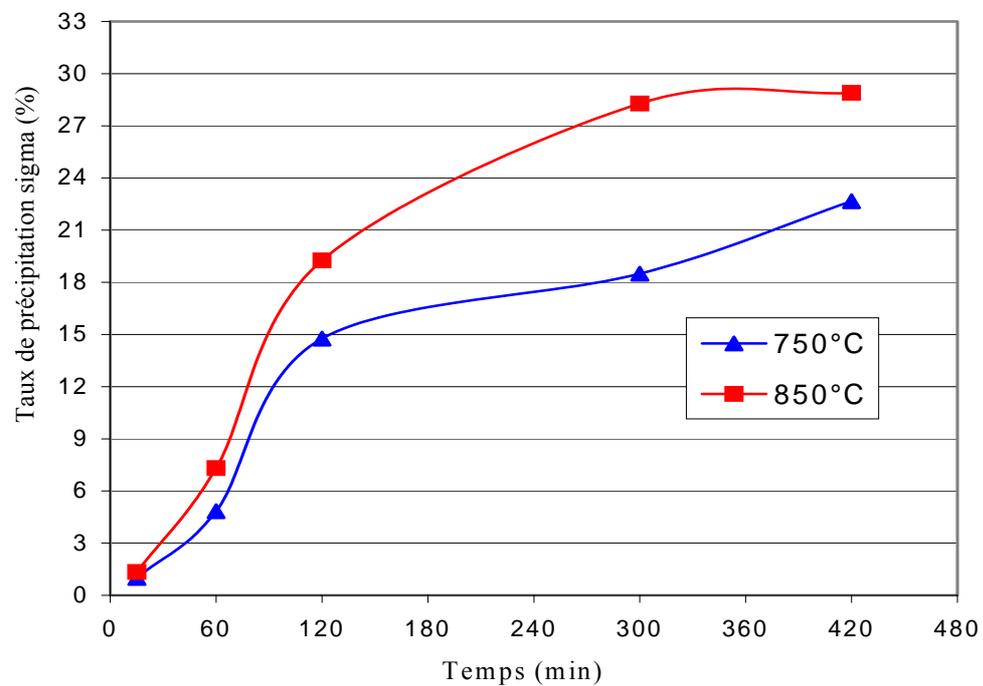


Figure 3.15 : Cinétique de précipitation.

### 3.8. Comportement mécanique

#### 3.8.1 Dureté

La dureté augmente avec le temps de maintien pour les deux températures de vieillissement. Les échantillons présentent les mêmes valeurs de dureté jusqu'à 30 minutes de traitement. Après, on remarque une augmentation plus accélérée à 850 °C pendant 120 minutes de traitement.

Après 120 minutes de traitement, les courbes accroissent parallèlement jusqu'à atteindre une augmentation de dureté de 200Hv pour les échantillons traités à 850 °C et de 80Hv pour ceux traités à 750 °C pendant 420 minutes.

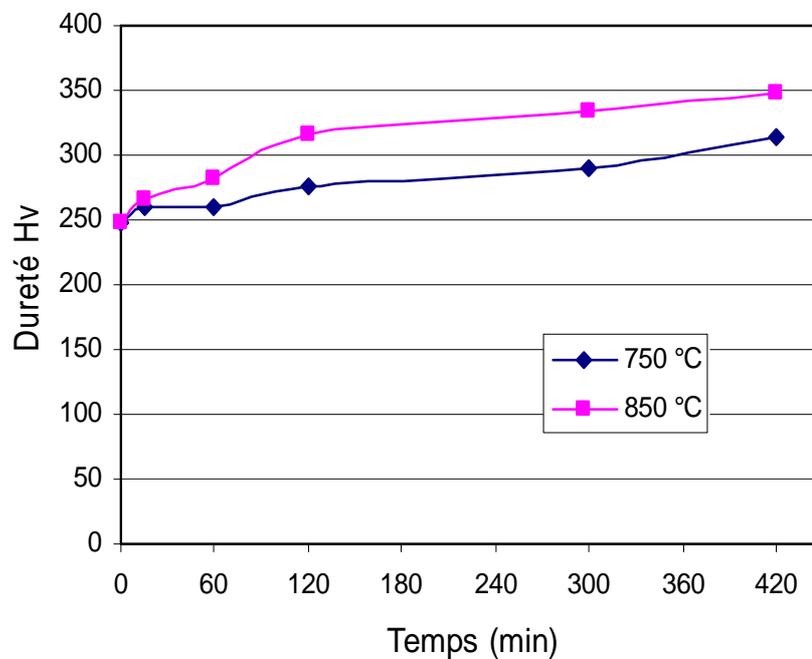


Figure 3.16 : Essai de Dureté.

#### 3.8.2 Microdureté au niveau des phases

Sur la figure 3.17 : variation de microdureté des deux phases ferritique et austénitique en fonction du temps de revenu, les variations des courbes montre que l'augmentation de dureté est attribuée principalement à la phase ferritique. L'austénite n'a subi aucun changement structural et ne présente aucune variation de dureté.

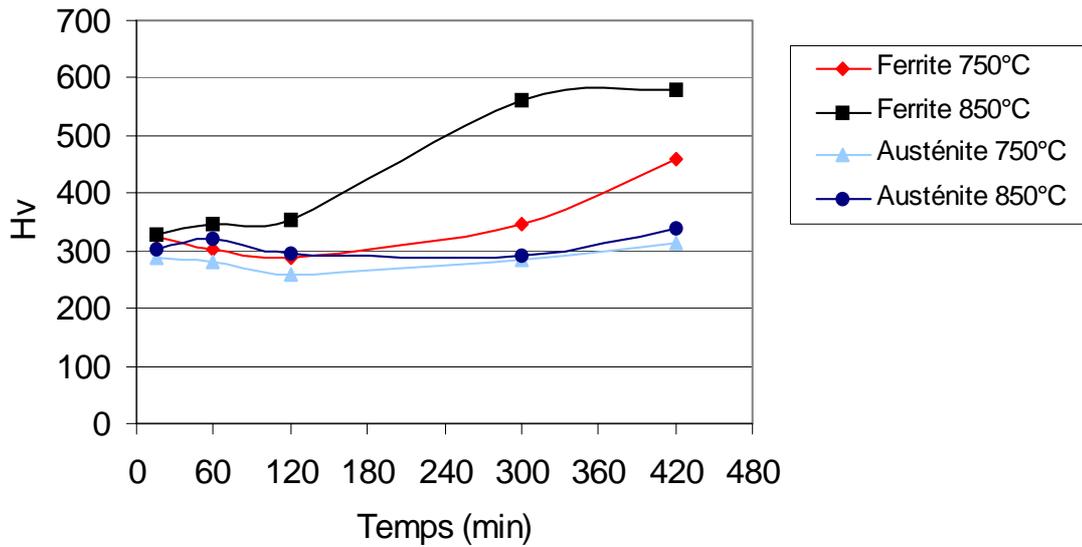


Figure 3.17 : Microdureté des phases.

