

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



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

Laboratoire de Traitement de Surfaces et Matériaux

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

Effets des traitements thermiques sur le comportement
microstructural et mécanique de l'acier inoxydable super duplex
2507

Proposé et encadré par :
Mme.Tahar Chaouch K
Co-encadré par :
Mr.Maamache Bouzid

Réalisé par :
Cherif Ibtissem
Boukandoura Samira

Année universitaire 2018/2019

Remerciements :

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au concours de plusieurs personnes à qui on voudrait témoigner toute notre gratitude.

On voudrait tout d'abord adresser toute notre reconnaissance à la directrice de ce mémoire, Madame Tahar chaouch Karima, pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter notre réflexion.

On désire aussi remercier les chercheurs au niveau du CRTI Chéraga spécialement Mr Belkessa Ibrahim, Mme Ouali Naima, Mr ChenittiBillel, ainsi que notre Co-encadreur Mr Maamache Bouzid qui nous ont fournis les outils nécessaires à la réussite et au bon déroulement de notre travail expérimental

On souhaite également remercier Mr Mehdi Brahim Maître de Conférence à l'USTHB, expert En DRX pour nous avoir aidé à indexer les spectres et nous avoir fait une mini formation en indexation un énorme merci.

On voudrait exprimer notre reconnaissance envers les amis et collègues qui nous ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de notre démarche.

Enfin, On tient à témoigner toute notre gratitude à nos familles pour leur confiance et leur soutien inestimable toute au long de notre vie.

Résumé :

Résumé :

Dans le cadre du projet de mémoire nous proposons par ce travail une étude sur le comportement microstructural et mécanique d'un acier inoxydable Super Duplex SDSS 2507 lors des traitements thermiques allant de 700°C à 1250°C avec un temps de maintien d'une heure. Les différents échantillons feront l'objet d'une caractérisation métallographique par le biais de la microscopie optique et microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse d'image pour le calcul des taux de phase, une caractérisation micromécanique par des essais de nano-indentation pour la mesure de la dureté et du module de Young pour chaque phase pour les différents échantillons.

Abstract :

As part of the memory project we propose by this work a study on the microstructural and mechanical behaviour of a stainless steel super duplex 2507 during heat treatments ranging from 700°C to 1250°C with a time of maintenance of one hour. The different samples will undergo metallographic characterisation using optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM). Image analysis for phase rate calculation, micromechanical characterisation by nano-indentation tests for hardness measurement and the Young modulus for each phase for the different samples.

ملخص:

في إطار مشروع الذاكرة نقترح من خلال هذا العمل دراسة عن السلوك البنيوي والميكانيكي للفولاذ المقاوم للصدأ 2507 أثناء المعالجة الحرارية من 700 درجة مئوية إلى 1250 درجة مئوية خلال ساعة. ستخضع العينات إلى فحص بالمجهر الضوئي و المجهر الالكتروني الماسح. وستكون العينات المختلفة موضوع تحليل الصورة لحساب النسب المؤوية للأطوار ثم إلى توصيف ميكانيكي دقيق بواسطة النانو لقياس الصلابة و وحدة "يونغ" لكل طور في كل العينات .

Tables Des figures et Tableaux :

Figure 1.1 Diagramme Fe-Cr-Ni.....	4
Figure 1.2 Le diagramme Fe-Cr.....	5
Figure 1.3 Formation de l'état biphasé à partir de l'état liquide[4].....	7
Figure.1-4 Microstructure d'aciers austéno-ferritiques moulé (a) [5], laminé (b) [1], et forgé (c) [6]. (Ferrite en sombre, austénite en clair).....	8
Tableau 1.1 Rôle des éléments d'alliage.....	9
Tableau 1-2 Coefficient de partage entre la ferrite et l'austénite dans les aciers Austéno-ferritiques[8].....	10
Figure 1.5 Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni [10].....	12
Tableau 1-3 : les différentes phases ,intermétalliques, et précipités dans les aciers duplex et domaines d'existence [1].....	13
Figure 1.6 effet de la température d'hypertrempe et de la composition chimique sur les fractions volumique des phases γ/δ [1].....	14
Figure 1.7 Effet de la température sur le coefficient de partage des éléments d'alliage [1]...	14
Figure. 1-8: Influence de certains éléments d'alliage sur les précipitations dans les aciers austéno-ferritiques[1].....	15
Figure.1-9 : 1a) diffusion des atomes d'éléments \square -gènes du grain ferritique vers un germe σ ;b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [18].....	17
Tableau 1.4 Composition chimique des carbures M ₂₃ C en fonction du traitement thermique[11].....	16
Figure 1.10: Formation de la phase σ et de l'austénite secondaire dans l'acier super duplex 2507, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes. [14].....	18
Figure1-11 Formation de la phase χ et croissance de la phase σ dans un DSS moulé[16].....	19
Figure 1.12 Courbe TTT de l'alliage 2507 , courbe de résilience de 27J[25].....	22
Figure.1.13 Evolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 475°C (SAF 2507)[25,26].....	22
Tableau 2. 1 Composition chimique (% en masse) des alliages.....	26
Figure 2.1 (a) Microstructure du SAF 2507 ;(b) Composition chimique du SAF 2507.....	26
Tableau 2.2 les réactifs utilisés et paramètres d'attaque.....	29
Figure 2.2 Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.....	29
Figure 2.3 Image du microscope optique NIKON ECLIPSE LV100NO.....	30
Figure 2.4 Photo du Microscope MEB utilisé (type Zeiss GeminiSem300) et schéma de fonctionnement.....	31
Figure.2.5.Procédure de calcul du taux des différentes phases.....	32
Figure 2.6 Principe de la diffraction des rayons X.....	33
Figure 2.7 Schéma de principe de l'essai de dureté Vickers.....	34

Figure 2.7a : photo du microduromètre utilisé WILSON VH3300.....	35
Figure.2.8(a) : courbe de charge en fonction du déplacement ; (b) : visualisation des notions de profondeur de contact h_c et de profondeur de pénétration de l'indenteur h_t	36
Tableau 3.1 : Proportion de phases en fonction de la température.....	39
Figure 3.1(a) : effet du traitement thermique d'hyperlétrempé.....	39
Tableau 3.2 Composition chimique de la phase sigma en fonction de la température.....	40
Figure 3.1.(b) : Effet de la température Dans le domaine de précipitation [700-950]°C	41
Figure. 3.2 Evolution des taux de phases en fonction de la température de traitement.....	42
Figure 3.2.1 indexation DRX.....	43
Tableaux 3.3 :(a) : partages des éléments d'alliages dans les phases α, γ, σ ; (b) : coefficient de partages des éléments.....	44
Figure 3.3 Microdureté Vickers Pour l'acier 2507	44
Figure 3.4 Résultats nano indentation pour l'acier 2507.....	45

Chapitre 1 – Etude bibliographique	
I.1	Les différentes familles d'aciers inoxydables :3
I.1.1	Les aciers austénitiques.....3
I.1.2	Les aciers martensitiques :4
I.1.3	Les aciers ferritiques5
I.1.4	Les aciers austénito-ferritiques :.....6
I.2	Les aciers inoxydables austéno-ferritiques6
I.2.1	Histoire des aciers inoxydables duplex6
I.2.2	Propriétés structurales et mode d'élaboration7
I.2.3	Les différentes classes d'aciers austéno-ferritiques laminés9
I.2.4	I-2-4Composition chimiques des aciers duplex et rôle des éléments d'alliages9
I.3	Les transformations structurales produites par les traitements thermiques11
I.3.1	Transformations isothermes à hautes températures ($T > 1050^{\circ}\text{C}$) :13
I.3.2	Transformations à températures ($600^{\circ}\text{C} < T \leq 1050^{\circ}\text{C}$).....15
I.3.3	Transformations à basse température ($T < 600^{\circ}\text{C}$).....20
I.3.3.1	Propriétés d'emploi des aciers duplex20
I.3.4	Influence de la composition chimique21
I.3.5	Influence du traitement thermique21
I.4	Propriétés de résistance à la corrosion.....22
I.5	Conclusion :23
Chapitre 2 - Méthodes expérimentales	
II	Introduction.....24
II.2	Matériau étudié et composition chimique.....24
II.2.1	Traitements thermiques :26
Chapitre 3 - Résultats et discussion	
II.3	Caractérisation26
II.3.1	Caractérisation microstructurale26
II.3.1.1	Préparations des échantillons pour caractérisations microstructurales26
II.3.1.2	Microscope optique (MO).....29
II.3.1.3	Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....29
II.3.1.4	Méthodes d'analyse des phases30
II.3.2	Caractérisation mécanique32
II.3.2.1	Microdureté Vickers32

Sommaire

II.3.2.2	Mesure des propriétés élastiques par nanoindentation	34
III	Etude métallurgique des échantillons traités thermiquement :	37
III.1.1	Effet de la température sur l'évolution microstructurale.....	37
III.1.2	Effet de la température de traitement sur le partage des éléments d'alliage :	43
III.2	Les conséquences des phénomènes métallurgiques sur les propriétés mécaniques des phases.	44
III.2.1	Micro dureté :.....	44
III.2.2	Nano indentation	45
	Conclusion Générale.....	46
	Références.....	48

Introduction générale

Les aciers inoxydables duplex sont des alliages Fe-Cr-Ni-Mo dont l'utilisation s'est fortement accrue depuis 10 ans. Leur structure biphasée leur assure une plus haute résistance mécanique et une plus haute résistance à la corrosion que n'ont les aciers inoxydables austénitiques standard. Ces nuances duplex ont un succès commercial continuellement croissant pour un large domaine d'applications (secteurs énergétiques, industries du gaz et du pétrole, industries chimiques, chimiquiers, industries du papier et de la pâte à papier...), dû à leurs très bonnes propriétés et leur coût relativement faible.

Les aciers inoxydables duplex ont une microstructure qui consiste en un mélange de ferrite et d'austénite. La proportion des deux phases peut varier dans d'assez larges limites suivant d'une part les quantités relatives des éléments alphas par exemple Cr et Mo, et des éléments gammagènes comme Ni, C, N et, d'autre part, la température de traitement avant trempe. Lorsque cette dernière augmente, la quantité de phase α croît. Les propriétés du métal dépendant, toutes choses égales par ailleurs, des proportions de phase ferritique α et de phase austénitique γ . Un traitement thermique peut éventuellement entraîner l'apparition de composés ou de phases secondaires qui peuvent réduire également propriétés mécaniques et électrochimiques du matériau.

Dans ce contexte, l'objectif de ce travail est d'étudier le comportement mécanique et l'évolution microstructurale d'un acier inoxydable super duplex (SDSS 2507) après différents traitements thermiques, allant de 700°C à 1250°C pendant une heure avec un pas de 50°C, suivis d'un refroidissement à l'eau.

Le premier volet de ce travail consiste à étudier l'évolution de la microstructure, essentiellement, du rapport ferrite/austénite (α/γ) dans le domaine de température d'hypertrempe, ainsi que le phénomène de précipitation des carbures et des phases intermétalliques, en fonction de la température de traitement.

Dans le second volet, nous nous intéressons au comportement mécanique du matériau, en se basant sur l'évolution de la dureté, et des propriétés élastiques locales des différentes phases (ferrite et austénite), en fonction de la température.

Introduction générale

Nous avons, pour cela, divisé ce travail en trois parties. La première partie est consacrée à l'étude bibliographique dans laquelle on présente les aciers inoxydables duplex, leur évolution structurale et les différents phénomènes de précipitation rencontrés

Dans le deuxième chapitre nous présentons les techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation que nous avons choisies pour notre étude. Le matériau étudié est présenté, avec sa composition chimique et ses caractéristiques mécaniques. Une brève description du principe de chaque technique est donnée dans ce chapitre.

Le troisième chapitre est consacré aux résultats expérimentaux qui rassemblent les études relatives :

- A la microstructure obtenue après les différents traitements d'hypertrempe (température supérieure à 1000°C).A l'issue de cette étude l'équilibre γ/α et son influence sur les propriétés mécaniques sont évalués.
- Au phénomène de précipitation après un traitement de vieillissement.

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

Chapitre 1 Etude Bibliographique

Cette étude bibliographique propose une présentation générale des éléments considérés dans cette étude. Les différents types d'aciers inoxydables, et plus particulièrement les aciers austéno-ferritiques, sont décrits en considérant leurs transformations structurales liées au traitement thermique.

I.1 Les différentes familles d'aciers inoxydables :

On distingue quatre grandes familles d'aciers inoxydables à partir de leurs propriétés mécaniques, de leur structure et de leur composition chimique.

- les aciers austénitiques,
- les aciers martensitiques,
- les aciers ferritiques,
- les aciers austéno-ferritiques

En fait, il existe cinq groupes principaux d'aciers inoxydables. Dans la plupart des cas, les aciers inoxydables à durcissement par précipitation sont également considérés comme une catégorie séparée. Bien que, dans la pratique, ces aciers soient moins mis en œuvre.

Ces principaux groupes se distinguent sur le plan métallurgique et sont très différents du point de vue physique et mécanique. Une présentation rapide de ces familles est effectuée ci-dessous, avec toutefois une description plus détaillée des aciers austéno-ferritiques qui font l'objet de cette étude.

I.1.1 Les aciers austénitiques

Ils constituent le groupe le plus important parmi les aciers inoxydables, de par leur relative facilité de fabrication et de mise en œuvre, ainsi que leur grande résistance face à la corrosion. Ce sont des alliages Fe-Ni-Cr possédant une structure cubique face centrée (Figure.1.1). Dans ces aciers, il y a environ 18 % de chrome et 10 % de nickel. La teneur en carbone est très basse et il est possible d'améliorer leur stabilité en ajoutant des éléments tels que le titane ou le niobium [1]. De par leur excellente ductilité, ces aciers sont utilisés dans une gamme de températures très grande, allant jusqu'à - 200 °C ce qui le rend par exemple utilisable dans le secteur de la cryogénie.

Chapitre 1: Etude bibliographique.

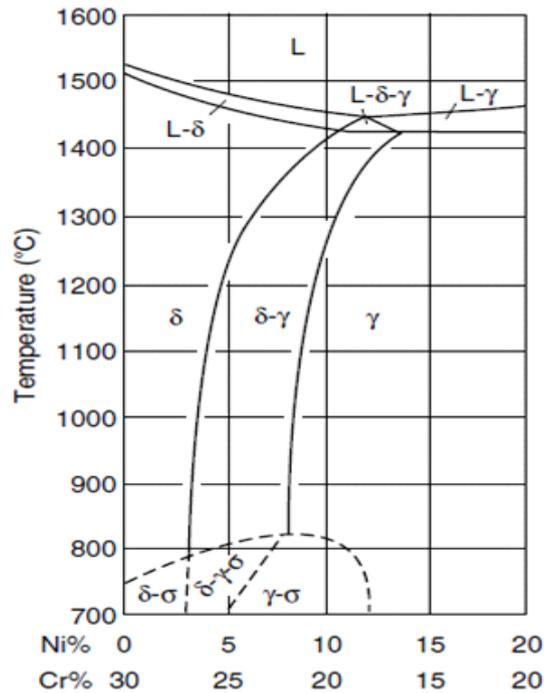


Figure 1.1 Diagramme Fe-Cr-Ni

I.1.2 Les aciers martensitiques :

Ce sont des alliages à base Fe-Cr. Ces aciers contiennent entre 12 et 18% de chrome et leur teneur en carbone peut aller jusqu'à 1%. Cette teneur élevée en carbone, un puissant élément γ -gène (élément encourageant la formation de l'austénite), donne une transformation complète de la ferrite en austénite à température élevée (Figure.1.2), qui passe ensuite en martensite après un refroidissement rapide.

Chapitre 1: Etude bibliographique.

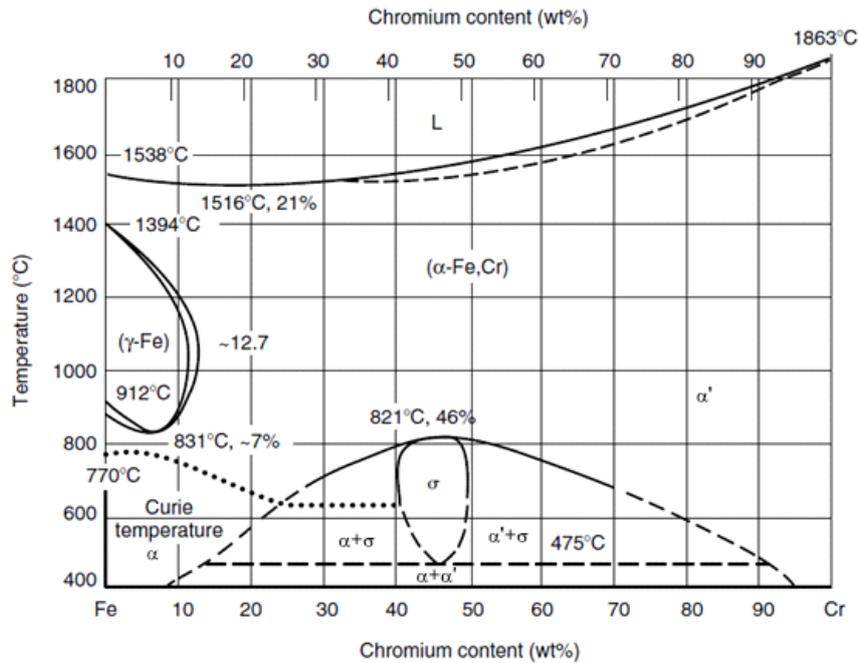


Figure 1.2 Le diagramme Fe-Cr

Les aciers inoxydables martensitiques possèdent une structure quadratique centrée et sont des alliages magnétiques [1]. Les différents éléments d'alliage (Ni, Mo, Si ...) produisent un large éventail de propriétés et par conséquent les domaines d'application peuvent aller de la construction mécanique à la coutellerie, en passant par l'outillage, l'usinage à chaud ...etc. Ils offrent une bonne résistance à la corrosion, avec des caractéristiques mécaniques élevées [2].

I.1.3 Les aciers ferritiques

Ils apparaissent comme étant les plus simples de tous les aciers inoxydables, ainsi que les plus économiques. Ce sont des alliages à base Fe-Cr ne subissant pas de transformation austénitique (Figure.1.2). Ils contiennent généralement 17% de chrome et moins de 0,1% de carbone. Leur structure est cubique centrée et ils sont magnétiques [1][2]. Les aciers ferritiques sont sensibles au grossissement du grain à chaud (soudage), ce qui entraîne une fragilisation et une sensibilité à la corrosion intergranulaire. Ils sont utilisés dans de nombreux domaines tels que la décoration, l'architecture, l'automobile (carrosserie), les produits alimentaires (ustensiles de cuisine), les accessoires de nettoyage (tambour de machine à laver) ...etc.

I.1.4 Les aciers austéno-ferritiques :

Communément appelés "**duplex**", les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont des alliages à base de chrome-nickel-molybdène qui forment environ 50% de ferrite et 50% d'austénite. Cette combinaison leur confère un ensemble de propriétés que ne possèdent pas les aciers inoxydables courants, telles qu'une aptitude au formage et une meilleure soudabilité, ainsi qu'une bien meilleure résistance à la corrosion sous contrainte dans des environnements chlorurés.

I.2 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques

I.2.1 Histoire des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex, ces aciers inoxydables biphasés constitués d'austénite et de ferrite en proportion à peu près égales, existent depuis plus de 90 ans déjà ; une première référence, concernant ces aciers inoxydables est apparu en 1927, quand Bain et Griffith [3] ont publié des données sur des structures austéno-ferritiques. Quelques années plus tard, de nombreuses études en France, en Allemagne, en Suède et aux Etats-Unis ont exploré ces aciers. Vers la fin des années 60 et le début des années 70, l'utilisation des aciers inoxydables duplex a connu un développement remarquable dû essentiellement aux améliorations apportées aux procédés d'élaboration, avec l'introduction des techniques VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) et AOD (Argon Oxygen Decarburization) permettant, d'une part, de développer des nuances à bas Carbone avec des teneurs faibles en Soufre et en Oxygène, et d'autre part, de mieux contrôler la composition afin d'optimiser l'équilibre des phases α et γ [3]. Au début des années 70, l'acier inoxydable duplex à 22% Cr a été développé. Cette nouvelle nuance présente une bonne tenue à la corrosion intergranulaire. Durant les années 80, des nuances austéno-ferritiques fortement alliées ont été développées pour résister à des environnements plus agressifs. Ces aciers, appelés « superduplex » contiennent environ 25% Cr, 6 à 7% Ni, 3 à 4% Mo, 0.3% N, 0.2% Cu et 0.2% W et ont un PREN (Indice de résistance à la corrosion par piqûres ou Pitting Resistance Equivalent Number (en anglais) supérieur à 40, la formule du PREN étant [1,2] :

$$\text{PREN} = \% \text{Cr} + 3.3\% (\text{Mo} + 0.5\% \text{W}) + 16\% \text{N}$$

Chapitre 1: Etude bibliographique.

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

I.2.2 Propriétés structurales et mode d'élaboration

A la température ambiante, les aciers duplex ont une structure constituée d'une phase ferritique (phase α ou δ , cubique centrée) et d'une phase austénitique (phase γ , cubique à faces centrées). La formation de cet état biphasé s'effectue au cours du refroidissement à partir de la température de fusion (figure 1.3). Il se produit tout d'abord une complète transformation en ferrite δ (ou α) ($L \rightarrow \delta$) puis vers 1350°C, l'apparition de grains d'austénite aux joints de grains mais aussi en intragranulaire ($\delta \rightarrow \delta + \gamma$). Une température de 1100°C permet l'obtention d'une structure à proportion équivalente en ferrite et en austénite. Au cours du refroidissement divers précipités et phases intermétalliques peuvent se former, tels que : $M_{23}C_6$, Cr_2N , phase σ ... (nous reviendrons sur ces diverses microstructures dans le chapitre 2).

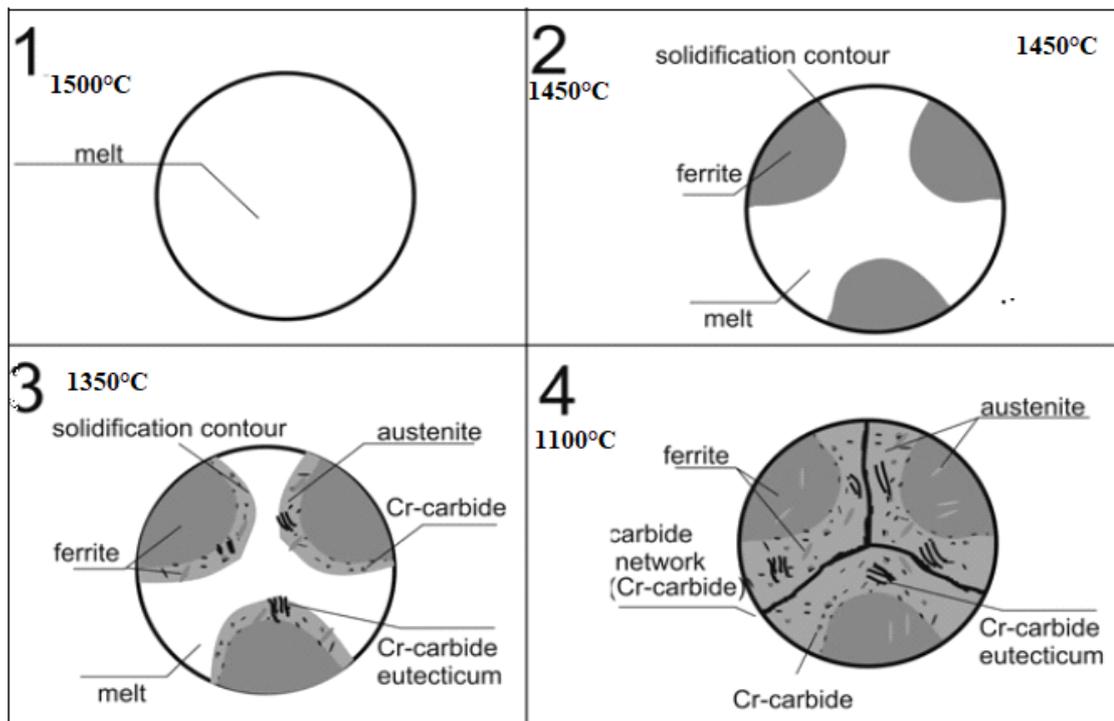


Figure 1.3 Formation de l'état biphasé à partir de l'état liquide[4]

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Dans la pratique, les aciers inoxydables duplex peuvent être élaborés par moulage, forgeage, ou laminage :

➤ Les aciers duplex moulés présentent une structure particulière (structure de Widmanstätten) (Figure 1-4.a) : lors du processus de refroidissement à l'élaboration, des lattes d'austénite de quelques dizaines de μm d'épaisseur se forment dans la matrice ferritique. Dans ces aciers, la proportion de la ferrite est minoritaire, elle excède rarement 30% en volume.

➤ La microstructure des aciers laminés (Figure 1-4b) et forgés (Figure 1-4c) se présente sous forme d'îlots d'austénite allongés dans le sens du laminage ou du forgeage, noyés dans la matrice ferritique. Les proportions des phases austénitique et ferritique sont généralement équivalentes (50% - 50%) pour les aciers laminés et forgés.

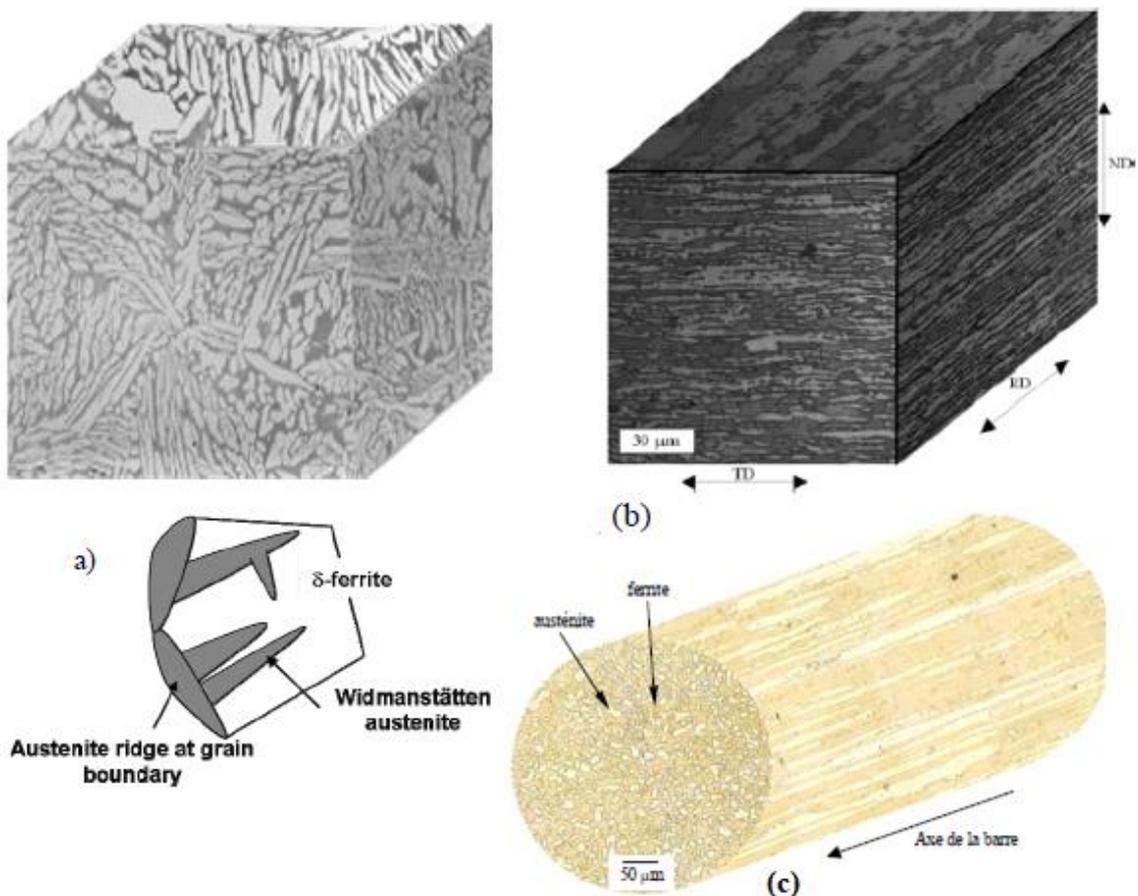


Figure.1-4 Microstructure d'aciers austéno-ferritiques moulé (a) [5], laminé (b) [1], et forgé (c) [6]. (Ferrite en sombre, austénite en clair).

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Après élaboration, les aciers inoxydables duplex subissent une hypertrempe qui consiste en un maintien à une température comprise entre 1000 et 1150°C pendant une heure, suivi d'un refroidissement à l'eau. Le maintien à haute température est destiné à mettre tous les éléments d'alliage en solution solide dans la matrice austéno-ferritique, de manière à éviter les phases intermétalliques et les précipités.

I.2.3 Les différentes classes d'aciers austéno-ferritiques laminés

Les aciers austéno-ferritiques laminés peuvent être classés en trois grandes nuances [7]:

- Les aciers laminés à faible teneur molybdène appelés Lean duplex, de type UNS S 32304 et UNS S 32101 qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques AISI 304 ou 316.
- Les aciers laminés standards de type UNS S 31803 (ou Z3 CND 2205 AZ) présentés largement dans la littérature. Ils sont également connus par leur appellation commerciale SAF 2205.
- Les aciers laminés fortement alliés spécialement conçus pour les applications maritimes, chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type 2507 nommés les superduplex présentant une résistance à la corrosion par piqure très élevée grâce aux hautes teneurs en chrome, en molybdène, en tungstène, et en azote.

I.2.4 Composition chimiques des aciers duplex et rôle des éléments d'alliages

La composition chimique des aciers inoxydables est constituée d'un certain nombre d'éléments d'alliages, qui peut se répartir en deux catégories :

- Les éléments alphagènes qui favorisent l'apparition et la stabilité de la structure ferritique (Cr, Mo, Si, Al, Ti, W, Nb...)
- Les éléments gammagènes (Ni, C, N, Co, Cu,..) qui favorisent celles de la phase austénitique.

Le rôle des différents éléments d'alliage sur les propriétés de ces aciers est résumé dans le tableau 1.1 suivant [1, 2, 3,19] :

Tableau 1.1 Rôle des éléments d'alliage

Elément	Caractéristiques
Chrome (Cr)	Confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion mais peut favoriser la formation de phases intermétalliques
Molybdène(Renforce l'action du chrome en conférant à l'acier une résistance à la corrosion par

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Mo)	pique. Sa teneur est limitée à environ 7 % pour les aciers superduplex car il favorise aussi la formation de phases intermétalliques nocives vis-à-vis de la résilience de l'acier
Azote (N)	Augmente la résistance à la corrosion par piqures et caverneuse des aciers inoxydables austénitiques et duplex. Il augmente aussi leur résistance mécanique. La ténacité améliorée des aciers duplex à l'azote est due à leur teneur accrue en austénite et à la réduction des phases intermétalliques. L'azote, n'empêche pas la formation de ces phases mais retarde leur formation pour permettre le travail de ces nuances duplex. Il est généralement ajouté aux nuances avec des teneurs élevées en Cr et Mo afin de compenser leur propension à former la phase sigma.
Carbone	Permet d'augmenter sa dureté et sa ténacité. La teneur en Carbone recommandée pour les aciers inoxydables austéno ferritiques est limitée à 0.02 ou 0.03% à cause du risque de précipitation des carbures riches en Chrome qui peuvent servir comme sites favorables pour la corrosion intergranulaire et par piqûres.
Nickel (Ni)	Stabilise donc l'austénite et ce, afin d'obtenir un équilibre d'environ 40 à 60% de ferrite. C'est pour cette raison que les additions aux aciers inoxydables duplex dépendent principalement de la teneur en Chrome. Si le taux du Nickel est excessif, la fraction volumique de l'austénite peut atteindre des valeurs parfois supérieures à 0.5, provoquant l'enrichissement de la ferrite en Chrome et en Molybdène, favorisant ainsi la transformation de la ferrite en phases intermétalliques dans l'intervalle de température de 650 à 950°C de manière importante. De plus, les teneurs élevées en Nickel accélèrent la formation
Titane (Ti), Niobium(Nb)	Stabilisent les carbures et empêchent la formation de carbures de chrome, favorisent le durcissement par précipitation.
Cobalt (Co)	Augmente la dureté et la résistance à haute température
Cuivre (Cu)	Augmente la résistance à la corrosion dans les environnements non oxydants tels que l'acide sulfurique. Généralement, l'ajout du Cuivre aux aciers inoxydables duplex est limité à environ 2%, car des teneurs élevées engendrent la réduction de la ductilité aux hautes températures et provoquent le durcissement structural.
Manganèse (Mn)	Le manganèse augmente la résistance mécanique ainsi que la résistance à l'usure des aciers.
Aluminium (Al)	Ils augmentent la résistance à l'oxydation à chaud, c'est-à-dire qu'ils augmentent la température de calaminage, favorise le durcissement par précipitation.
Silicium (Si)	Améliore la résistance, la dureté, la conductivité électrique et la résistance à la corrosion; réduit par l'hystérésis magnétique, l'usinabilité et la capacité de formage à froid.
Soufre	Elément formateur d'austénite, la formation de sulfure de manganèse améliore la résistance, la soudabilité et l'usinage de certains aciers inoxydables austénitiques

Les pouvoirs alphagènes et gammagènes de ces éléments d'alliage diffèrent d'un élément à l'autre. Par conséquent, leur partition entre les deux phases α et γ , ne sera pas équilibrée et variera d'un élément à l'autre.

Le partage des éléments d'alliages entre l'austénite et la ferrite est défini par un coefficient K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité

dans la phase austénitique tel que :
$$K = \frac{x_i^\delta}{x_i^\gamma}$$
 (Où : x_i^δ et x_i^γ correspondent aux teneurs de l'élément i respectivement dans la ferrite et l'austénite).

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Les coefficients de partage entre les phases de certains éléments typiques comme le Cr, Ni, Mo, Mn et N, trouvés dans la littérature, sont rassemblés dans le tableau 1-2. Ces coefficients dépendent de la composition globale de l'alliage ainsi que du mode d'élaboration (structure moulée ou corroyée) et de sa température d'hypertrempe [1].

Tableau 1-2 Coefficient de partage entre la ferrite et l'austénite dans les aciers Austéno ferritiques [8]

Duplex	Elément	Cr	Ni	Mo		Mn	N	Si
SAF 2205	χ_{α} χ_{γ}	1.20	0.60	1.60		0.80	0.10	
SAF 2507	χ_{α} χ_{γ}	1.12	0.6	1.58		0.95	0.125	1.19

Ces coefficients de partage peuvent être déterminés soit par microanalyse, soit par calculs thermodynamiques qui tiennent compte du pouvoir alphagène ou gammagène de chaque élément d'alliage.

Du fait de cette répartition des éléments d'alliage, une notion de chrome-équivalent (basée sur des éléments alphagènes) et de nickel-équivalent (à partir des éléments gammagènes) a été mise en place. Différentes formules empiriques sont rapportées dans la littérature [9], la plus utilisée est la formule de Schaeffler suivante :

$$[Cr eq] = [\%Cr] + [\%Mo] + 1.5 [\%Si] + 0.5 [\%Nb] \dots \dots \dots (I-1)$$
$$[Ni eq] = [\%Ni] + 0.5 [\%Mn] + 30 [\%C] + 30 [\%N] \dots \dots \dots (I-2)$$

I.3 Les transformations structurales produites par les traitements thermiques

De nombreux changements structurels peuvent se produire dans les aciers inoxydables duplex lors de traitements thermiques isothermes ou anisothermes. Ces changements concernent en majeure partie la phase ferritique, ceci expliquant que les vitesses de diffusion des éléments d'alliage dans cette phase sont de l'ordre de 100 fois plus rapides que dans l'austénite. C'est principalement une conséquence du réseau moins compact de la structure cristalline CC de la ferrite [1]. De plus, la ferrite est enrichie en Cr et Mo, connus pour favoriser la formation de phases intermétalliques. En outre, la solubilité des éléments dans la ferrite diminue avec une diminution de la température, ce qui augmente la probabilité de précipitation pendant le traitement thermique.

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Ces transformations peuvent, lors du refroidissement, être divisées selon les trois gammes de températures suivantes (Figure 1-5) :

- au-dessus de 1050°C
- entre 1050°C et 600°C
- en dessous de 600°C

Les principaux précipités et intermétalliques susceptibles de se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables sont présentés dans le tableau 1-3.