### 3.8.3 Résilience

La figure montre que quelques minutes de traitement de vieillissement suffisent pour abaisser considérablement les valeurs d'énergies, ce qui engendre une fragilité détériorant l'une des propriétés les plus importantes de l'acier. Ces aciers sont donc très sensibles à la fragilisation par précipitation.

L'origine de cette fragilisation est la présence de phases intermétalliques durs (sigma) et des carbures. En poursuivant le traitement de vieillissement pour quelques heures, on remarque la dégradation totale des propriétés de résistance aux chocs.

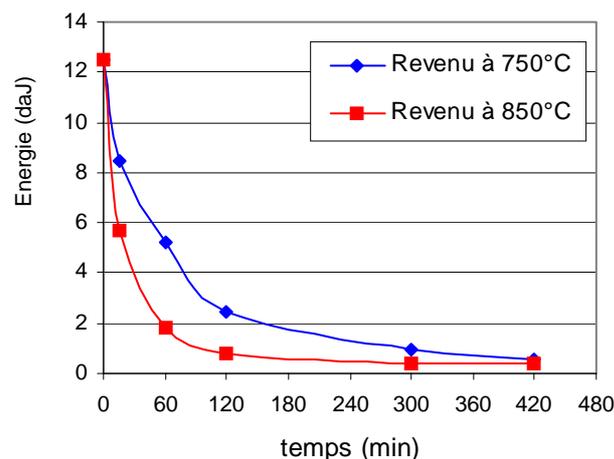


Figure 3.18 : Evolution de l'énergie absorbée en fonction du traitement de vieillissement.

### 3.9 Examen des faciès de rupture

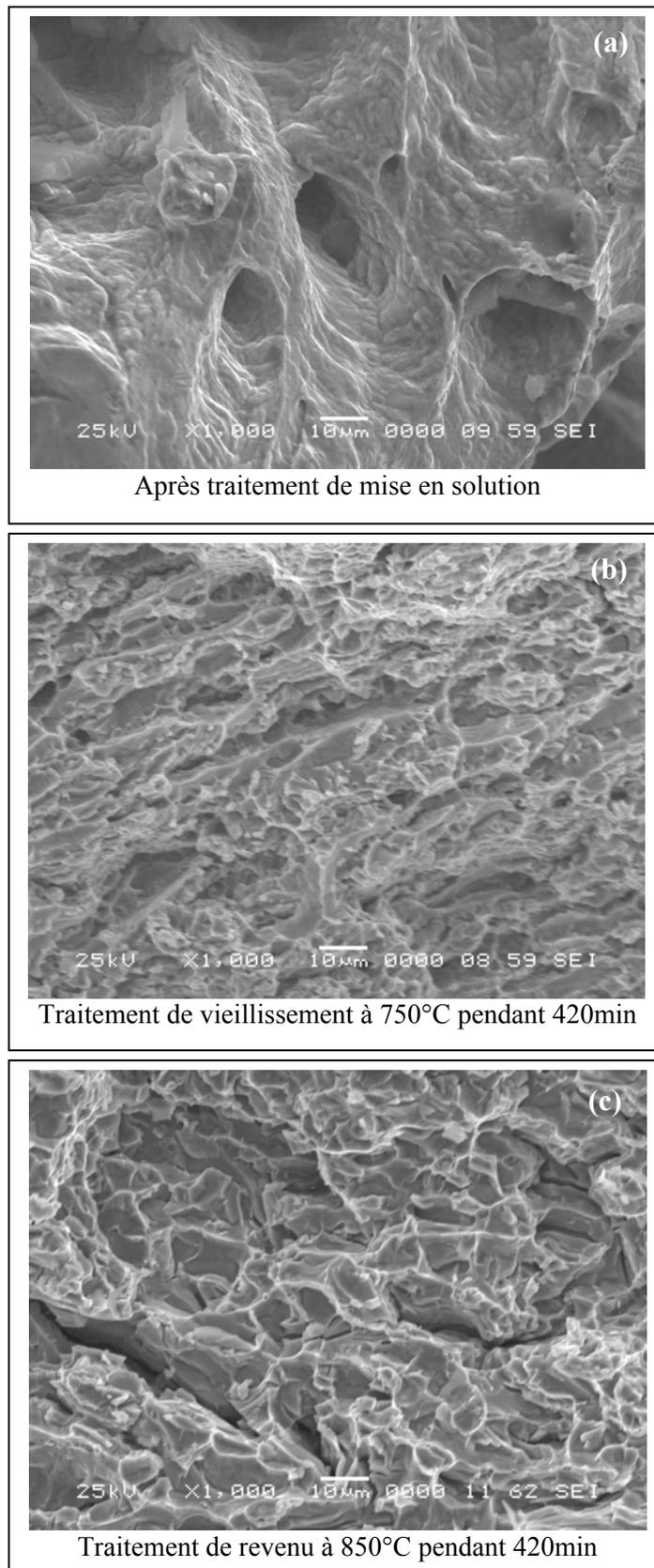


Figure 3.19 : (a, b, c) faciès de rupture.

Les figures 3.19 (a, b, c) sont respectivement les fractographies des échantillons traités en mise en solution et en vieillissement à 750°C pendant 420 minutes, et à 850°C pendant 420 minutes.

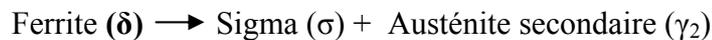
La figure 3.19 a est une fractographie à cupule, elle représente le caractère de rupture ductile transgranulaire accompagnée d'une déformation plastique. Les aciers inoxydables duplex sont constitués de deux phases, la ferrite et l'austénite et ces deux phases possèdent un large domaine de plasticité.