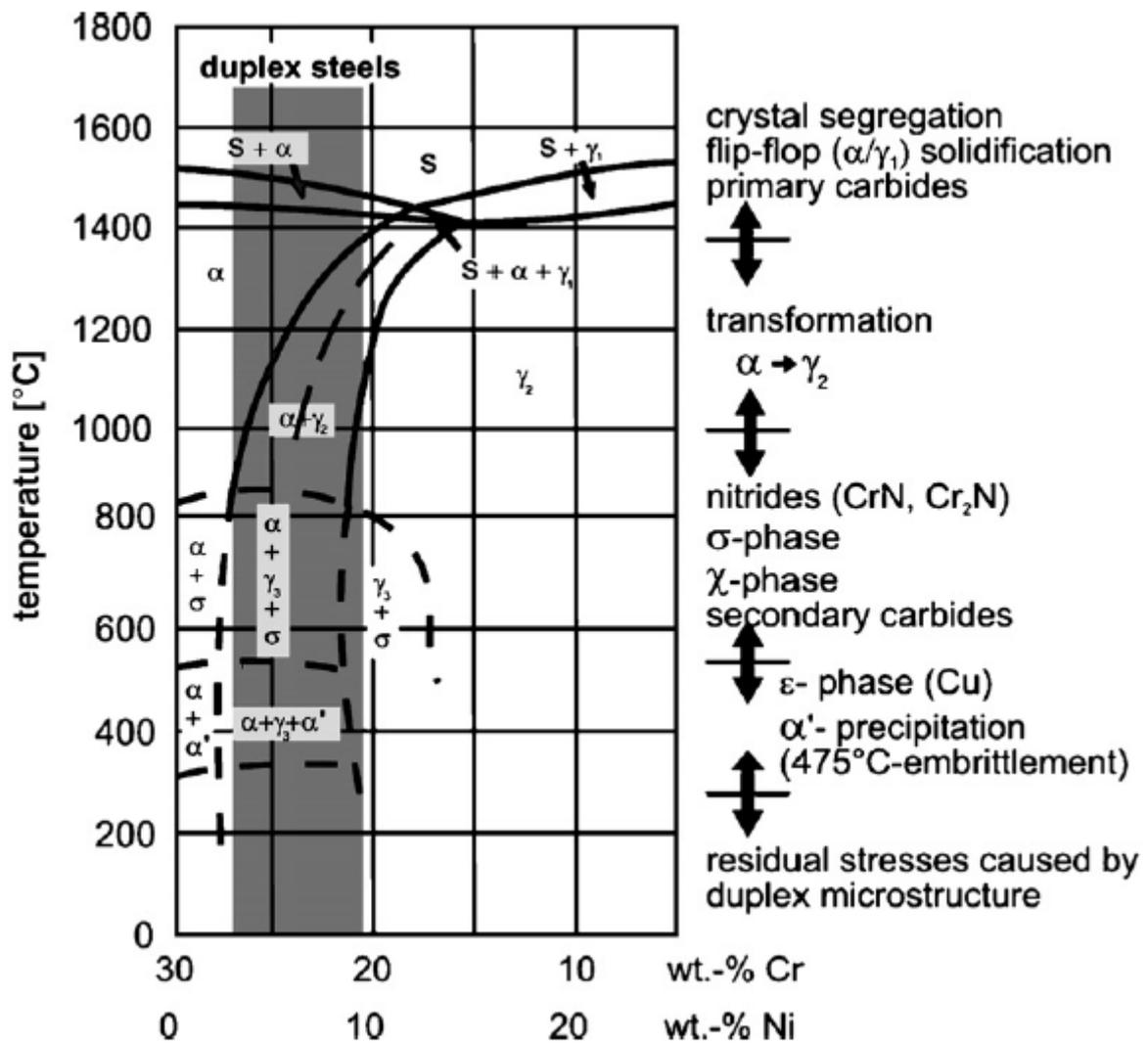


Figure 1.5 Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni [10]

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Tableau 1-3 : les différentes phases ,intermétalliques, et précipités dans les aciers duplex et domaines d'existence [1].

Type de précipité	Formule chimique	Cr	Ni	Mo	Structure	Domaine de précipitation °C	Localisation préférentielle
Carbures	M ₇ C ₃					950-1050	Inter δ/γ
	M ₂₃ C ₆	58	2.5	12	FCC	950-950	Inter δ/γ
Nitrures	Cr ₂ N	72	6	15		700-950	Intra δ
	CrN				cubique		
σ	Fe-Cr-Mo (30Cr 4Ni 4-7Mo)	30	4	7	Tétragonal	600-1000	Inter δ/γ
χ	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀ (25Cr 3Ni 14Mo)	25	3	14	BCC-αMn	700-900	Inter δ/γ
R (laves)	Fe ₂ Mo	25	6	35	Trigonal	550-650	Inter δ/γ ou δ
Phase-Pi(π)	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	35	3	34	cubique	550-600	Intra δ
Phase-epsilon ε	Rich en Cu					Non définit	Intra δ
Taux (τ)					orthorhombique	550-650	
α'		65	2.5	13	BCC	300-525	Intra δ
Ferrite δ		27.4	8.7	4	BCC		Matrice
Phase-G	Ni Mo	25	25	4		300-500	
Austénite secondaires (γ ₂)	Type 1	Même que la ferrite			FCC	<650	Intra δ
	Type 2	24.3	11	3.4	FCC	650-800	Inter δ/γ et δ
	Type 3				FCC	700-900	Avec σ

I.3.1 Transformations isothermes à hautes températures (T > 1050°C) :

La température 1050°C est la température d'hypertrempe pour laquelle la balance entre austénite γ et la ferrite α est obtenue.

A partir de la température de fusion les aciers inoxydables austéno-ferritiques se solidifient en mode ferritique appelée alors la ferrite-δ (Figure.1-5). Puis il se produit la transformation d'une partie de cette ferrite en austénite. Cette transformation est réversible car une

Chapitre 1: Etude bibliographique.

augmentation de la température au-dessus de 1050 °C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite dans l'acier (Figure 1.6)[1].

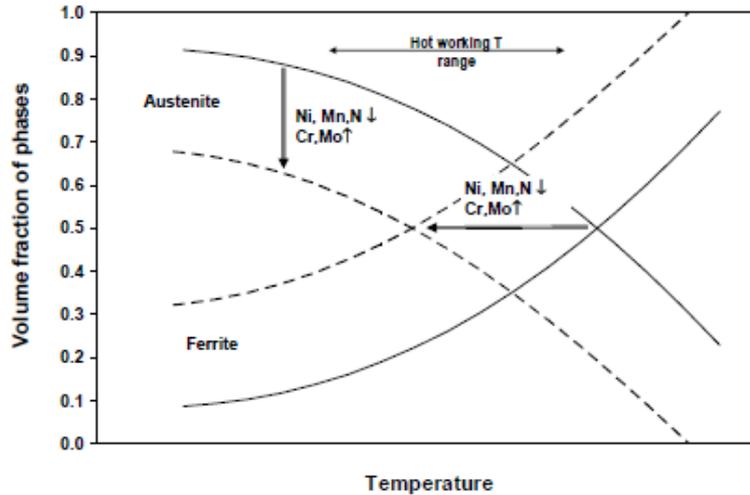


Figure 1.6 effet de la température d'hypertrempe et de la composition chimique sur les fractions volumique des phases γ/δ [1]

L'élévation des températures conduit également à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases (ferrite et austénite); le facteur de répartition K des éléments d'alliages tend vers l'unité (Figure.1.7), ce qui signifie une répartition identique de la teneur de chaque élément entre l'austénite et la ferrite à ces températures

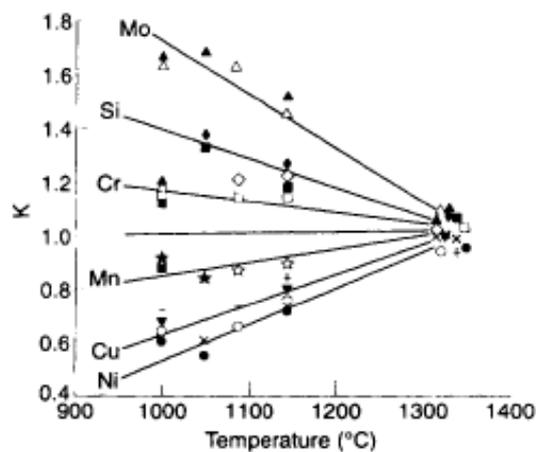


Figure 1.7 Effet de la température sur le coefficient de partage des éléments d'alliage [1]

Les transformations de phases qui interviennent dans les deux domaines de températures suivants (entre 1050°C et 600°C et en dessous de 600°C) peuvent être discutées à partir des diagrammes T.T.T. des aciers austéno-ferritiques (Figure1-8). De ce diagramme ressort, entre autre, l'influence des éléments d'alliage sur les précipitations. L'augmentation de la teneur en

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Mo, en Cr, en W et en Si dans les aciers duplex a pour effet d'augmenter la vitesse de précipitation et d'agrandir le domaine de température relative à la précipitation [1].

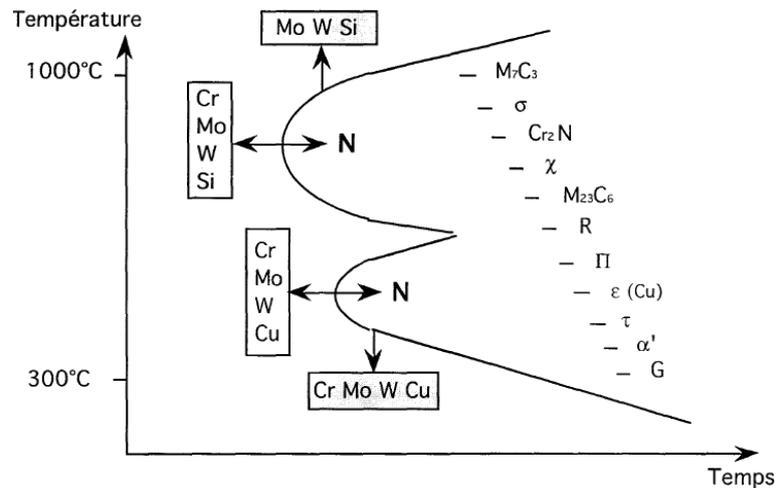


Figure. 1-8: Influence de certains éléments d'alliage sur les précipitations dans les aciers austéno-ferritiques[1]

I.3.2 Transformations à températures ($600^{\circ}C < T \leq 1050^{\circ}C$)

Le maintien isotherme des aciers inoxydables duplex dans cette gamme de température provoque des réactions métallurgiques complexes dans la ferrite donnant lieu à la formation d'un certain nombre de précipités et phases intermétalliques. La plupart de ces précipités fragilisent l'acier.

i. Les précipitations :

Les carbures de chrome : la précipitation de ces carbures type $M_{23}C_6$ ou M_7C_3 ($M = Cr, Ni, Mo, Fe$) intervient généralement aux joints de grains à une température comprise entre 600 et 900°C, notamment aux interfaces α/γ (le carbone étant un élément alphasène et le chrome un élément gammagène). Ces carbures à structure cubique face centrée sont très riches en chrome (Tableau 1-4). De ce fait lors de leur formation ils appauvrissent les régions adjacentes en cet élément qui est essentiel pour la résistance à la corrosion. Par conséquent, la précipitation des carbures a un effet néfaste sur la résistance à la corrosion, les zones déchromisées devenant des sites préférentiels d'attaque.

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Tableau 1.4 Composition chimique des carbures M₂₃C en fonction du traitement thermique [11]

Traitement thermique	Composition chimique			
	Cr	Ni	Mo	Fe
700°C , 60 min , trempe à eau	58	2	3	37
1000°C, 30 min, trempe à eau 700°C , 15 min , trempe à eau	45	1.5	2.5	51
700°C ,200 min , trempe à eau	65	2	3.5	29.5
800°C ,30 min , trempe à eau	60	2	3	35
800°C ,200 min , trempe à eau	68	2	4	26

Les nitrures : la précipitation des nitrures type Cr₂N intervient dans les matériaux avec addition d'azote, dans la même gamme de température que les carbures. Ces précipités à structure hexagonale apparaissent généralement sous forme transgranulaire n'entraînant pas, contrairement aux carbures, de déchromisation intergranulaire et donc de baisse de résistance à la corrosion intergranulaire.

ii. Les phases intermétalliques :

La phase σ : La phase- σ est une phase intermétallique, amagnétique, dure et fragile , la plus observée dans les aciers inoxydables duplex traités thermiquement. Sa structure tétragonale complexe, est à base de fer, chrome et molybdène. Elle a une composition chimique typique de Fe-30Cr-4Ni et 4-7Mo mais peut atteindre 10 %Mo selon la composition en Mode l'alliage [12]. Sa nucléation intervient principalement aux joints α/γ mais elle se développe dans la ferrite adjacente (Figure.1-9b).La phase Sigma a des effets nocifs sur les propriétés mécaniques, en particulier la ductilité et la ténacité, et nuit à la résistance à la corrosion des alliages inoxydables. Il ressort clairement de la composition typique de la phase sigma que les teneurs plus élevées en Cr et Mo (par rapport à la matrice) indiquent que la matrice entourant la phase sigma est épuisée à la fois en Cr et en Mo, ce qui réduit la résistance du film d'oxyde protecteur de ces régions et le rendre plus susceptible à la corrosion.

Mécanisme de précipitation de la phase- σ

La formation de la phase- σ peut être décrite par la transformation eutectoïde $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ [13]. La ferrite s'enrichit en éléments alpha-gènes chrome et molybdène, et s'appauvrit en nickel ; elle devient alors un site préférentiel de formation de la phase sigma. La germination de la phase σ commence dans les interfaces δ/γ , puis croît à l'intérieur des grains ferritiques. La formation de σ , qui est riche en éléments α -gènes cause un appauvrissement des régions ferritiques adjacentes en ces éléments conduisant à la transformation de cette ferrite en austénite secondaire. Un schéma illustratif de la précipitation de σ est donné dans la Figure 1.9a.

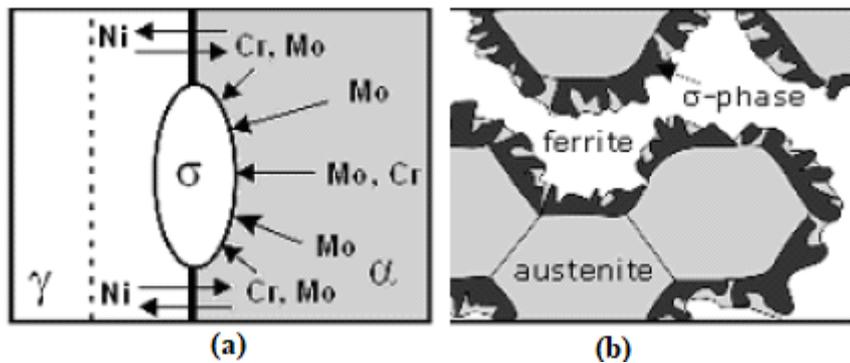


Figure.1-9 : 1a) diffusion des atomes d'éléments α -gènes du grain ferritique vers un germe σ ;
b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [18]

La phase sigma précipite préférentiellement dans les joints de phases γ/δ , mais elle peut aussi apparaître dans les joints de grains δ/δ et γ/γ . Après germination, la phase sigma croît sous différentes morphologies selon qu'elle précipite à l'interface ferrite / austénite ou à l'interface ferrite / ferrite ou co-précipite avec de l'austénite secondaire : plaquettes, forme eutectoïdale lamellaire $\sigma + \gamma_2$ ou agrégat lamellaire $\sigma + \delta$.

L'intermétallique σ peut précipiter lors d'un refroidissement continu (opération de soudage), au cours d'un revenu ou d'un traitement thermique isotherme. Le domaine de son d'apparition de se situe entre 650°C et 1000°C, mais cela dépend de la composition chimique de l'alliage. Les aciers inoxydables super duplex ont tendance à avoir la plus large gamme.

L'austénite secondaire γ_2 : L'austénite secondaire est généralement identifiée aux limites de phase austénite / ferrite ou à l'intérieur des grains de ferrite (Figure. 1.10). Il est possible

Chapitre 1: Etude bibliographique.

d'obtenir cette phase par décomposition de la ferrite, dans un grand intervalle de température. Cette décomposition est due au fait que la structure biphasée est obtenue par trempe depuis les hautes températures, où la fraction volumique à l'équilibre de la phase δ est plus élevée. Cette austénite secondaire peut être obtenue à partir de trois mécanismes différents[1] :

1) par la réaction eutectoïde $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$; Cette réaction se produit entre 700 et 900 °C où la phase δ est moins stable que la phase σ , due à la réduction de la quantité de chrome et de molybdène ;

2) par formation des structures de Widmanstaetten, à des températures supérieures à 650°C, là où la vitesse de diffusion est très grande, et l'austénite est plus pauvre en chrome, surtout s'il y a précipitation simultanée de Cr_2N ;

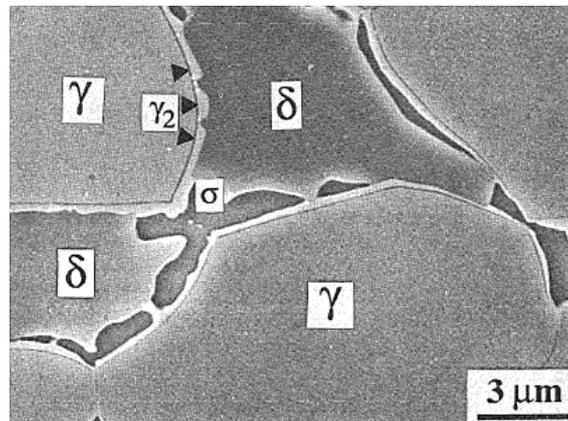


Figure 1.10: Formation de la phase σ et de l'austénite secondaire dans l'acier super duplex 25 07, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes. remarquez la différence de contraste entre austénite primaire et secondaire (SEM) (d'après[14]).

3) par un mécanisme "martensitique" à des températures inférieures à 650°C, où la vitesse de diffusion est trop faible pour permettre la diffusion des éléments chimiques ; cette austénite a la même composition chimique que la ferrite environnante ;

- **Phase χ** : Cette phase précipite entre 700°C et 900°C, plus rapidement que la phase σ mais en quantité plus faible, mais elle est tout aussi nocive que la phase sigma. Cette phase est plus riche en molybdène que la phase sigma et sa formation est facilitée par l'augmentation des teneurs en molybdène (Fe - 25 % Cr-3 % Ni – 14-20 % Mo) [15].

Comme la phase sigma, la phase χ se forme souvent à l'interface δ/γ et se développe dans la ferrite (Figure 1-11).

Chapitre 1: Etude bibliographique.

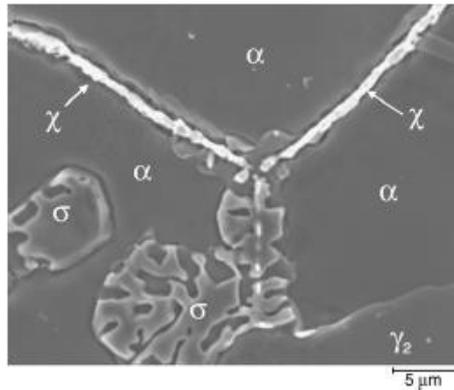


Figure 1-11 Formation de la phase χ et croissance de la phase σ dans un DSS moulé [16]

La phase Chi et la phase sigma ne peuvent pas être distinguées en utilisant la microscopie optique. Cependant, les deux phases peuvent être distinguées par microscope à transmission TEM ou par microscope à balayage MEB à rétrodiffusion (BS), en raison de la différence de composition chimique (c'est-à-dire, Mo) entre les deux précipités. Cette phase a une influence similaire que la phase sigma, sur les propriétés de corrosion et de ténacité.

- **Phase R**(ou laves R (Fe_2Mo)): Cette phase précipite soit dans la matrice (intra granulaire), soit dans les joints de grains (intergranulaire), entre 550 et 700°C. Elle a une teneur voisine de 30% Fe, 25% Cr, 6% Ni, 35% Mo, 4% Si, et une structure tétragonale. Cette phase, riche en Mo, réduit la résistance à la corrosion par piqures.

- **Phase π** : Cette phase est un nitrure ayant une structure cubique et une composition chimique voisine de 28% Fe, 35% Cr, 3% Ni, 34% Mo (Tableau.1-3). Cette phase π a été identifiée sur des sites intragranulaires dans une soudure duplex après traitement thermique isotherme à 600°C pendant plusieurs heures [1]. Il est riche en Cr et Mo (Tableau.1-3) et a donc déjà été confondu avec une phase.

Un traitement thermique de plusieurs heures dans une plage de températures allant de 550 à 650 ° C peut entraîner la formation d'une phase τ en forme d'aiguille, au l'interface δ/δ . (Tableau.1-3).

I.3.3 Transformations à basse température ($T < 600^{\circ}\text{C}$)

La ferrite des aciers duplex peut être durcie par traitement entre 300 et 550°C. Ce durcissement peut être causé par différentes transformations : formation de phase α' , précipitations de carbures, nitrures, précipités riches en cuivre (Tableau.1-3)..

Le durcissement de la ferrite est généralement attribué à la formation de phase α' par décomposition spinodale [15]. La ferrite se sépare spontanément en zones alternativement enrichies ou appauvries en chrome.

A des températures un peu plus élevées, il n'est pas exclu que la transformation se fasse par germination et croissance. La formation de cette phase est facilitée par de hautes teneurs en Cr et en éléments interstitiels et, à un degré moindre, par des additions de titane, aluminium et cuivre.

Des maintiens prolongés à 400°C peuvent mener également à la formation de carbures et nitrures qui contribuent au durcissement de la ferrite par leur faible taille.

Enfin, pour des nuances contenant du cuivre et/ou du tungstène, d'autres mécanismes de durcissement apparaissent. Dans le cas du cuivre, la sursaturation de la ferrite due à la décroissance de sa solubilité aux basses températures, se traduit par la précipitation de particules extrêmement fines enrichies en cet élément et étend le domaine de durcissement vers les basses températures [1, 15,16,17].

I.3.3.1 Propriétés d'emploi des aciers duplex

Les aciers austéno-ferritique présentent des propriétés mécaniques très intéressantes. Les limites d'élasticité, en particulier, sont élevées tandis que la ductilité reste satisfaisante. Cet excellent compromis est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est conféré par la phase ferritique alors que l'austénite permet de conserver ductilité et ténacité. La ténacité de ces alliages reste excellente même à basse température(jusqu'à -50°C), aucune transition abrupte ductile-fragile n'est observée. Leur utilisation peut donc être envisagée jusqu'à cette température, voire à des températures inférieures en prenant des précautions particulières. On observe régulièrement des charges à la rupture de l'ordre de 700 à 900 MPa avec des allongements supérieurs à 30% [3, 6,7,8,12].

Outre l'effet cumule des deux phases, le comportement mécanique est fortement influence par la composition chimique et les traitements thermomécaniques.

I.3.4 Influence de la composition chimique

Une augmentation des teneurs en chrome, molybdène, cuivre, confèrent à l'alliage un durcissement supplémentaire par une mise en solution solide de substitution de ces éléments.

Ce durcissement concerne simultanément les deux phases de l'alliage, et peut être augmenté par addition d'éléments en position interstitielle comme le carbone et l'azote.

L'addition d'azote permet d'accroître la résistance mécanique en gardant un allongement intéressant. L'action durcissant de l'azote concerne essentiellement la phase austénitique puisque la phase ferritique est rapidement saturée en éléments interstitiels.

I.3.5 Influence du traitement thermique

Les aciers inoxydables duplex sont sujets suivant la température et la durée du traitement thermique à la formation de différentes phases intermétalliques. Elles entraînent une baisse de la résistance à la corrosion (par appauvrissement de la matrice) et une chute drastique des caractéristiques mécaniques.

La phase σ , la plus étudiée, se forme suivant l'alliage entre 600 et 1000°C, elle est connue pour être dure, fragile et riche en chrome, molybdène. La classe des superduplex riches en ces deux éléments sont davantage sujets à cette fragilisation [21]. Certains éléments d'alliages comme le Co, Al, N freinent la formation de la phase σ [22,24].

Le diagramme temps - température - transformation (TTT) de l'acier SAF 2507 présenté sur la figure.1.12 montre qu'il y a deux gammes de température pour lesquelles la fragilisation se produit : dans l'intervalle 600-900°C c'est principalement la phase α qui est responsable de la fragilisation, tandis qu'à 475°C c'est la phase α' [72].

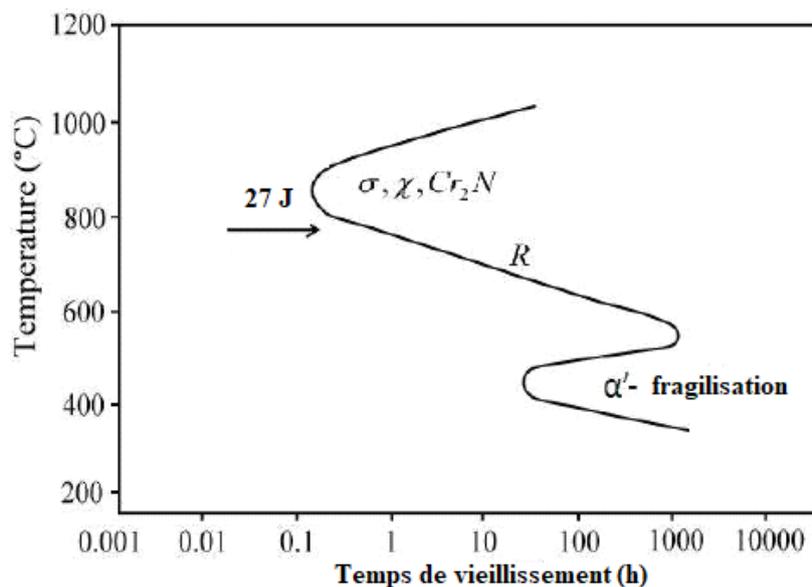


Figure 1.12 Courbe TTT de l'alliage 2507, courbe de résilience de 27J[25]

Chapitre 1: Etude bibliographique.

Pour les biphasés dont la teneur en chrome est supérieure à 23% et pour les recuits inférieurs à 475°C, le durcissement par fragilisation est causée par la décomposition spinodale de la ferrite .Le durcissement important de la ferrite résulte de la formation de la phase α' , phase riche en chrome, dont la teneur locale peut atteindre 80%. Sur la figure 1.13 l'évolution croissante de la dureté est reportée en fonction du temps de maintien à 475°C, au-delà de 200 heures de recuit, la dureté n'évolue que très faiblement.

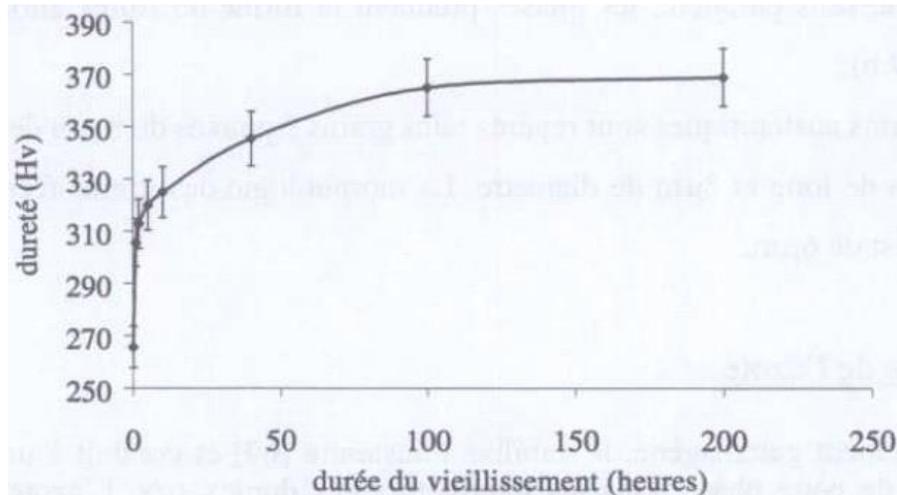


Figure.1.13 Evolution de la dureté en fonction du temps de vieillissement à 475°C (SAF 2507)[25,26]

Le traitement thermique peut également être utilisé pour modifier la proportion des phases ferritiques et austénitiques (α/γ). Il a été montré que pour les aciers inoxydables duplex la proportion optimale était de 50 %. Dans ces conditions l'alliage possède un bon compromis résistance mécanique / allongement [23].

I.4 Propriétés de résistance à la corrosion

En ce qui concerne la résistance à la corrosion générale et à la corrosion par piqûres, les aciers austéno-ferritiques ne se distinguent pas fondamentalement des autres catégories d'aciers inoxydables. Pour ces deux types de corrosion, ce sont essentiellement les teneurs en éléments d'alliage tels que le chrome, le molybdène, mais également le cuivre et le nickel qui jouent un rôle. Toutefois, la corrosion par piqûres présente des caractères particuliers liés à l'existence de deux phases de compositions différentes [20].

Les propriétés maîtresses des aciers inoxydables austéno-ferritiques, qui les distinguent nettement des aciers austénitiques et ferritiques, sont leur excellente résistance vis-à-vis de la

Chapitre 1: Etude bibliographique.

corrosion intergranulaire. D'autre part, la résistance à la corrosion sous contrainte, en milieu chloruré chaud à charge constante, est meilleure que pour les aciers inoxydables ferritiques et austénitiques.

I.5 Conclusion :

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

Chapitre 2 - Méthodes expérimentales

II Introduction

On s'attachera d'abord à présenter l'alliage étudié dans ce mémoire. Ensuite, à la microstructure complexe de l'alliage duplex. Une transformation de phase nécessite l'utilisation de plusieurs techniques de caractérisation. Les analyses sont réalisées à l'aide d'un microscope optique et d'un microscope électronique à balayage (MEB) permettant des caractérisations à différentes échelles.

La quantification des différentes phases et leur composition chimique ont été effectuées grâce à la diffraction des rayons X et analyse EDS respectivement.

Les caractéristiques mécaniques de l'acier ont été évaluées grâce à des essais de microdureté et nano-indentation instrumentée. Le principe et l'intérêt de chacune des techniques expérimentales sont décrits dans ce chapitre. Les paramètres expérimentaux utilisés et les préparations effectuées sont précisés.

Le travail a été réalisé au niveau du Centre de Recherches et Techniques Industrielles (CRTI- Chéraga).

II.1 Matériau étudié et composition chimique

La nuance étudiée dans ce travail répond à la norme austéno-ferritique. Il s'agit d'un acier super duplex grade 2507. Un alliage industriel connu sous la désignation commerciale UNS S32750. Cet alliage a été fourni sous forme de tube d'une épaisseur de 5mm et d'un diamètre de 200 mm.

Avant d'entamer notre étude, nous avons déterminé la composition chimique de notre acier. Pour cela une analyse a été réalisée par diffractométrie des rayonsX (DRX). La composition chimique de l'acier inoxydable duplex 2507est donnée dans le Tableau.2.1.

Chapitre 2 : Méthodes expérimentales

%w	C	S	Fe	Si	Mn	P	Cr	Mo	Ni
2507	0.0330	0.0136	61.3	0.445	0.791	0.0331	26.5	3.51	6.63
	Al	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb	Sn
	0.0126	0.0573	0.0944	0.0427	0.0057	0.174	0.0172	0.005	0.001
	B	Ca	N	Se	Sb				
0.0011	0.001	0.236	0.0146	0.0116					

Tableau 2.1 Composition chimique (% en masse) des alliages

La caractéristique essentielle de cet alliage est sa teneur en azote supérieure à 0,2%, qui le qualifie de « **superduplex** ». Notons également que les teneurs de tous les éléments restent dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables super duplex (voir le tableau A1 annexe).

Dans les aciers austéno-ferritiques, les fractions volumiques des phases dépendent de la composition chimique et de la méthode d'élaboration. Pour notre alliage, nous remarquons une structure en bande constituée de grains d'austénite et de ferrite. Les grains semblent allongés dans la direction du laminage. Les phases ont été identifiées sur la base de leurs compositions chimiques en utilisant l'analyse EDS (Figure 2.1). L'austénite est généralement enrichie en éléments formateurs de l'austénite (Ni, N), tandis que la phase ferrite, est riche en éléments formateurs α (Cr, Mo). La fraction volumique d'austénite 44,16% est légèrement inférieure à celle de la ferrite 55,88 (Figure. 2.1).

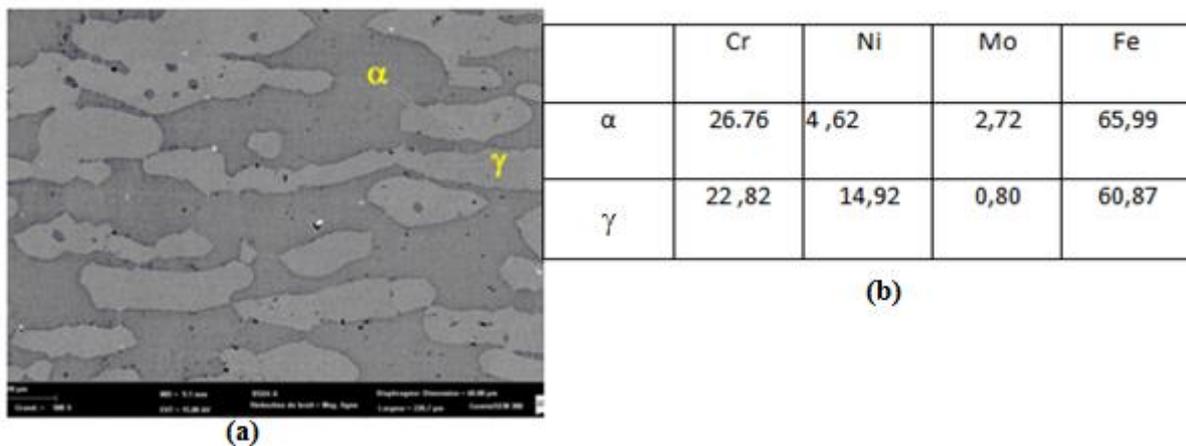


Figure 2.1 (a) Microstructure du SAF 2507 ;(b) Composition chimique du SAF 2507

Chapitre 2 : Méthodes expérimentales

II.1.1 Traitements thermiques :

Des échantillons de forme parallélépipédique (10x10x5mm) ont été découpés soigneusement du tube 2507 afin d'étudier les changements microstructuraux ainsi que les précipitations.

Les échantillons ont subi des traitements thermiques à différentes températures allant de 700°C à 1250°C avec un pas de 50°C. On programme la montée de la température du four électrique avec une vitesse définie. Une fois la température du traitement voulu atteinte, on introduit les échantillons (03 échantillons pour chaque température) dans le four. Le traitement se fait pendant (01) une heure, puis les échantillons sont retirés du four et trempés rapidement à l'eau (12°C).

Le domaine de température choisi [700-1250°C] définit deux domaines de transformations :

➤ **Traitement entre 700°C -1000°C** : concerne le domaine de décomposition de la ferrite δ en phase intermétalliques (phase σ), en austénite secondaire γ_2 et précipités ; l'austénite γ est stable dans cette plage de température.

➤ **Traitement entre 1050-1250** : c'est le domaine d'homogénéisation du rapport γ/α , et le but est de mettre en évidence la transformation $\alpha \leftrightarrow \delta$

II.2 Caractérisation

Elle comporte deux parties, l'une microstructurale où l'on met en évidence les différentes phases existantes, ainsi que leurs taux respectifs. L'autre mécanique, qui nous permet de déterminer l'effet de la précipitation des phases secondaires et en particulier la phase sigma sur quelques propriétés mécaniques de l'acier duplex en particulier la dureté.

II.2.1 Caractérisation microstructurale

II.2.1.1 Préparations des échantillons pour caractérisations microstructurales

Pour observer les échantillons, des préparations spécifiques doivent être effectuées afin de distinguer les différentes phases lors des caractérisations au microscope optique (MO) et au microscope électronique à balayage (MEB). Les différentes étapes sont :

Chapitre 2 : Méthodes expérimentales

➤ Enrobage

Les échantillons ont été enrobé à chaud à une température de 180 °C afin de permettre une manipulation plus aisée des échantillons et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage.

➤ Polissage

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (Cr_2O_3) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau à étudier. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers abrasif de granulométrie décroissante (80, 240, 400, 800, 1000, 1200, 2000, 2400 et 4000), la seconde (polissage fin) est effectuée sur papier feutre en utilisant de la poudre d'alumine de granulométrie 0.05 μm . Pour les deux étapes, l'utilisation de lubrifiant (eau) est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie.

➤ Attaque aux réactifs

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

➤ L'Attaque chimique

L'attaque chimique provoque une dissolution différentielle des phases suivant leur nature et leur composition. Le réactif que nous avons utilisé dans notre étude est le **réactif Beraha**, il permet la révélation des joints de grains ferritiques et austénitiques, les interfaces, les joints de macles, la précipitation des phases intermétalliques et la morphologie de la structure. L'attaque est réalisée à température ambiante, le temps d'immersion dépend de la température de traitement des échantillons, il varie quelques secondes à 2min.