Les figures 3.19 b, c montrent les faciès de rupture des échantillons traités respectivement à 750°C et 850°C pendant 420 minutes, ces faciès présentent le caractère de rupture fragile faisant intervenir le phénomène de clivage. On remarque des fissures sur la fractographie (c), ces fissures témoignent du seuil élevé de fragilité à 850°C. cette fragilité est due à la présence des phases intermétalliques telle que la phase sigma qui est la plus dominante, la phase sigma est une phase très dure, son domaine de plasticité est très réduit, donc toute sollicitation entraîne une concentration de contraintes au niveau des interfaces ferrite / sigma et austénite / sigma qui sont les régions de plus forte énergie interraciale. On mentionne aussi que la décomposition eutectoïde de la ferrite a fait augmenter la densité de ces types d'interfaces.

La concentration de contrainte provoque la naissance des microcavités, l'interconnexion de ces microcavités est l'origine de la propagation des fissures provoquant la rupture du matériau.

## CONCLUSION

La cinétique de précipitation est contrôlée simultanément par plusieurs facteurs et donne naissance à des formes variées de composés ou de phases intermétalliques. Le mécanisme la transformation structurale étudiée est la décomposition eutectoïde de la ferrite selon deux réactions :



Cette décomposition peut être décrite comme suit :

Premièrement, une précipitation de fines particules de carbures en dispersion au niveau des joints de grains austénite / ferrite et ferrite / ferrite, deuxièmement une nucléation de la phase sigma aux endroits de plus forte énergie interfaciale ferrite / austénite au contact des carbures préformés suivie d'une croissance de la phase sigma a l'intérieur des grains ferritiques.

Les régions ferritiques voisines de l'interface  $\delta / \gamma$  se transforment en austénite secondaire ( $\gamma_2$ ). La phase  $\gamma_2$  s'enrichit en Ni et rejette le Cr et le Mo, encourageant la précipitation des phases riches en ces deux éléments, tels que les carbures de Chrome et la phase sigma. Les particules des carbures formées précédemment seront donc entourées et enveloppées entre l'austénite initiale et l'austénite secondaire.

La présence de précipités intergranulaires tels que les carbures accélère la vitesse d'apparition de la phase sigma, en agissant comme sites de nucléation.

La précipitation des carbures de chrome et de la phase intermétallique sigma, provoque une augmentation significative de dureté et une chute dramatique de la résistance au choc du matériau.

Souhaitons bien que ce travail sera complété par d'autres techniques d'investigation tel que la Microscopie Electronique à Transmission avec des microdiffractions.

## APPENDICE A

### LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

$\alpha$	: Ferrite Alpha
$\delta$	: Ferrite Delta
$\gamma$	: Austénite Gamma
$\gamma_2$	: Austénite Gamma secondaire
$\sigma$	: Phase intermétallique Sigma
$\chi$	: Phase Chi
$\lambda$	: Longueur d'onde Lambda
$\theta$	: Angle de diffraction Téta
$\tau$	: Phase intermétallique Tau
$\pi$	: Phase intermétallique Pi
$\acute{\alpha}$	: Phase Alpha prime
$\varepsilon$	: Phase Epsilon
G	: Phase G
d	: Distance entre deux plans réticulaires consécutifs
$\theta$	: Angle des rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire
n	: Nombre entier appelé ordre de la réflexion
F.I	: Faisceau de rayons X incidents
F.D	: Faisceau de rayons X diffractés
ZAT	: Zone affectée thermiquement
ZF	: Zone fondue
MEB	: Microscopie électronique à balayage
DRX	: Diffraction des rayons X
EDS	: Spectroscopie par dispersion d'énergie

## APPENDICE B

### COMPOSITION CHIMIQUES DES PRINCIPAUX ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

Composition chimique, en % en poids *									
Fabricant	Nuance	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Autres	PRE <sub>N</sub>	Formes
<b>(a) Duplex à 23% Cr , sans Mo</b>									
Avesta	SAF 2304	23	4	-	0,1	-	-	25	Toutes formes de produits
Creusot Ind.	UR 35N	23	4	-	0,12	-	-	25	Tôles, barres, pièces forgées
Sandvik	SAF 2304	23	4	-	0,1	-	-	25	Tubes
<b>(b) Duplex à 22 % Cr</b>									
Avesta	2205	22	5,5	3	0,14			34/35 †	Toutes formes de produits, selon fabricant
Böhler	A 903								
Creusot Ind.	UR 45N								
Fabr. de Fer.	1.4462/PRE 35								
Krupp	Falc 223								
Mannesmann	AF22 (1.4462)								
Nippon Kokan	NKCr22								
Sandvik	SAF 2205								
Sumitomo	SM22Cr								
TEW	Remanit 4462								
Valourec	VS22								
<b>(c) Duplex à 25 % Cr (0 - 2,5 % Cu)</b>									
Böhler	A 905	25,5	3,7	2,3	0,37		Mn 5,8	39	Tôles, pièces forgées
Carpenter	7-Mo Plus	27,5	4,5	1,5	0,25			36,5	
Creusot Ind.	UR 47N	25	7	3,0	0,16	0,2		37,5	Tôles, barres
	UR 52N	25	7	3,0	0,16	1,5		37,5	Pièces forgées
Langley	Ferralium 25	26	5,5	3,3	0,17	2,0		38,5	Moulages
Mather & Platt	Zeron 25	25	4	2,5	0,15	-		35,5	Moulages
Sumitomo	DP 3	25	6,5	3,0	0,2	0,5	W : 0,3	38	Tôles, barres, fils, tubes
<b>(d) Superduplex à 25 % Cr</b>									
Pleissner %	9.4462 S	26	7	3,5	0,25	0,6		> 41	Moulages
	Krupp-VDM	Falc 100	25	7	3,5	0,25	0,7	W: 0,7	41
Avesta	SAF 2507	25	7	4,0	0,28			42,5	Tôles, pièces forgées, tubes, raccords, pièces moulées
Sandvik	SAF 2507	25	7	4,0	0,28			42,5	Tôles, pièces forgées, tubes, raccords, pièces moulées
WMS‡	Zeron 100	25	6,5	3,7	0,25	0,7	W : 0,7	41	Tôles, pièces forgées, tubes, raccords, moulages

\* C<sub>max</sub> : 0,03 ou 0,04 %.