➤ Attaque électrolytique

Dans ce cas, une source extérieure de courant est utilisée. L'échantillon (qui doit être conducteur) est placé à l'anode du circuit électrique provoquant ainsi une oxydation des

Chapitre 2 : Méthodes expérimentales

éléments de certaines zones de la surface. L'utilisation du potentiostat électronique permet d'opérer sous un potentiel déterminé. L'électrolyte utilisé dans notre étude est la solution d'acide KOH. Le dispositif de l'attaque électrolytique est illustré dans la (Figure.2.2). Les paramètres d'attaque sont donnés dans le Tableau.2.2.

Tableau 2.2 les réactifs utilisés et paramètres d'attaque

Type de la solution	Composition chimique	Paramètres	observation
Chimique	Beraha 5g de $K_2 S_2 O_5$, 10 ml HCL et 40 ml $H_2 O$	Temps d'attaque 25s à 2min	En noir et blanc
Electrolytique	KOH 56g acide oxalique+100ml H_2O	2 à 3s sous une tension de 2-3V (cathode acier inoxydable Attaque à température ambiante	Attaque en couleur : austénite : en bleu Ferrite : en marron Sigma : en blanc

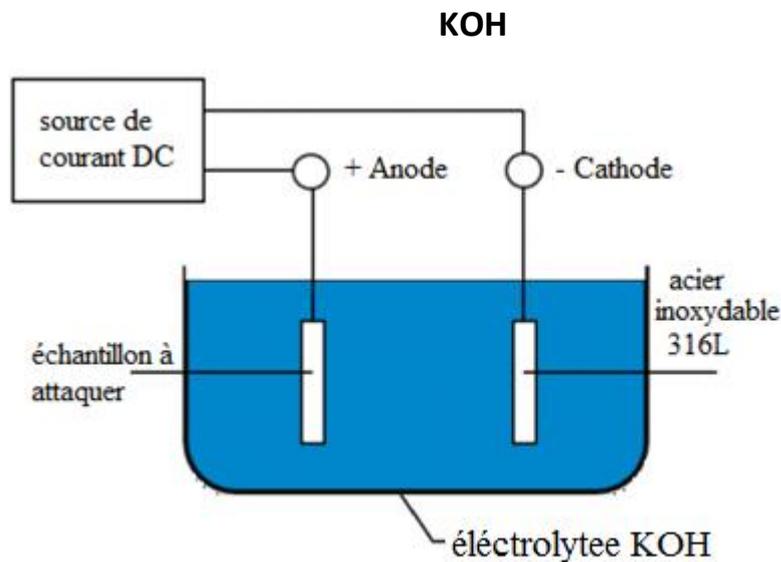


Figure 2.2 Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.

II.2.1.2 Microscope optique (MO)

La mise en évidence de la structure des échantillons traités a été réalisée à l'aide d'un microscope optique type **NIKON ECLIPSE LV100NO** équipé d'une caméra numérique reliée à un micro-ordinateur, avec un logiciel **NISElements** installé pour l'acquisition et le traitement des images.(Figure.2.3)



Figure 2.3 Image du microscope optique NIKON ECLIPSE LV100NO

II.2.1.3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Pour affiner l'investigation des microstructures et confirmer les résultats obtenus par microscopie optique, on a été appelé à utiliser la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Le microscope électronique utilisé est de type Zeiss GerminiSem300 (Figure 2.4).Il est couplé à un système de microanalyse (EDX) et de diffraction de rayons X. les échantillons doivent présenter une conductibilité superficielle de l'électricité pour écouler les charges, c'est pourquoi on a utilisé des échantillons enveloppés dans du scotch d'aluminium.

➤ **Principe de fonctionnement :**

La Microscopie Electronique à Balayage est fondée sur les interactions électrons-matière. Elle permet l'obtention d'images de hautes résolutions de la surface de l'échantillon avec des profondeurs de champs supérieures à la microscopie optique.

Chapitre 2 : Méthodes expérimentales

Les principaux éléments composant un Microscope Electronique à Balayage sont : une source d'électrons (canon) et un dispositif de haute tension, une colonne maintenue sous un vide secondaire, un ensemble de lentilles électroniques permettant l'obtention d'un fin faisceau, une platine permettant d'installer les échantillons, un détecteur d'électrons couplé à un amplificateur de signal et enfin un système de visualisation des images. Le fonctionnement du MEB est présenté dans la Figure 2.4.

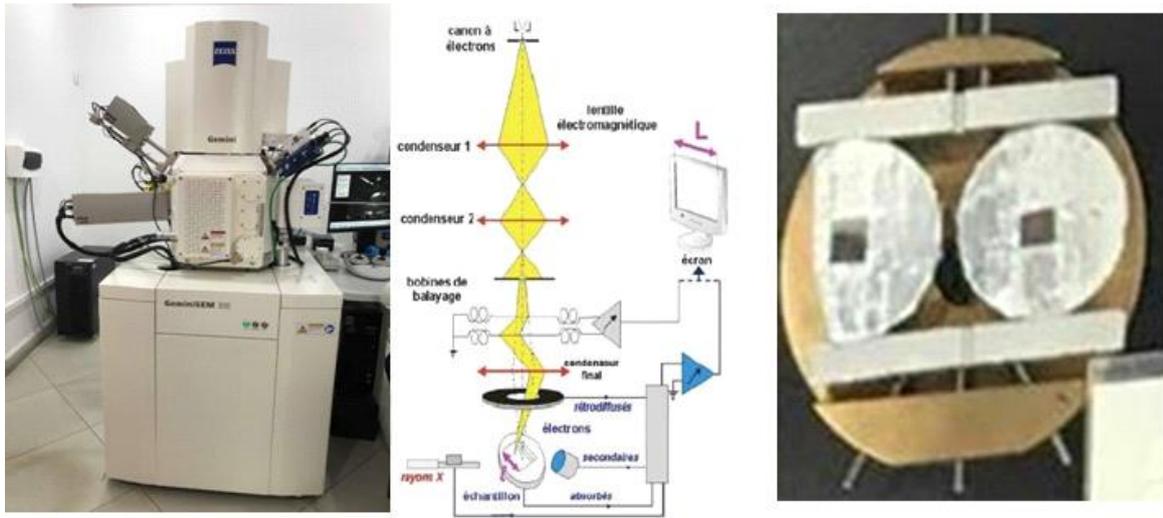


Figure 2.4 Photo du Microscope MEB utilisé (type Zeiss GeminiSem300) et schéma de fonctionnement

II.2.1.4 Méthodes d'analyse des phases

a. Mesure et quantification des différentes phase (α , γ , σ) par traitement d'image

La technique de traitement d'image a pour but de quantifier la phase sigma qui précipite. Pour cela nous avons prélevé aléatoirement cinq micrographies de chaque échantillon traité. Nous avons utilisé pour cela les micrographies obtenues à partir de l'attaque électrolytique et Beraha car cette attaque permet d'avoir différents contrastes entre les phases existantes. Le logiciel que nous avons utilisé dans notre étude est le logiciel ImageJ (Figure.2.5). Ainsi, dans l'image initiale les trois phases (δ , γ et σ) apparaissent en couleurs différentes, ensuite, après transformations, elles apparaissent en nuances de gris, enfin et en ajustant la luminosité et le contraste de l'image transformée, on obtient une image finale binaire où apparaît la phase sigma en une couleur qu'on choisit et le reste en blanc. Toutes ces étapes sont illustrées dans (laFigure.2.5).

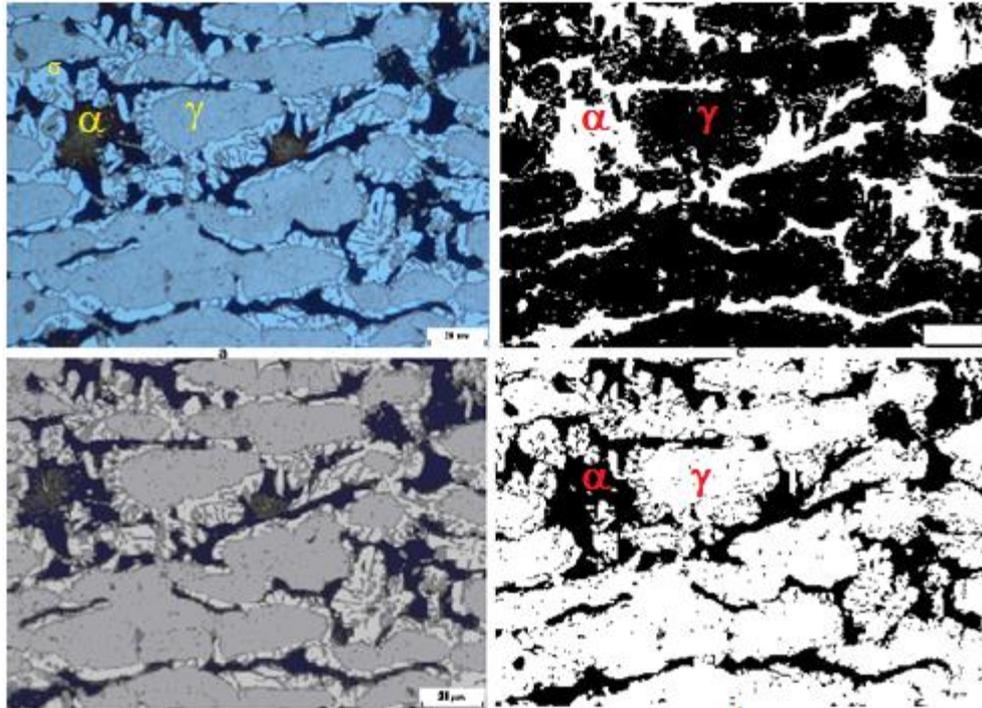


Figure.2.5.Procédure de calcul du taux des différentes phases

Explications des calculs :

$$(\gamma + \sigma) + \alpha = 100\%$$

$$\sigma = 100 - (\alpha + \gamma)$$

- α calculé par image J directement

- γ calculé par 'image J' directement

b. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Le principe de la méthode de diffraction des rayons X est de faire tourner un échantillon devant un faisceau de RX monochromatique afin de ramener les plans cristallographiques des petits cristaux composant le matériau en position de Bragg. Ainsi, successivement les plans réticulaires diffractent le rayonnement incident se traduisant par des pics sur le diagramme de diffraction (Figure 2.6.).

Loi de Bragg :

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

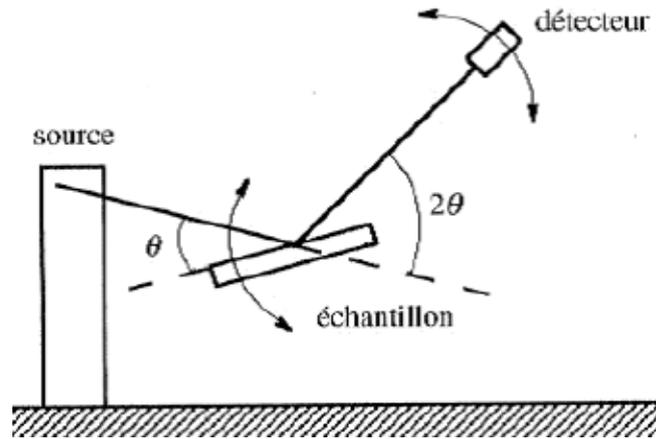


Figure 2.6 Principe de la diffraction des rayons X

Avec

λ : Longueur d'onde du faisceau incident.

d : distance interréticulaire entre les plans diffractant de la famille considérée ;

2θ : angle de déviation du faisceau incident.

L'intensité du faisceau diffracté varie donc selon l'orientation de l'échantillon pour un matériau texturé.

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

Dans le cas d'un matériau polyphasé, les spectres des différentes phases sont superposés, avec des intensités respectives qui dépendent essentiellement des concentrations de chaque phase.

La superposition des spectres complique l'indexation des pics et l'identification des espèces. La connaissance d'une des phases en présence permet, après indexation de ses pics de diffraction, de les soustraire du spectre global pour déterminer plus facilement les autres phases. Une analyse chimique élémentaire préalable diminue les erreurs possibles en restreignant le champ d'investigation aux espèces contenant les éléments identifiés.

II.2.2 Caractérisation mécanique

II.2.2.1 Microdureté Vickers

La microdureté Vickers mesure la résistance à la pénétration d'un corps en appliquant un pénétrateur ou indenteur de forme pyramidale à base carrée sur la surface d'un échantillon pendant un temps précis avec une force F (Figure 2.7). Si le matériau est plastiquement

Chapitre 2 : Méthodes expérimentales

déformable, une empreinte sera visible. La valeur de la microdureté est exprimée par la relation suivante :

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

où : F est la force appliquée en N (dépend de la masse choisie), g est l'accélération de pesanteur (9.81 m.s⁻²) et d est la moyenne des diagonales de l'empreinte (mm).

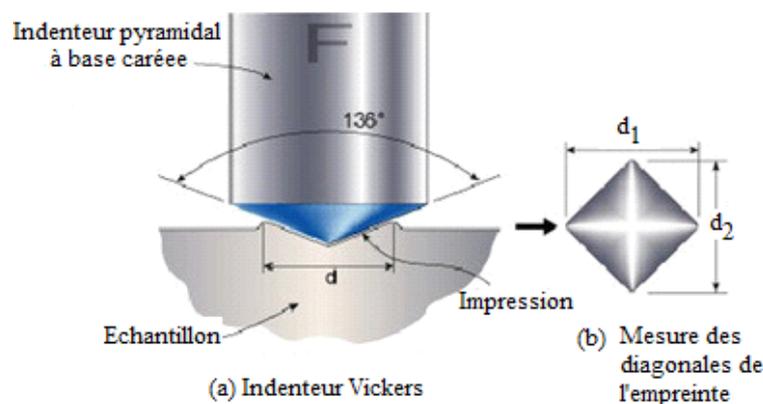


Figure 2.7 Schéma de principe de l'essai de dureté Vickers

Cette technique est utilisée pour déterminer la microdureté de l'alliage afin de caractériser l'effet du traitement thermique. L'appareil utilisé **WILSON VH 3300** (Figure 2.7a) permet d'appliquer une force comprise entre 10 g et 1 kg. Pour que les essais de microdureté soient valides (norme EN ISO 6507-1), l'échantillon doit être parfaitement plan et avoir une épaisseur minimale respectant la norme recommandée (voir annexe Figure.A1). Les échantillons testés lors de ce travail ont tous une épaisseur supérieure à 1.0 mm. Une force de 10g (HV10) pendant 5s. Le principe de mesure des microduretés est le suivant :

- Réaliser au moins 5 mesures de microdureté (il doit y avoir au moins 15 mesures pour valider l'analyse) ;
- Calculer la moyenne et l'écart type sur les plus grandes valeurs ;
- Soustraire 3 fois l'écart type calculé à la moyenne afin d'obtenir un seuil de tolérance
- Conserver uniquement les mesures supérieures à ce seuil (il doit y avoir au moins 15 Mesures pour valider l'analyse) ;
- Calculer la moyenne, et présenter le résultat sous la forme HV10= HVmoy ± 2s.

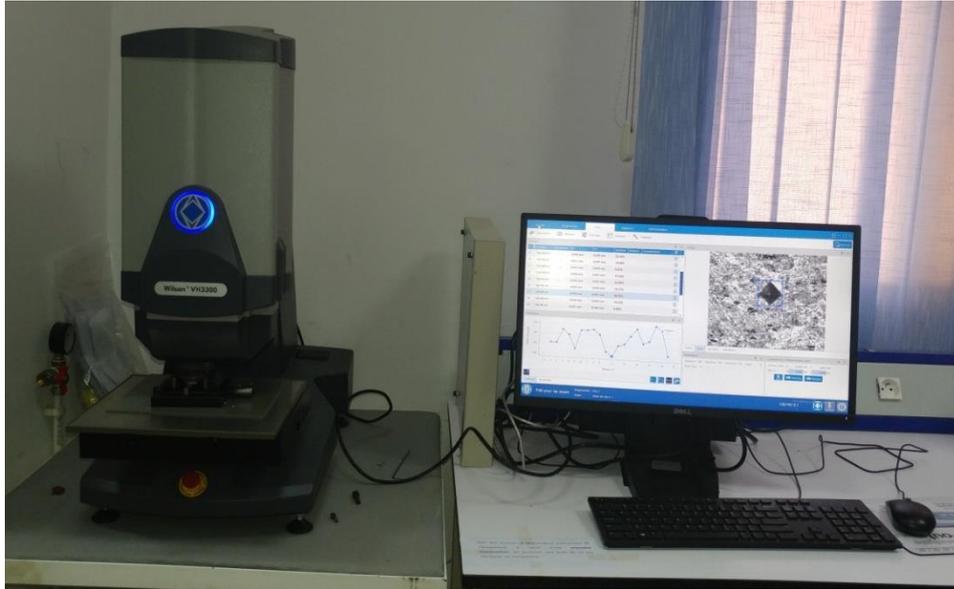


Figure 2.7a : photo du microduromètre utilisé WILSON VH3300

II.2.2.2 Mesure des propriétés élastiques par nanoindentation :

La nanoindentation est une technique d'indentation instrumentée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux.

- **Principe**

La nanoindentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue dans un matériau dans le but d'obtenir ses propriétés élasto-plastiques. Il existe plusieurs types de pointes, dans notre étude nous avons utilisé la pointe **Berkovich** de géométrie pyramidale à base triangulaire. La profondeur de pénétration était de 400nm avec une charge de 20 mN, pendant 10 secondes.

Les essais de nano-dureté ont été réalisés à l'aide d'un appareil **Anton Paar**NHT3.

Durant le test d'indentation un système d'acquisition enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Ces deux paramètres sont mesurés en continu lors de la phase de charge et de décharge. A l'issue de l'essai on obtient une courbe de charge en fonction du déplacement (Figure.2.8a). Les valeurs de module d'élasticité E et de dureté H sont estimées à partir de ces courbes expérimentales à l'aide de modèles analytiques, fonctions de la géométrie de l'indenteur utilisé.

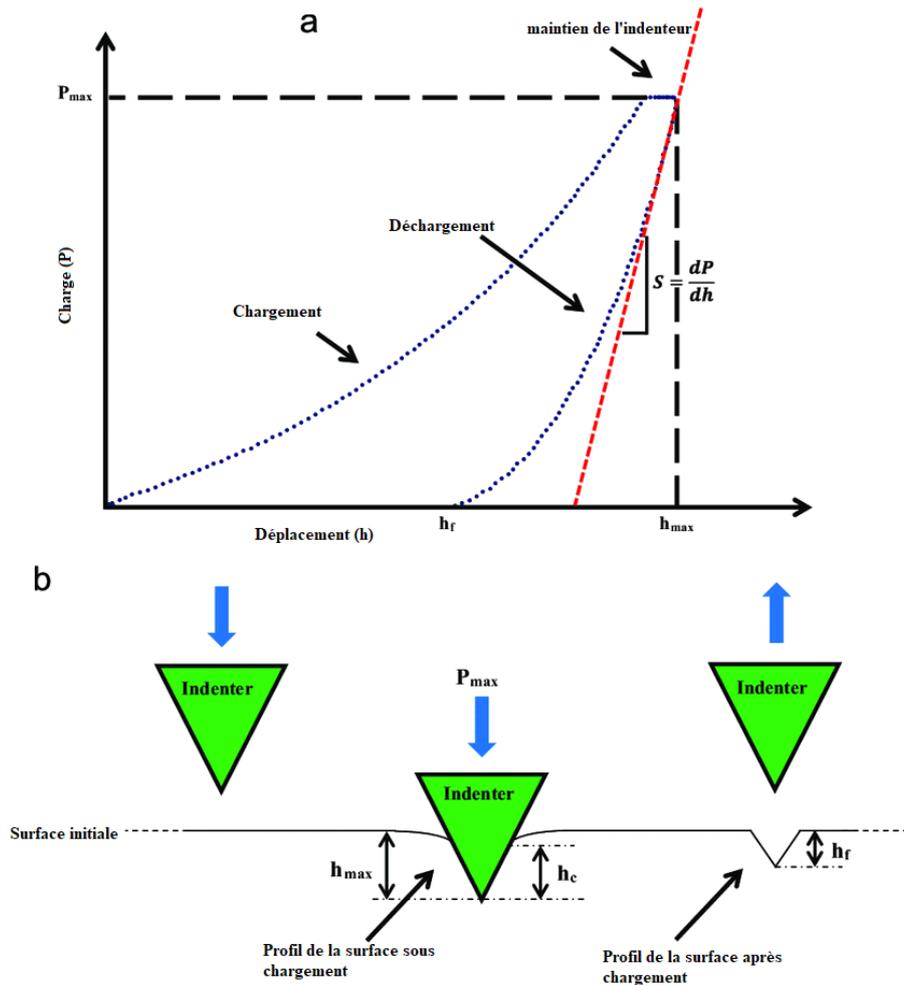


Figure.2.8(a) : courbe de charge en fonction du déplacement ; (b) : visualisation des notions de profondeur de contact h_c et de profondeur de pénétration de l'indenteur h_t

➤ **Les propriétés mesurées :**

Les deux principales propriétés mesurées sont le **module élastique (E)** et la **dureté (H)** (selon la norme NF EN ISO 14577). Le modèle utilisé pour le calcul du module et de la dureté est celle développée par **Oliver et Pharr**. Il s'agit du modèle le plus largement utilisé dans le domaine de la nanoindentation.

- **La dureté** est définie comme le rapport entre la charge appliquée P_{max} et l'aire de contact projetée A_p à la profondeur correspondant au déplacement de contact h_c , soit :

$$H = P_{max} / A_p(h_c)$$

La profondeur de contact h_c dépend de la profondeur de pénétration maximale de l'indenteur

h_t , de la rigidité S du contact et d'un facteur ϵ valant 0.75 dans le cas d'un indenteur de type

Berkovich : $h_c = h_{max} - \epsilon P_{max} / S$

La Figure.2.8b permet la visualisation des notions de profondeur de contact h_c et de profondeur de pénétration de l'indenteur h_t .

➤ **Module d'élasticité:**

$$S = \frac{\partial F}{\partial h} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \cdot \sqrt{A_c}$$
$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E}$$

E_r = module réduit.

E_i = module de l'indenteur

E = module de l'échantillon

ν = coefficient de Poisson

Afin de s'affranchir au maximum des problèmes d'écrouissage de surface, les échantillons utilisés en nano-dureté ont été polis jusqu'à un état miroir. Les essais ont été pilotés en profondeur de pénétration, ce qui diffère des autres essais de dureté qui sont pilotés en charge.

Il est aussi possible de déterminer :

- Le fluage d'un matériau
- Travail élastique et travail plastique
- La ténacité

Chapitre 3 - Résultats et discussion

Ce chapitre présente les principaux résultats obtenus à partir des moyens d'investigations cités au chapitre précédent, avec interprétation et discussion.

En premier lieu, nous présentons les différents états de structure de l'alliage duplex 2507 suite aux traitements thermiques, par la suite nous discuterons les conséquences sur les caractéristiques mécaniques locales des différentes phases et de l'alliage.

III Etude métallurgique des échantillons traités thermiquement :

III.1.1 Effet de la température sur l'évolution microstructurale

Les figures.3.1 (a et b) montrent la sensibilisation en fonction du traitement thermique de l'alliage 2507 après une attaque métallographique.

➤ Dans le domaine d'hypertrempe [1000-1250] :

L'évolution de la microstructure dans cet intervalle de température est illustrée par la Figures.3.1.(a). En premier lieu on constate qu'il n'y a pas de trace de précipités dans ce domaine de température, et qu'on est en présence de la structure biphasique (de l'austénite dans une matrice ferritique) de l'acier inoxydable duplex 2507.

On constate également, que ce domaine de température présente deux aspects structuraux différents. :

- Entre la température 1000°C et 1100°C, on a une homogénéisation de la microstructure (Tableau 3.1)

- Et à partir de 1150°C à 1250°C, la forme allongée des grains disparaît et on observe un grossissement de grains ferritiques et l'évolution des grains austénitiques vers une structure plutôt globulaire au fur et à mesure que la température augmente.

Le tableau. 3.1 donne l'évolution du taux de ferrite et d'austénite dans ce domaine de température. Ces résultats ont été obtenus par la méthode d'analyse d'image décrite dans le chapitre.2

Chapitre 3 : Résultats et discussion

Tableau 3.1 : Proportion de phases en fonction de la température

T°C	1000	1050	1100	1150	1200	1250
α %	54.064	53.402	58.128	56.350	68.75	80.836
γ %	45.984	45.410	41.880	41.53	31.240	19.802
γ/α	0.850	0.850	0.720	0.737	0.450	0.244

Nous constatons que le taux de ferrite augmente avec l'augmentation de la température d'hypertrempe, cette augmentation est plus significative entre 1150 °C et 1250 °C par contre nous avons une réduction de l'austénite qui se transforme en ferrites elon la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, ce qui donne des rapports γ/α plus faible.

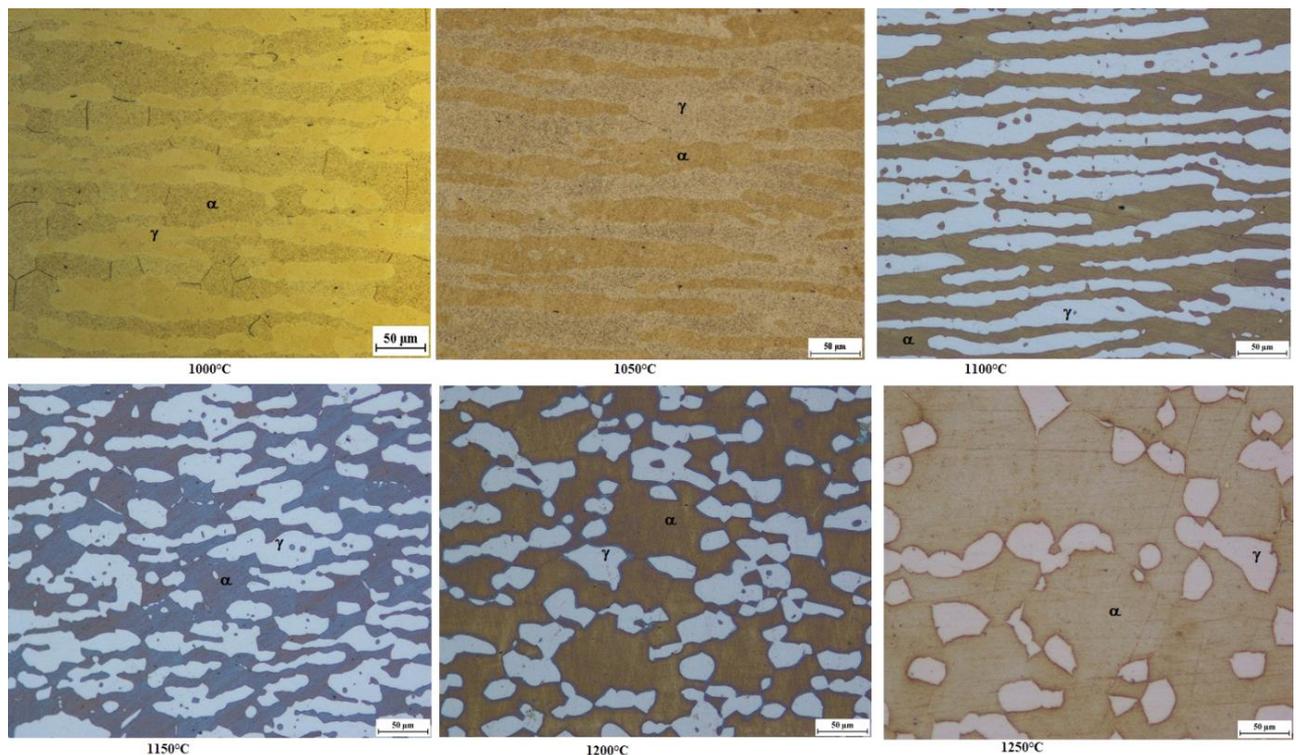


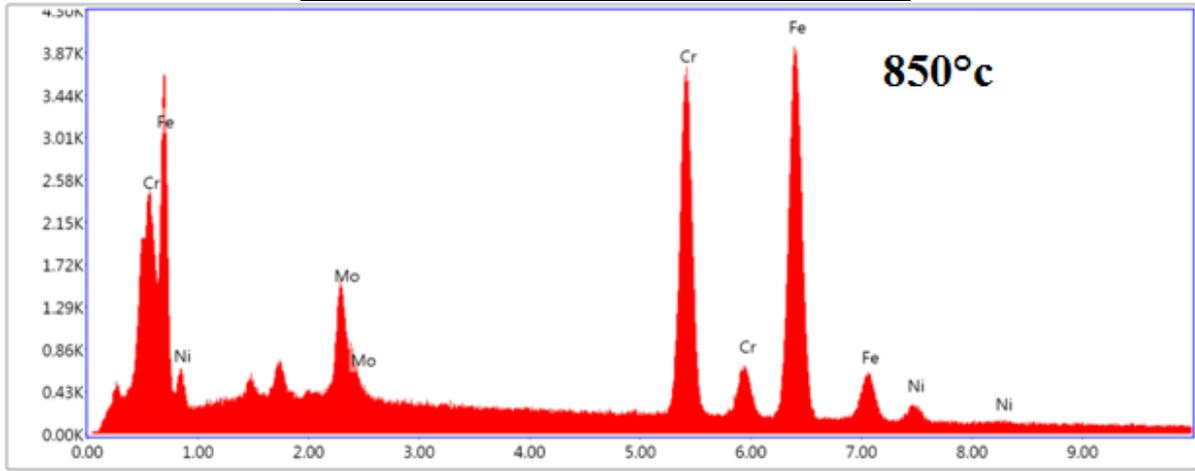
Figure 3.1(a) : effet du traitement thermique d'hypertrempe de 1000 à 1250°C Sous microscope optique

➤ **Dans le domaine de précipitation [700-950]°C** : Les figures 3.1(b) montrent l'évolution de la précipitation au cours du traitement thermique dans le domaine allant de 700 à 950°C, pendant un temps de maintien d'une heure suivi d'un refroidissement rapide à eau.

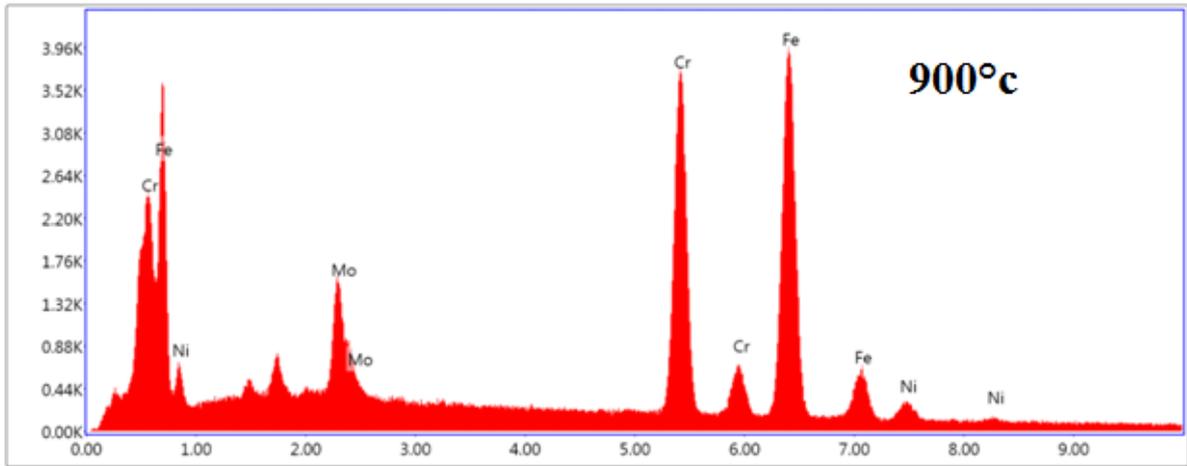
A partir de ces micrographies, on remarque tout d'abord que les évolutions structurales ont eu lieu principalement dans la phase ferritique. Les précipitations apparaissent aux joints de grains δ/δ et δ/γ , à $T > 750^\circ\text{C}$. L'analyse par EDS a montré qu'il s'agit principalement de la phase sigma (Tableau 3.2), des nitrures ont été repérés aux joints δ/δ mais qui disparaissent avec l'augmentation de la température. La phase sigma prend différentes morphologies selon la température de traitement et la localisation : une forme de plaquette dispersés le long des interfaces (Figure 3.1.b micrographie à 950°C), forme en aiguille à l'intérieur du grain ferritique (Figure3.1.b micrographie à 800°C) , et en forme d'agrégats $\sigma+\gamma$ (Figure 1.3b micrographie à 850°C).

Chapitre 3 : Résultats et discussion

T°C	Cr %w	Ni %w	Mo%w	Fe%w
850	30.90	4.77	4.90	59.43
900	30.81	5.03	5.51	58.65



Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Elite 25 Det



Lsec: 30.0 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Elite 25 Det

Tableau 3.2 Composition chimique de la phase sigma en fonction de la température et spectre EDS de la phase sigma

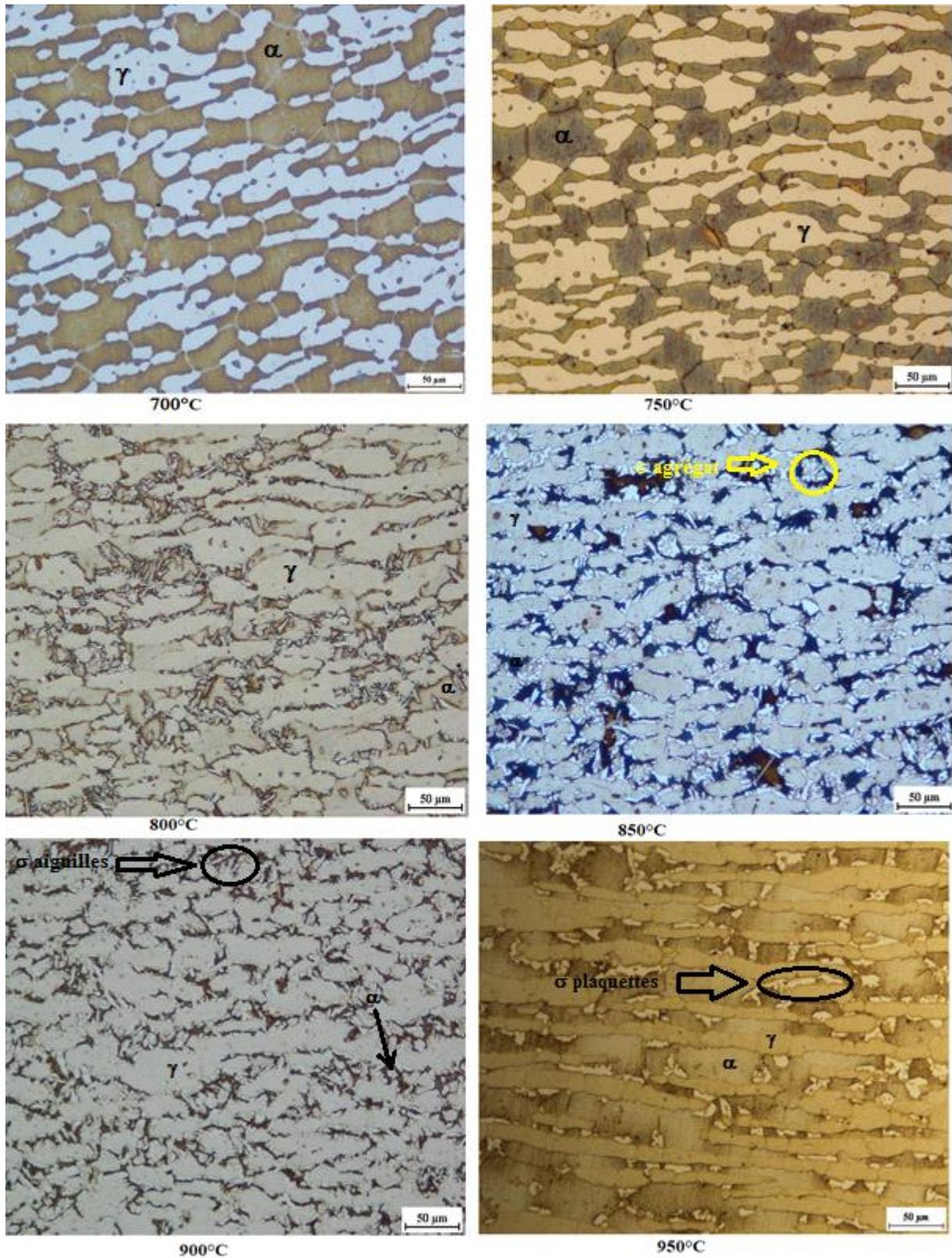


Figure 3.1.(b) : Effet de la température Dans le domaine de précipitation [700-950]°C sous microscope optique

Chapitre 3 : Résultats et discussion

Les micrographies nous montrent aussi une légère augmentation de la taille des grains de ferrite entre 700 et 750°C .On conclut que l'accroissement du diamètre moyen des grains coïncide avec le démarrage de la précipitation. En effet, l'aspect des joints de grains subit des modifications très nettes. Ils ont un aspect beaucoup moins rectiligne. Ce phénomène est particulièrement visible dans le cas de l'échantillon traité à 750°C.