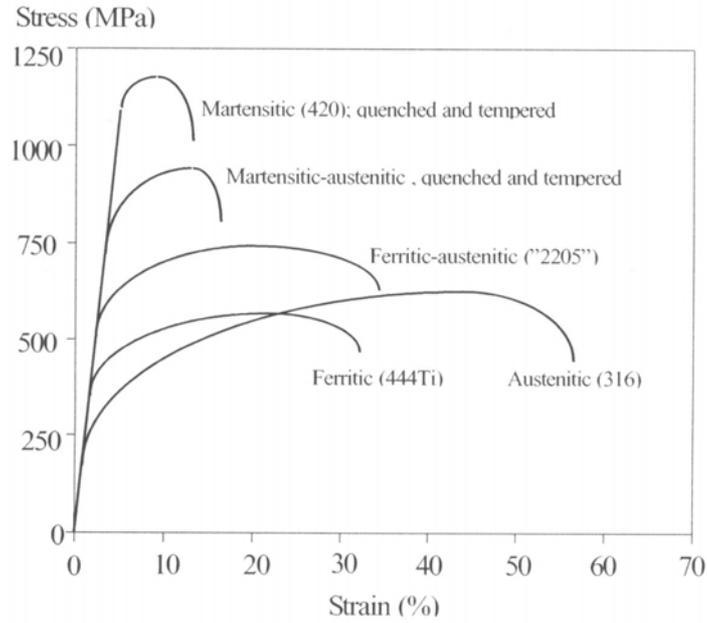
† Nuances plus chargées en Cr, Mo, N, permettent aux aciéristes de garantir PRE<sub>N</sub> > 35.

‡ Weir Materials et d'autres fabricants.

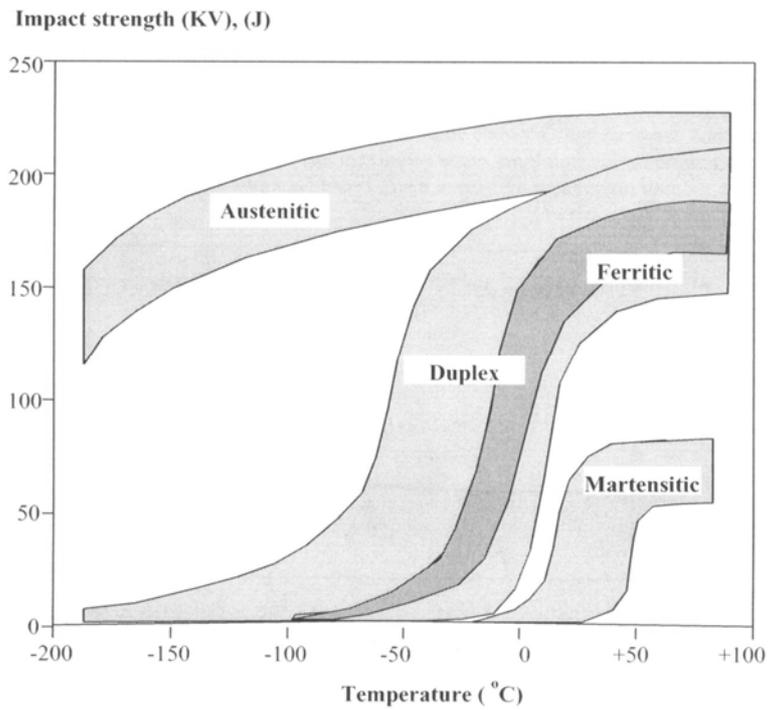
## APPENDICE C

### PROPRIETES MECANQUES DES DIFFERENTES CATEGORIES DES ACIERS INOXYDABLES.

#### Propriétés de traction [25]



#### Propriétés de résilience (transition ductile-fragile) [25]



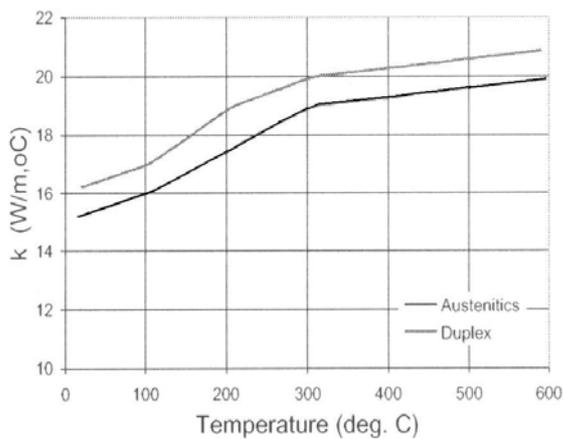
## APPENDICE D

### PROPRIETES PHYSIQUES

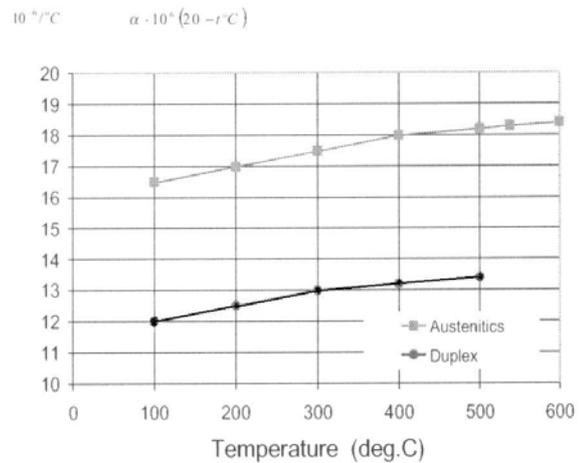
Propriétés physiques des différentes catégories des aciers inoxydables. [25]

Property	Type of stainless steel			
	Martensitic *	Ferritic	Austenitic	Ferritic-austenitic
Density (g/cm <sup>3</sup> )	7.6-7.7	7.6-7.8	7.9-8.2	.8
Young's modulus (N/mm <sup>2</sup> ) or (MPa)	220,000	220,000	195,000	200,000
Thermal expansion (x 10 <sup>-6</sup> /°C) 200-600°C	12-13	12-13	17-19	13
Thermal conductivity (W/m°C) 20°C	22-24	20-23	12-15	20
Heat capacity (J/kg°C) 20°C	460	460	440	400
Resistivity (nΩm) 20°C	600	600-750	850	700-850
Ferromagnetism	Yes	Yes	No	Yes

\* in the hardened and tempered condition



Conductivité thermique



Allongement thermique linéaire

## APPENDICE E

### DIFFERENTS TYPE DE PRECIPITES DANS LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX [2]

Phase	Symbole	Type	Formule	Domaine de température	Structure	Paramètres
chromium carbide	-	$M_7C_3$	$(Cr,Fe,Mo)_7C_3$	950-1050°C	orthorhombic	a=4.52, b=6.99, c=12.11
chromium carbide	-	$M_{23}C_6$	$(Cr,Fe,Mo)_{23}C_6$	600-950°C	cubic	a=10.57-10.68
chromium carbide	-	$M_6C$	$(Cr,Fe,Mo,Cb)_6C$	700-950°C	cubic	a= 10.93-11.28
chromium nitride	-	$M_2N$	$(Cr,Fe)_2N$	650-950°C	hexagonal	a=2.77, c=4.46
chromium nitride	-	MN	CrN	-	cubic	-
Fe-Mo nitride	-	$M_5N$	$Fe_7Mo_{13}N_4$	550-600°C	-	a = 6.47
Sigma	$\sigma$	AB	$(Fe,Cr,Mo,Ni)$	550-1050°C	tetragonal	a=8.79, c=4.54
Chi	$\chi$	$A_{48}B_{10}$	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ $(FeNi)_{36}Cr_{18}(TiMo)_4$	600-900°C	cubic	a=8.86-8.92
Alpha prime	$\alpha'$	-	CrFe(Cr 61-83%)	350-550°C	cubic	a=2.877
Laves	$\eta$	$A_2B$	$(FeCr)_2(Mo,Nb,Ti,Si)$	550-900°C	hexagonal	a=4.73-4.82, c=7.26-7.85
R	R	-	$(Fe,Mo,Cr,Ni)$	550-650°C	rhomboidal	a=10.903, c=19.347
Tau	$\tau$	-	-	550-650°C	orthorhombic	a=4.05, b=4.84, c=2.86

## APPENDICE F

### SOLUTION D'ATTAQUES CHIMIQUES POUR LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX [3]

Désignation	Composition	Modes d'emploi – Remarques	Utilisation
Réactif de Kalling 2	2 g chlorure cuivrique $\text{CuCl}_2$ 40 ml HCl 40 à 80 ml éthanol ou méthanol		Liaison acier inoxydable/acier au carbone dans les soudures
Réactif de Murakami	10 g ferricyanure de K 10 g NaOH 100 ml $\text{H}_2\text{O}$ distillé	Utiliser une solution fraîche à l'ébullition	Révèle la ferrite $\delta$ par des colorations allant du jaune-brun au bleu suivant la durée d'attaque
Réactif de Murakami (solution modifiée)	30 g ferricyanure de K 30 g KOH 60 ml $\text{H}_2\text{O}$ distillée	Utiliser une solution fraîche à l'ébullition ou à 80 °C pendant quelques secondes.	La phase $\sigma$ et les carbures se colorent également, tandis que l'austénite reste inattaquée.
Acide chromique (électrolytique)	10 g acide chromique 100 ml $\text{H}_2\text{O}$ distillée	5 à 60 secondes 1,5 à 3 volts " 6 volts	Pour les aciers austénitiques ou ferritiques. Pour les aciers au chrome, une basse tension influence d'abord la phase $\sigma$ . Une augmentation de la tension et du temps affectera les carbures, puis l'austénite. La ferrite pratiquement inaltérée apparaît en relief
Acide chlorhydrique dans l'alcool (électrolytique)	10 ml HCl 90 ml éthanol	10 à 30 sec. sous 6 volts	Met en évidence la ferrite $\delta$ et la structure générale des aciers au chrome et au chrome-nickel (la ferrite apparaît en relief)
Solution de soude caustique 10 N	40 g Na OH 100 ml $\text{H}_2\text{O}$	5 à 60 sec. de 1 à 3 volts-	Mise en évidence de la phase $\sigma$ . Ce réactif colore successivement la phase $\sigma$ , la ferrite, enfin les carbures après un temps plus long
Solution de potasse caustique 10 N	56 g KOH 100 ml $\text{H}_2\text{O}$	5 à 60 sec. de 1 à 3 volts	Mise en évidence de la phase $\sigma$ . Une attaque courte révèle seulement la phase $\sigma$ ; après un temps plus long la phase $\sigma$ et les carbures sont révélés
Solution de potasse caustique 0,01 N	KOH 0,01 N	5 à 60 sec. de 2 à 4 volts	Mise en évidence, en premier des carbures. La phase $\sigma$ n'apparaît qu'après une attaque prolongée

# APPENDICE G

## FICHE ASTM (Austénite)

	Radiation = 1.540600	Quality : Deleted																																			
<p>(Fe, C)</p> <p>Iron austenite</p> <p><b>Lattice :</b> Face-centered cubic</p> <p><b>S.G. :</b> Fm3m (225)</p> <p><b>a = 3.60000</b></p>	<p><b>Mol. weight = 562.67</b></p> <p><b>Volume [CC] = 46.96</b></p> <p><b>Dx = 7.730</b></p>																																				
<p><b>Z = 0</b></p>																																					
<p><b>GENERAL COMMENTS :</b> Density 8.0 was calculated for 0.75 wt. % C.</p> <p><b>GENERAL COMMENTS :</b> Material: 13/12 type of stainless steel.</p> <p><b>GENERAL COMMENTS :</b> The lattice-dimension allows for variations observed.</p> <p><b>GENERAL COMMENTS :</b> Approximately correct for austenite in most stainless steels.</p> <p><b>ADDITIONAL PATTERN :</b> To replace 23-298.</p> <p><b>DELETED AND REJECTED BY :</b> Delete: 33-397 is better, WFM 1/198.</p>	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">2θ</th> <th style="text-align: center;">I</th> <th style="text-align: center;">h</th> <th style="text-align: center;">k</th> <th style="text-align: center;">l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">43.473</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">1</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">50.674</td> <td style="text-align: center;">80</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">74.679</td> <td style="text-align: center;">50</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">90.676</td> <td style="text-align: center;">80</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">1</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">95.944</td> <td style="text-align: center;">50</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">2</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">117.716</td> <td style="text-align: center;">30</td> <td style="text-align: center;">4</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> </tbody> </table>	2θ	I	h	k	l	43.473	100	1	0	1	50.674	80	2	0	0	74.679	50	2	2	0	90.676	80	3	1	1	95.944	50	2	2	2	117.716	30	4	0	0	
2θ	I	h	k	l																																	
43.473	100	1	0	1																																	
50.674	80	2	0	0																																	
74.679	50	2	2	0																																	
90.676	80	3	1	1																																	
95.944	50	2	2	2																																	
117.716	30	4	0	0																																	