En suivant l'évolution de la microstructure avec la température de durcissement, on remarque, plus la température augmente, plus le taux de la phase sigma qui précipite est élevé (Figure 3.2). Puis elle diminue pour disparaître complètement à partir de 1000°C .On constate que la ferrite est presque entièrement concernée par la précipitation entre 800°C et 900°C.

Les résultats de la DRX confirment les résultats obtenus par ImageJ .(Figure3.2.1)

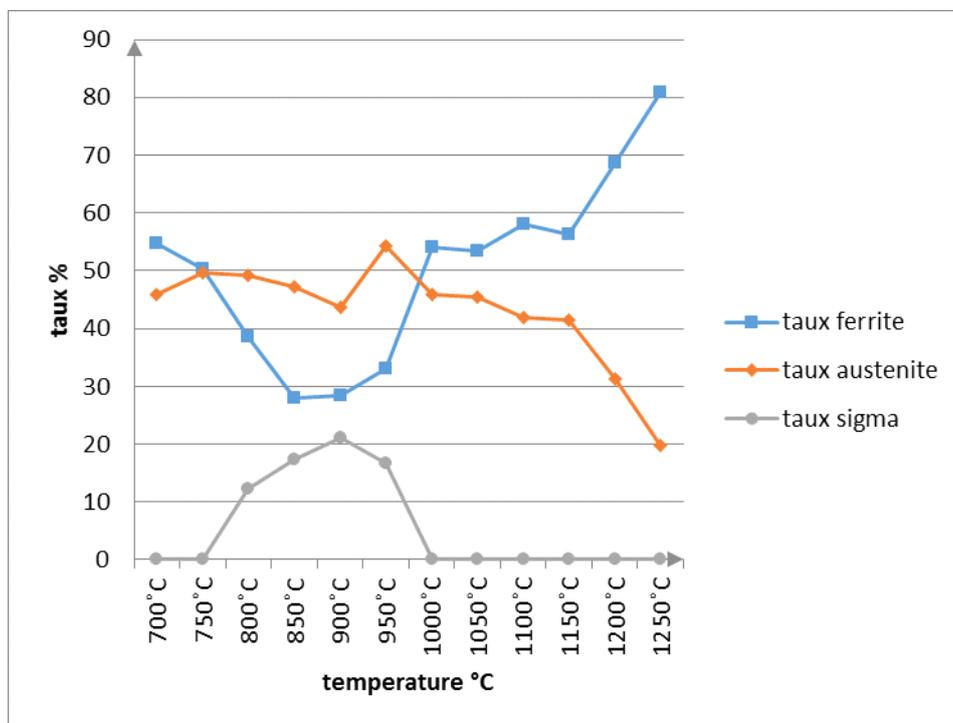


Figure. 3.2 Evolution des taux de phases en fonction de la température de traitement

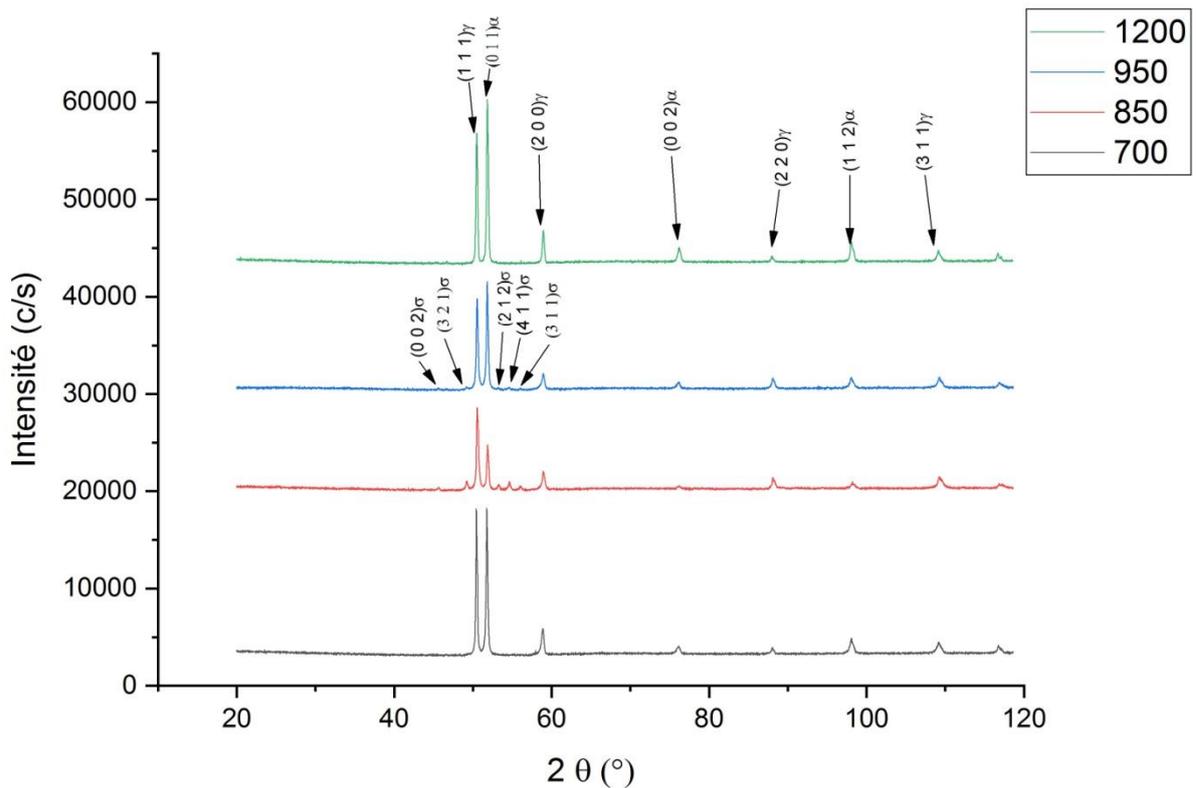


Figure 3.2.1 indexation DRX

III.1.2 Effet de la température de traitement sur le partage des éléments d'alliage :

Comme on l'a déjà mentionné plus haut le taux de phase sigma qui précipite diminue lorsque la température de traitement augmente ($T > 950^{\circ}\text{C}$). En effet, deux modifications ont lieu avec l'augmentation de la température. D'abord l'augmentation de la teneur en ferrite et aussi le grossissement des grains. En d'autres termes, lorsque la température augmente le taux de ferrite augmente c-à-d la surface spécifique des joints de grains (α/γ et α/α) diminue ce qui est défavorable à la précipitation. Mais il faut prendre en considération l'évolution des coefficients de partage K des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite avec la température, qui tendent vers l'unité (Tableau 3.2). Ainsi donc, lorsque la température augmente, les teneurs en Chrome et en Molybdène dans la ferrite diminuent (Tableau 3.3). En tenant compte de tous ces facteurs, on peut expliquer la diminution du taux de la phase sigma qui précipite.

T°C	phase	Cr	Ni	Mo	Fe
850	α	25.88	5.01	2.57	66.54
	γ	23.61	8.39	1.81	66.19
	σ	30.90	4.77	4.90	59.43
900	α	22.97	8.08	2.06	66.89
	γ	24.11	8.46	1.59	65.84
	σ	31.35	4.50	5.76	58.39
1250	α	25.43	5.85	1.92	66.80
	γ	24.31	7.73	1.49	66.47

Températures	850	900	1250
K	α/γ	α/γ	α/γ
Cr	1,096	0,952	1,046
Ni	0,597	0,955	0,756
Mo	1,419	1,295	1,288
Fe	1,005	1,015	1,004

Tableaux 3.3: (a) : partages des éléments d'alliages dans les phases α, γ, σ ; (b) : coefficient de partages des éléments

III.2 Les conséquences des phénomènes métallurgiques sur les propriétés mécaniques des phases.

III.2.1 Micro dureté :

L'analyse du graphe HV=f(T) (Figure 3.3) montre deux allures de l'évolution de HV

- **Dans le domaine de Précipitations [700°C-950°C]** : La micro dureté du matériau croît rapidement avec l'augmentation de la température et arrive à son maximum à 900°C ce qui coïncide avec le pic de précipitations.
- **Dans le domaine d'homogénéisation [1000°C-1250°C]** : la micro dureté chute ensuite évolue très lentement pour atteindre un minimum à 1250°C , en effet à cette température on a observé un grossissement important des grains de ferrite .

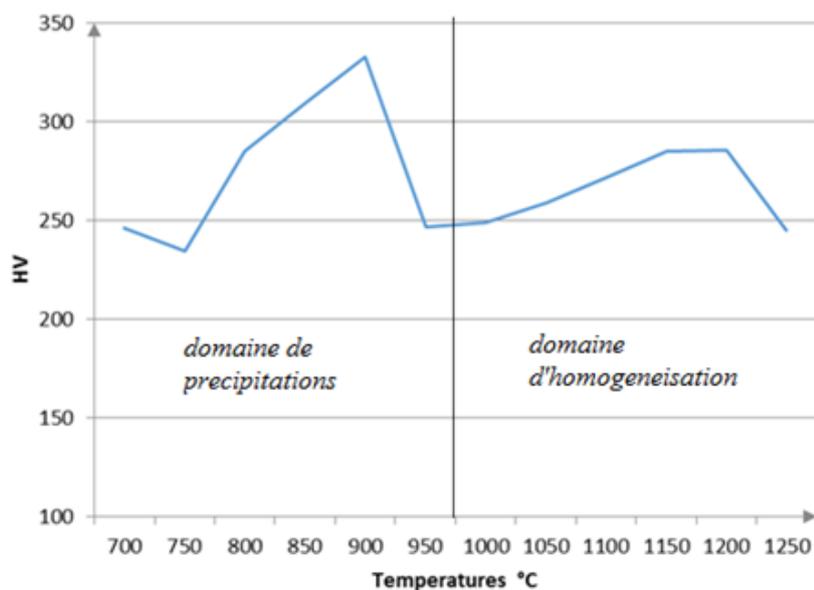


Figure 3.3 Microdureté Vickers Pour l'acier 2507

III.2.2 Nano indentation

La figure 3.4 montre l'évolution de H et E des phases en fonction de la température. La disparité dans les résultats peut être expliquée comme suivant :

Domaine de Précipitations [700°C-950°C] : sous l'effet de la température, les éléments d'alliage alphagènes migrent de la ferrite vers l'austénite ainsi que vers les précipitations, cette migration adoucit la ferrite et endurecit l'austénite (Figure 3.4)

Domaine d'homogénéisation ou d'hypertrempe [1000°C-1250°C] : on constate que les duretés de la ferrite et de l'austénite se rapprochent tout en diminuant, ceci est dû à une répartition des éléments d'alliage presque équivalente dans les deux phases (ferrite et austénite).

Quant à la phase sigma elle présente un durcissement plus important au fur et à mesure qu'on augmente la température puis elle chute brutalement à partir de 900°C car à partir de cette température il y a diminution du taux de la phase sigma et dissolution des précipitations.

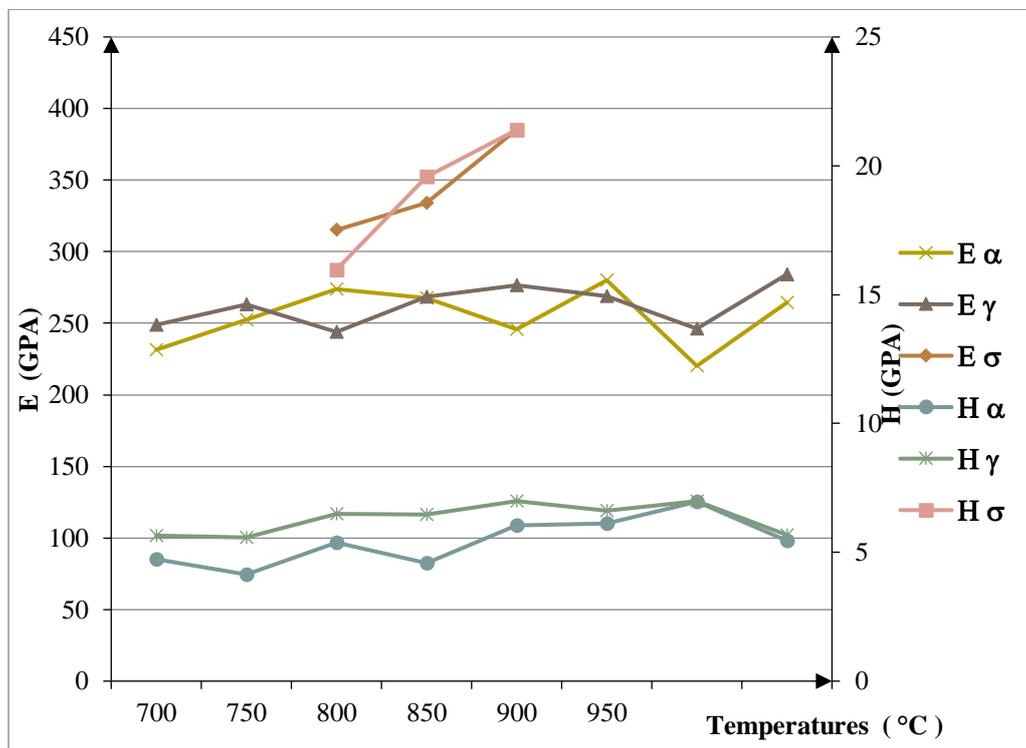


Figure 3.4 Résultats nano indentation pour l'acier 2507

❖ Conclusion Générale :

L'objectif de ce travail était d'étudier les propriétés mécaniques et l'évolution microstructurale d'un acier inoxydable super duplex (SDSS 2507) après différents traitements thermiques, allant de 700°C à 1250°C pendant une heure avec un pas de 50°C, suivis d'un refroidissement à l'eau. Ce domaine de températures comporte deux intervalles qui définissent différentes modifications : un domaine de précipitations et un domaine d'homogénéisation.

Le domaine de précipitation définit entre [700°C-950°C], dit aussi de vieillissement ou de durcissement du matériau :

- Les évolutions structurales ont eu lieu principalement dans la phase ferritique ;
- Les précipitations apparaissent aux joints de grains δ/δ et δ/γ . L'analyse par EDS a montré qu'il s'agit principalement de la phase sigma qui prend différentes morphologies selon la température de traitement et sa localisation. Le taux de la phase sigma augmente au fur et à mesure que la température est élevée.
- Dans ce domaine, la micro dureté du matériau est d'autant plus élevée que la température est élevée. Ceci est conséquence du taux de précipitations.
- Les essais de la nanodureté mettent en évidence l'adoucissement de la ferrite et un durcissement de l'austénite, engendré par la migration des éléments d'alliages (α -gènes, γ -gènes) de part et d'autre de l'interface α/γ . Ce qui influe aussi sur l'augmentation de la dureté et l'élasticité de la phase sigma.
- A partir de 950°C nous avons enregistré une diminution du taux de la phase sigma et simultanément une chute dans ses propriétés mécaniques (E et H)

Dans l'intervalle d'homogénéisation qui s'étend entre [1000°C-1250°C], les différentes observations sont:

- Aucune trace de précipitation n'a été observée.
- Entre la température 1000°C et 1100°C, on a une homogénéisation de la microstructure. Le rapport α/γ est presque égale à 1 et par conséquent un bon équilibre dans la répartition des éléments d'alliage entre la ferrite et l'austénite.

- A partir de 1150°C à 1250°C la forme allongée des grains disparaît et on observe un grossissement de grains ferritiques et l'évolution des grains austénitiques vers une structure plutôt globulaire au fur et à mesure que la température augmente. Le

- Le taux de ferrite augmente avec l'augmentation de la température d'hypertrempe
- Nous avons une réduction de l'austénite qui se transforme en ferrite δ .

Les perspectives éventuelles à envisager seraient d'approfondir les travaux entamés sur l'étude des propriétés locales des phases par nanoindentation, l'exploration de l'effet des traitements thermiques sur le comportement en corrosion des deux phases α/γ .Egalement l'effet du temps d'un traitement sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques du matériau.

Références :

- [1] **R. N. GUNN**. Duplex Stainless Steels, microstructure, properties and application, 2000.
- [2] **P. J. CUNAT**. Aciers Inoxydables. Fabrication. Traités Des Matériaux. Techniques de l'Ingénieur. M4543. 2002.
- [3] **P. LACOMBE**, B. BAROUX, G. BERANGER. Les aciers inoxydables. Les éditions de physique.1990.
- [4] **M. Pohl**, O. Storz. **Sigma-phase in duplex-stainless steels**. Z. Metallkd. 95 (2004) vol7
- [5] Iris Alvarez-Armas, Suzanne Degallaix-Moreuil. **Duplex Stainless Steels** .John Wiley& Sons, Inc.
- [6] **Aubin, V**. Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement bi axial non proportionnel. Thèse de doctorat, Université des Sciences et technologies de Lille, **2001**.
- [7] **J. Charles**, The duplex stainless steels : materials to meet your needs, Duplex Stainless Steels'91, pp. 3-49 ,1991,.
- [8] **Frédéric PERDRISSET**. Influence de l'azote sur les mécanismes de fissuration en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable austéno-ferritique de type Z3 CND 22 05. Thèse de doctorat en sciences des matériaux, univ.Lille 1994.
- [9] **Naseem Issa Abdallah Haddad**. The development of microstructure in duplex stainless steel welds. These de doctorat, univ. Cambridge, 1989.
- [10] **M. Pohl**, O. Storz. **Sigma-phase in duplex-stainless steels**. Z. Metallkd. 95 vol7 (2004).
- [11] **Che Abdullah bin Hassan**, Transformation of ferrite in duplex stainless steel *University of Wollongong*, Master of Metallurgy (Hons.) thesis, Department of Metallurgy, University of Wollongong, <http://ro.uow.edu.au/theses/25911984>.
- [12] **Charles, J**. Super Duplex Stainless Steel: Structure and Properties. in 2nd. Duplex Stainless Steels. 1991.
- [13] **REDJAIMIA A**. *"Etude morphologique et structurale des produits de décomposition de la ferrite delta dans un acier inoxydable austéno-ferritique Fe-22Cr-5Ni-3Mo-0,03C"*, Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine (1991).
- [14] **J. O. Nilsson and A. Wilson**, Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of super duplex stainless steel SAF 2507. Materials Science and Technology Vol. 9 545 July 1993.