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

# APPENDICE H

## FICHE ASTM (Ferrite)

Pattern : 6-696		Radiation = 1.540600	Quality : High																																			
<p>Fe</p> <p>Iron, syn / Iron ferrite</p>	<p>Lattice : Body-centered cubic</p> <p>S.G. : Im<math>\bar{3}m</math> (229)</p> <p>a = 2.86640</p>	<p>Mol. weight = 55.85</p> <p>Volume [CD] = 23.56</p> <p>Dx = 7.875</p>																																				
Z = 2																																						
<p>COLOR : Gray, light gray metallic</p> <p>GENERAL COMMENTS : Total impurities of sample &lt;0.0013% each metals and non-metals.</p> <p>TEMP. OF DATA COLLECTION : Pattern taken at 25 C.</p> <p>SAMPLE PREPARATION : The iron used was an exceptionally pure rolled sheet prepared at the NBS, Gaithersburg, MD, USA., [Moore, G., J. Met., 51(43) (1953)]. It was annealed in an H<sub>2</sub> atmosphere for 3 days at 1100 C and slowly cooled in a He atmosphere.</p> <p>GENERAL COMMENTS : gamma-Fe (fcc)=(1390 C) delta-Fe (bcc);</p> <p>GENERAL COMMENTS : Opaque mineral optical data on specimen from Meteorite. RR2Re= 57.7, Disp.=16, VHN=158 (mean at 100, 200, 300). Color values= 311, 316, 57.9, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF.</p>																																						
<p>CAS: 7439-89-6</p> <p>*Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 0, page 3, (1955) primary reference :</p>	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">2<math>\theta</math>/</th> <th style="text-align: center;">I</th> <th style="text-align: center;">h</th> <th style="text-align: center;">k</th> <th style="text-align: center;">l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: right;">44.674</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">65.023</td> <td style="text-align: center;">20</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">0</td> <td style="text-align: center;">1</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">82.335</td> <td style="text-align: center;">30</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">98.949</td> <td style="text-align: center;">10</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">116.390</td> <td style="text-align: center;">12</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">0</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">137.144</td> <td style="text-align: center;">6</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">2</td> </tr> </tbody> </table>			2 $\theta$ /	I	h	k	l	44.674	100	1	1	0	65.023	20	2	0	1	82.335	30	2	1	0	98.949	10	2	2	0	116.390	12	3	1	0	137.144	6	2	2	2
2 $\theta$ /	I	h	k	l																																		
44.674	100	1	1	0																																		
65.023	20	2	0	1																																		
82.335	30	2	1	0																																		
98.949	10	2	2	0																																		
116.390	12	3	1	0																																		
137.144	6	2	2	2																																		