- [15] J-Y. Maetz, **Évolution de la microstructure d'un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement**, thèse doctorat Science des matériaux, INSA de Lyon 2014.
- [16] **Michael Pohl**, Oliver Storz, and Thomas Glogowski. Effect of intermetallic precipitation on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*, 58(1):65-71, 2007.
- [17] **Naseem Issa Abdallah Haddad**. The development of microstructure in duplex stainless steel welds. Thèse de doctorat, univ. Cambridge, 1989.
- [18] **Kerrouba Nabil**. Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures inoxydables duplex 2205. Thèse de magister, école polytechnique, Alger, 2005/2006.
- [19] **Frédéric PERDRISSET**. Influence de l'azote sur les mécanismes de fissuration en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable austéno-ferritique de type Z3 CND 22 05. Thèse de doctorat en sciences des matériaux, univ. Lille 1994.
- [20] **J. SEDRIKS**. Corrosion of Stainless Steels. John Wiley & sons, Inc. 1979.
- [21] **Alfred Akisanya**, Udoka Obi, and Neill C. Rentona. Effect of ageing on phase evolution and mechanical properties of a high tungsten super-duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 535(0) :281 – 289, 2012.
- [22] **A. F. Padilha** and P. R. Rios. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 42(4) :325–327, 2002.
- [23] **J.C. de Lacerda, L.C. Candido**, and L.B. Godefroid. Effect of volume fraction of phases and precipitates on the mechanical behavior of {UNS} {S31803} duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 74(0) :81 – 87, 2015.
- [24] **Christophe BAUMHAUER**, **Influence** du niobium sur la microstructure et les propriétés d'usage des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex), thèse de doctorat, université de Grenoble (2006).
- [25] **Nilsson, J-O**, Super duplex stainless steels, *Mater. Sci. and Tech.*, 8, 865-700, (1992).
- [26] **Nilsson, J-O.**, Chai, G., The physical metallurgy of duplex stainless steels, in *Porc. Duplex stainless steels*, 369-390, 2010.

ANNEXE 1

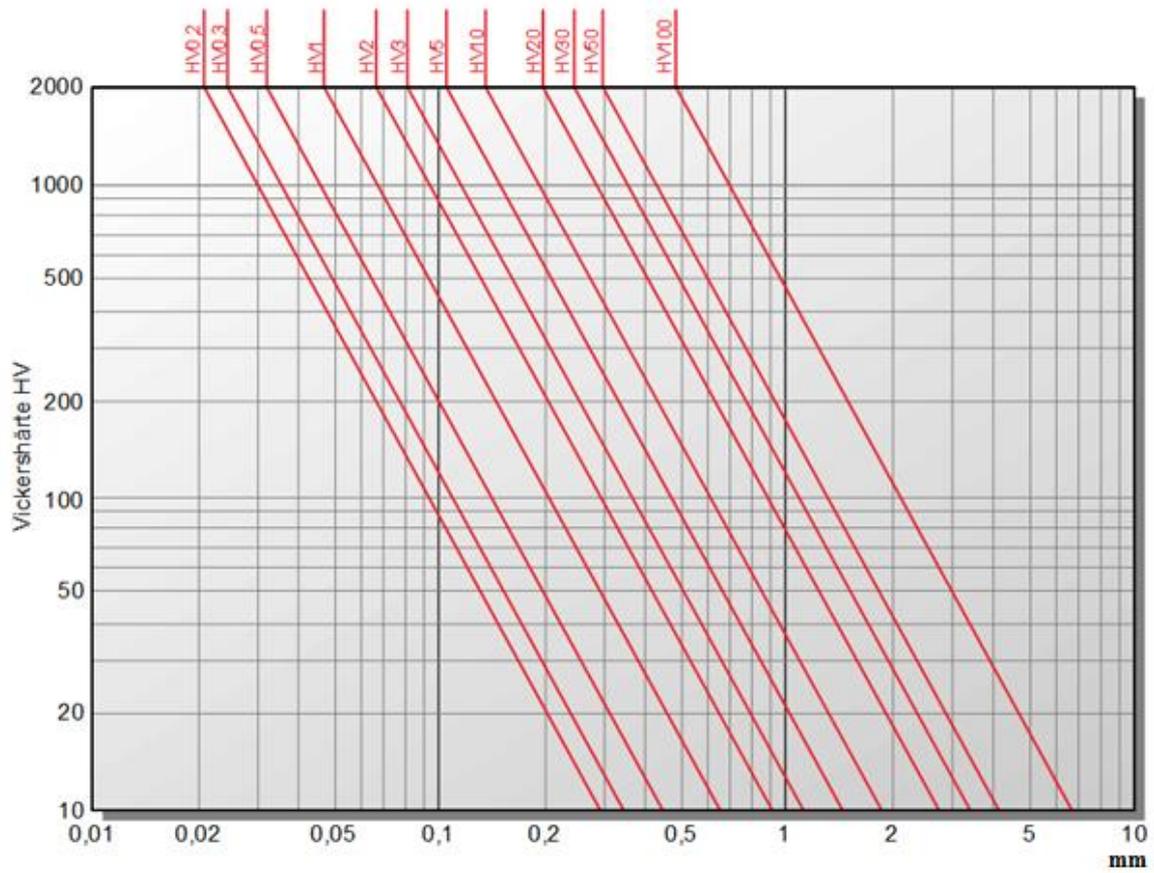
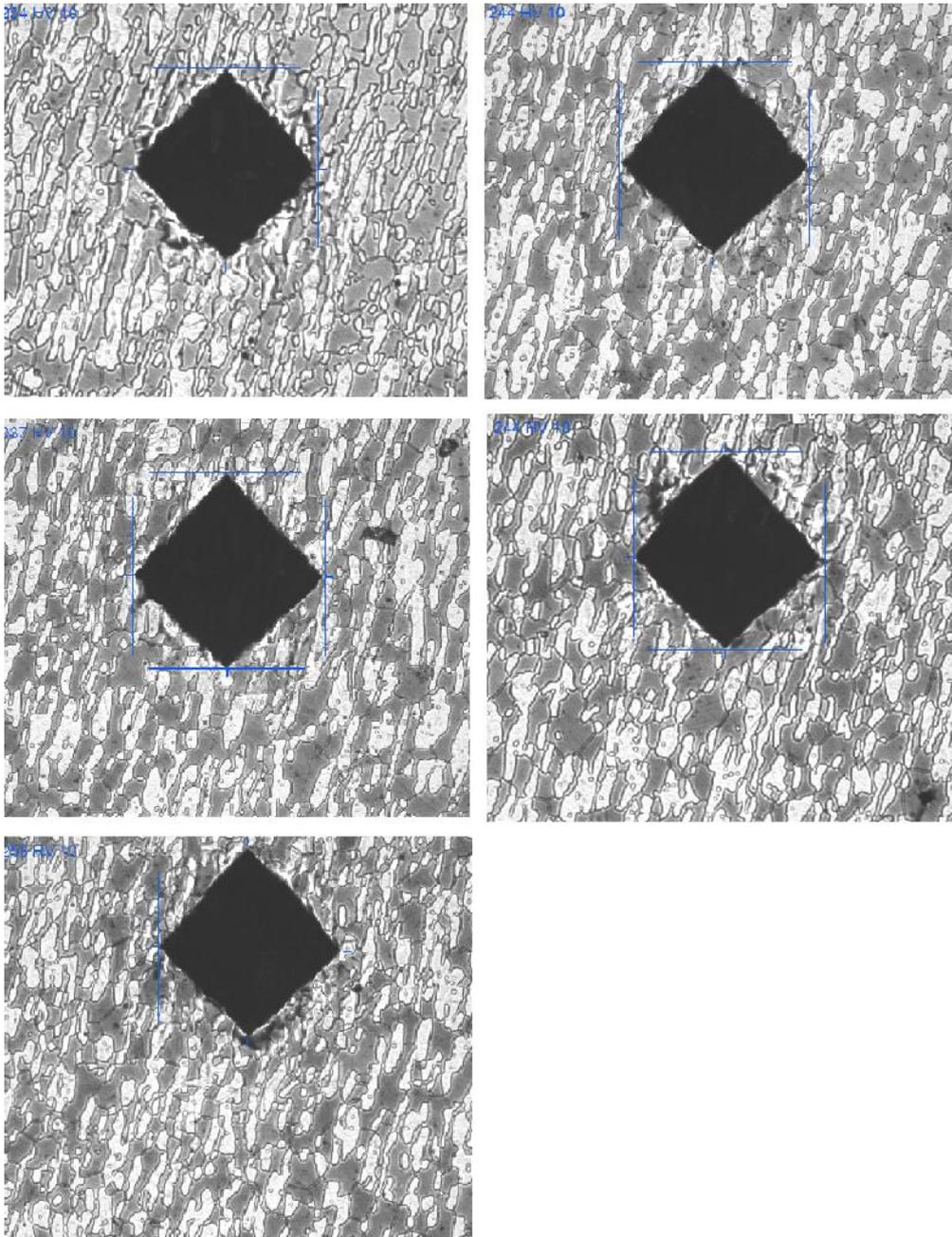
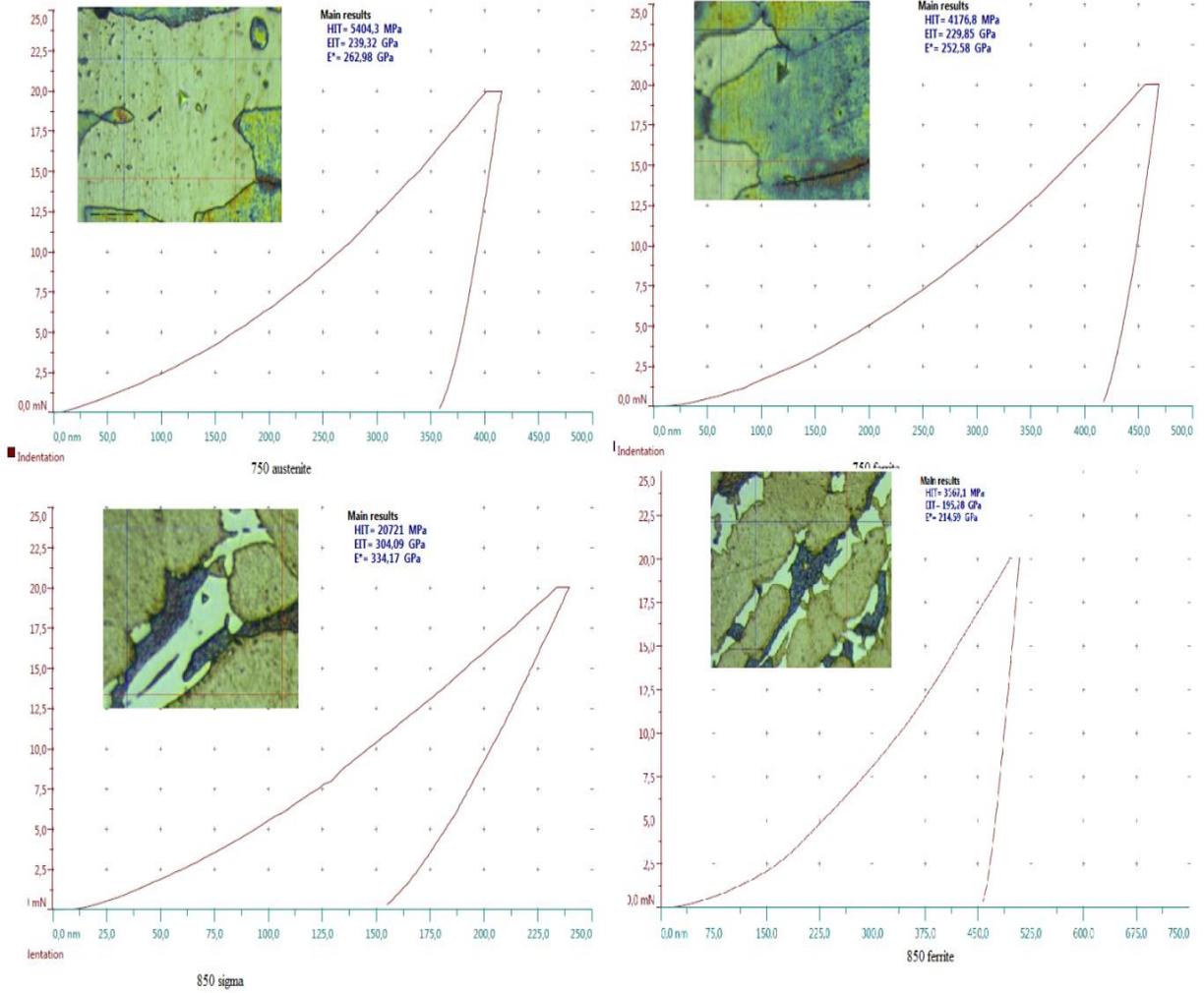


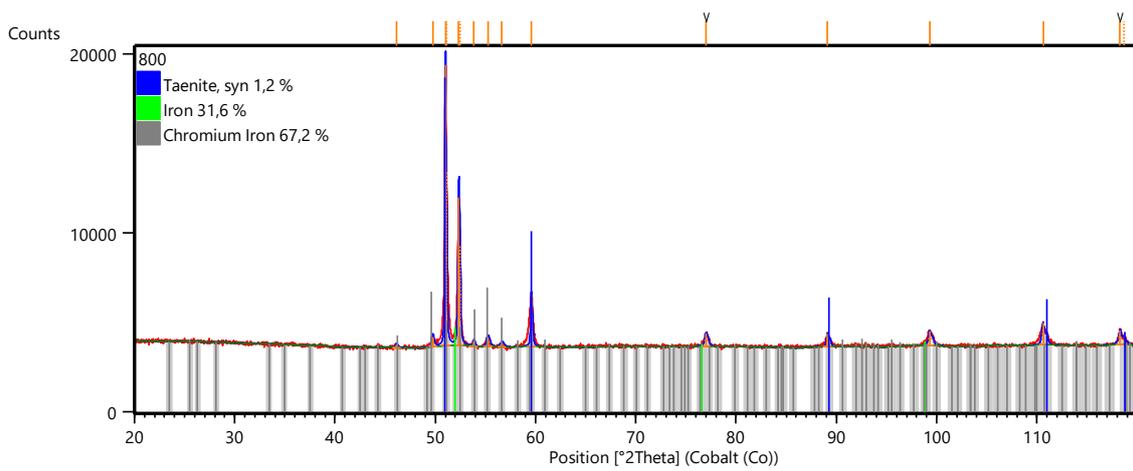
Figure A1 : Épaisseur minimum de l'échantillon (en mm) en fonction de la force d'essai et de la dureté dans la méthode Vickers



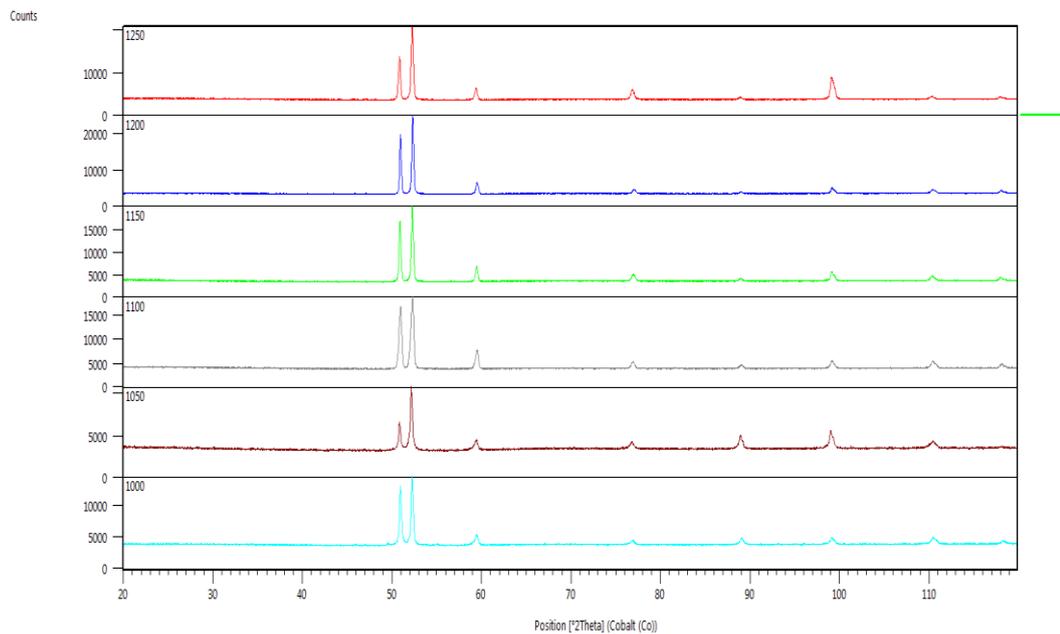
Empreintes de Microdureté pour l'échantillon non traité



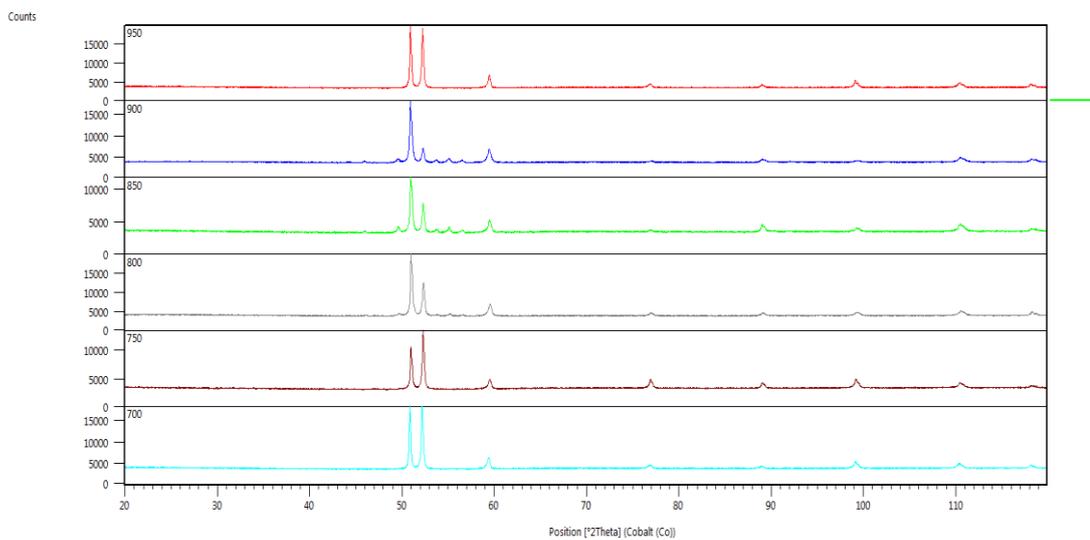
Exemples de nano indentations



Exemple d'indexation échantillon 800°C



Piques de diffractions de 1000 a 1250°C



Piques de diffraction de 700à 950°C