# APPENDICE I

## FICHE ASTM (sigma)

Pattern : 5-708	Radiation = 1.540600.	Quality : Not indexed																																																																																																																																																																																																																			
<p>Fe Cr</p> <p>Chromium Iron</p>	<p>Lattice : Tetragonal</p> <p>S.G. : P42/mmm (136)</p> <p>a = 8.79950</p> <p>c = 4.54420</p> <p style="text-align: center;">Z = 15</p>	<p>Mol. weight = 107.84</p> <p>Volume [CD] = 351.86</p> <p>Dx = 7.634</p>	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">2<math>\theta</math></th> <th style="text-align: left;">I</th> <th style="text-align: left;">h</th> <th style="text-align: left;">k</th> <th style="text-align: left;">l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>39.838</td><td>10</td><td>0</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>42.444</td><td>100</td><td>4</td><td>3</td><td>0</td></tr> <tr><td>43.849</td><td>80</td><td>3</td><td>3</td><td>0</td></tr> <tr><td>44.950</td><td>80</td><td>2</td><td>0</td><td>2</td></tr> <tr><td>46.184</td><td>80</td><td>4</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>47.098</td><td>100</td><td>4</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>48.459</td><td>80</td><td>3</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>49.786</td><td>10</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>52.070</td><td>10</td><td>4</td><td>3</td><td>0</td></tr> <tr><td>55.151</td><td>1</td><td>3</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>56.103</td><td>1</td><td>4</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>57.129</td><td>1</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>67.307</td><td>1</td><td>6</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>70.969</td><td>1</td><td>5</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>75.515</td><td>10</td><td>5</td><td>3</td><td>2</td></tr> <tr><td>76.517</td><td>10</td><td>5</td><td>5</td><td>0</td></tr> <tr><td>77.103</td><td>40</td><td>4</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>78.001</td><td>20</td><td>3</td><td>3</td><td>3</td></tr> <tr><td>79.157</td><td>40</td><td>7</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>79.950</td><td>10</td><td>5</td><td>5</td><td>1</td></tr> <tr><td>81.007</td><td>10</td><td>6</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>81.757</td><td>10</td><td>5</td><td>4</td><td>2</td></tr> <tr><td>82.438</td><td>40</td><td>7</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr><td>85.202</td><td>40</td><td>5</td><td>1</td><td>3</td></tr> <tr><td>100.212</td><td>20</td><td>8</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>102.027</td><td>5</td><td>6</td><td>3</td><td>3</td></tr> <tr><td>103.187</td><td>20</td><td>6</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>106.399</td><td>10</td><td>5</td><td>5</td><td>3</td></tr> <tr><td>111.123</td><td>5</td><td>7</td><td>6</td><td>1</td></tr> <tr><td>121.936</td><td>1</td><td>6</td><td>2</td><td>4</td></tr> <tr><td>132.990</td><td>1</td><td>9</td><td>5</td><td>1</td></tr> <tr><td>136.818</td><td>80</td><td>10</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>139.518</td><td>20</td><td>8</td><td>6</td><td>2</td></tr> <tr><td>141.068</td><td>10</td><td>10</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>142.696</td><td>20</td><td>9</td><td>6</td><td>0</td></tr> <tr><td>148.171</td><td>40</td><td>9</td><td>6</td><td>1</td></tr> <tr><td>150.255</td><td>40</td><td>11</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr><td>156.351</td><td>60</td><td>10</td><td>5</td><td>0</td></tr> <tr><td>157.789</td><td>60</td><td>4</td><td>4</td><td>5</td></tr> <tr><td>162.858</td><td>80</td><td>8</td><td>4</td><td>3</td></tr> <tr><td>167.373</td><td>40</td><td>5</td><td>3</td><td>5</td></tr> </tbody> </table>	2 $\theta$	I	h	k	l	39.838	10	0	0	2	42.444	100	4	3	0	43.849	80	3	3	0	44.950	80	2	0	2	46.184	80	4	2	0	47.098	100	4	1	1	48.459	80	3	3	1	49.786	10	2	2	2	52.070	10	4	3	0	55.151	1	3	2	2	56.103	1	4	3	1	57.129	1	5	1	1	67.307	1	6	2	0	70.969	1	5	2	2	75.515	10	5	3	2	76.517	10	5	5	0	77.103	40	4	1	3	78.001	20	3	3	3	79.157	40	7	2	0	79.950	10	5	5	1	81.007	10	6	2	2	81.757	10	5	4	2	82.438	40	7	2	1	85.202	40	5	1	3	100.212	20	8	3	1	102.027	5	6	3	3	103.187	20	6	4	0	106.399	10	5	5	3	111.123	5	7	6	1	121.936	1	6	2	4	132.990	1	9	5	1	136.818	80	10	3	1	139.518	20	8	6	2	141.068	10	10	4	0	142.696	20	9	6	0	148.171	40	9	6	1	150.255	40	11	1	0	156.351	60	10	5	0	157.789	60	4	4	5	162.858	80	8	4	3	167.373	40	5	3	5
2 $\theta$	I	h	k	l																																																																																																																																																																																																																	
39.838	10	0	0	2																																																																																																																																																																																																																	
42.444	100	4	3	0																																																																																																																																																																																																																	
43.849	80	3	3	0																																																																																																																																																																																																																	
44.950	80	2	0	2																																																																																																																																																																																																																	
46.184	80	4	2	0																																																																																																																																																																																																																	
47.098	100	4	1	1																																																																																																																																																																																																																	
48.459	80	3	3	1																																																																																																																																																																																																																	
49.786	10	2	2	2																																																																																																																																																																																																																	
52.070	10	4	3	0																																																																																																																																																																																																																	
55.151	1	3	2	2																																																																																																																																																																																																																	
56.103	1	4	3	1																																																																																																																																																																																																																	
57.129	1	5	1	1																																																																																																																																																																																																																	
67.307	1	6	2	0																																																																																																																																																																																																																	
70.969	1	5	2	2																																																																																																																																																																																																																	
75.515	10	5	3	2																																																																																																																																																																																																																	
76.517	10	5	5	0																																																																																																																																																																																																																	
77.103	40	4	1	3																																																																																																																																																																																																																	
78.001	20	3	3	3																																																																																																																																																																																																																	
79.157	40	7	2	0																																																																																																																																																																																																																	
79.950	10	5	5	1																																																																																																																																																																																																																	
81.007	10	6	2	2																																																																																																																																																																																																																	
81.757	10	5	4	2																																																																																																																																																																																																																	
82.438	40	7	2	1																																																																																																																																																																																																																	
85.202	40	5	1	3																																																																																																																																																																																																																	
100.212	20	8	3	1																																																																																																																																																																																																																	
102.027	5	6	3	3																																																																																																																																																																																																																	
103.187	20	6	4	0																																																																																																																																																																																																																	
106.399	10	5	5	3																																																																																																																																																																																																																	
111.123	5	7	6	1																																																																																																																																																																																																																	
121.936	1	6	2	4																																																																																																																																																																																																																	
132.990	1	9	5	1																																																																																																																																																																																																																	
136.818	80	10	3	1																																																																																																																																																																																																																	
139.518	20	8	6	2																																																																																																																																																																																																																	
141.068	10	10	4	0																																																																																																																																																																																																																	
142.696	20	9	6	0																																																																																																																																																																																																																	
148.171	40	9	6	1																																																																																																																																																																																																																	
150.255	40	11	1	0																																																																																																																																																																																																																	
156.351	60	10	5	0																																																																																																																																																																																																																	
157.789	60	4	4	5																																																																																																																																																																																																																	
162.858	80	8	4	3																																																																																																																																																																																																																	
167.373	40	5	3	5																																																																																																																																																																																																																	
<p>FOOTNOTE FOR D-SPACINGS AND INTENSITIES : 1 A1-A2 doublet resolved.</p>																																																																																																																																																																																																																					
<p>*Private Communication, primary reference : Bergman, G., California Institute of Technology, Pasadena, California, USA.</p>																																																																																																																																																																																																																					

# APPENDICE J

## FICHE ASTM (Carbure de Chrome)

	2 $\theta$	I	h	k	l	Quality: High
Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	14.365	1	1	1	1	
Chromium Carbide	27.737	1	3	1	1	
	28.963	1	2	2	0	
	33.591	4	4	0	0	
	36.724	1	3	3	1	
	37.718	23	4	2	0	
	41.461	24	4	2	0	
	44.057	100	5	1	1	
	48.266	20	4	4	0	
	50.625	22	5	3	1	
	51.368	12	6	0	0	
	54.352	2	6	2	0	
	56.552	2	5	3	3	
	57.298	6	6	2	2	
	62.120	1	5	5	1	
	62.766	1	6	4	0	
	70.622	2	8	0	0	
	73.146	2	8	2	2	
	75.654	12	8	2	2	
	77.490	6	7	5	1	
	78.096	15	6	6	2	
	80.516	2	8	4	0	
	82.367	4	9	1	1	
	87.160	1	9	3	1	
	90.157	6	8	4	4	
	91.959	3	7	7	1	
	94.945	1	10	2	0	
	97.322	1	10	2	2	

<p><b>Pattern:</b> 35-783      <b>Radiation:</b> <math>\lambda = 1.540600</math></p> <p>Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub></p> <p>Chromium Carbide</p> <p><b>Lattice:</b> Face-centered cubic</p> <p><b>S.G.:</b> Fm<math>\bar{3}</math>m (225)</p> <p><b>a</b> = 10.65990</p>	<p><b>Mol. weight</b> = 1267.97</p> <p><b>Volume [CD]</b> = 1211.32</p> <p><b>Dx</b> = 6.963</p> <p style="text-align: center;"><b>Z</b> = 4</p>	<p><b>SAMPLE SOURCE OR LOCALITY:</b> The sample was obtained from CERAC, Incorporated, Milwaukee, WI.</p> <p><b>SAMPLE SOURCE OR LOCALITY:</b> USA.</p> <p><b>ANALYSIS:</b> Spectrographic analysis (wt.%, CERAC, Incorporated): Al, Fe, Si 0.1; Mo 0.08; Mg 0.07; V 0.01; Ti 0.008; Ni 0.003; Ca, Cu 0.002.</p> <p><b>TEMP. OF DATA COLLECTION:</b> The mean temperature of data collection was 24.0 C.</p> <p><b>ADDITIONAL PATTERN:</b> To replace 14-407.</p> <p><b>COLOR:</b> Gray</p>
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

<p>CAS: 12105-81-6</p>	<p>*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 21, page 62, (1984) primary reference :</p>
------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------

## REFERENCES

1. R.N. Gunn. Duplex stainless steels. 2000.
2. W. Curtis. High performance stainless steels. Kovach, Technical Marketing Resources, Inc; Pittsburgh, PA, USA.
3. Les aciers inoxydables , P. Iacomb, G. Beranger.1990.
4. Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels. 2001 International Molybdenum Association.
5. K Min Lee, H Sung Cho, D Chun 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 285.
6. T.H. Chen, J.R Yang. Effects of solution treatments and continuous cooling on  $\sigma$ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. Material Science and Engineering A311 (2001) 28-41.
7. L. Duprez, B.C. DeCooman, N.Akdut. Mechanical behaviour of duplex stainless steel at high temperatures. LISm, Ghent University. OCAS NV, Sidmar Group, Belgium.
8. K.L. Weng, H.R. Chen, J.R. Yang. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A 379 ( 2004 ) 119-132.
9. S. S. M. Tavares, V. F. TERRA, J. M. Pardal, M. P. Cindra Fonseca. Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steel UNS S31803. Journal of Materials Science 40 ( 2005 ) 145– 154.
10. D. Y. Kobayashi, S. Wolyneec. Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. Materials Research Vol. 2 n.4 Sao Carlos Oct.1999.
11. Zh.L.Jiang, X.Y. Chen, H. Huang, X,Y. Liu. Grain refinement of Cr25Ni5Mo1.5 duplex stainless steel by heat treatment. Material Science and Engineering A363 (2003) 263-267.

12. K. Ravindranath, S.N Malhotra. The influence of aging on the intergranular corrosion of 22 chromium –5 Nickel duplex stainless steel. Corrosion Science, vol. 37. No 1, PP 121-132, 1995,K.
13. Roger A. Covert, Arthur H. Tuthill. Stainless steels: an introduction to their metallurgy and corrosion resistance. Dairy, Food and Environment Sanitation. JULY 2000.
14. J Glowina, Barbara Kalandyk, K Hubner. delta ferrite predictions for cast duplex stainless steels with high nitrogen content., Materials Characterisation 47 (2001) 149-155.
15. A.J. RAMIREZ et al. The relationship between Chromium Nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels. Metallurgical and Materials Transactions A. Volume 34A, August 2003.
16. B. Bonnefois, J. Carles. Evolution dans la mise en oeuvre des aciers inoxydables austéno-ferritique. Soudage et Techniques Connexes – Juillet – août :1997.
17. J. A. JIMENEZ et al M. Characterization of  $\delta / \gamma$  duplex stainless steel. Journal of Materials Science 35 (2000) 907– 915
18. K. Unnikrishnan and A. K. Mallik. Aging Behaviour of a Duplex Stainless Steel. Materials Science and Engineering, 95 (1987) 259-265 259.
19. K. Unnikrishnan and A. K. Mallik. Microstructure-Strength Relations in a Duplex Stainless Steel. Materials Science and Engineering, 94 (1987) 175-181 175.
20. Masakazu Tane, Tetsu Ichitsubo, Hirotsugu Ogi, Masahiko Hirao. Elastic property of aged duplex stainless steel. Scripta Materialia 48 (2003) 229–234.
21. Jacques CHARLES. Composition and properties of duplex stainless steels. Welding In The World . Vol. 36, pp.43-54, 1995.
22. Technique de l'ingénieur MB3, MB2, P1.
23. T.H. Chen, K.L. Weng , J.R Yang. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A338 (2002) 259 – 270.
24. T.H. Chen, K.L. Wenig , J.R Yang. The high-temperature and low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. Bulletin of the College of Engineering, N.T.U., No. 89, October 2003, pp. 45–61
25. Béla Leffler. Stainless – stainless steels and their properties.
26. Eric Johnson, Yoon-Jun Kim, L. Scott Chumbley, Brian Gleeson. Initial phase transformation diagram determination for the CD3.MN cast duplex stainless steel. Scripta Materialia 50 (2004) 1351–1354

27. Bjorn Holmberg, Heat treatment for austenitic and duplex steel weldments. Supplement to Mechanical Technology – February 2005
28. Pedro Eduardo José Rivera. Kinetics of Precipitation Reaction. Department of Materials Science and Metallurgy. University of Cambridge. January 2002.
29. Metals handbook. Volume 9: Metallography and Microstructures
30. Internet [www.metallographie.com](http://www.metallographie.com) , [www.Stainless-steel-world.com](http://www.Stainless-steel-world.com)