

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SAAD DAHLEB BLIDA
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE MECANIQUE

Mémoire présenté pour obtenir le diplôme de Master II en mécanique
Spécialité : Science des matériaux
Option : Traitement de surface

Thème :

*Caractérisation des phases
D'un acier inoxydable duplex 2205
Par ultrasons*

Par Melle : BRAZANE Sihem

Promoteur :

Docteur BADIDI BOUDA Ali..... Centre de recherche scientifique en
soudage et contrôle CSC Cheraga

Co-promotrice :

Mme HENNACHEUniversité SAAD DAHLEB BLIDA

Introduction Générale

Les aciers inoxydables présentent, suivant leur teneur en chrome, et les traitements métallurgiques subis, un large éventail de propriétés chimiques, physiques et mécaniques.

Les conditions de service dans certains environnements très agressifs conduisent souvent à préconiser des aciers inoxydables à forte teneur en chrome et en molybdène, éléments majeurs vis à vis de la résistance à la corrosion.

Les aciers duplex comme tous les aciers inoxydables, sont des alliages de fer, Chrome, Nickel et de Molybdène, à forte teneur en chrome et molybdène. Ils font partie d'une classe intermédiaire entre les aciers ferritiques et les aciers austénitiques.

Leurs remarquables propriétés d'emploi, alliant des caractéristiques mécaniques élevées, une résistance à la corrosion souvent exceptionnelles et leur intérêt économique – lié à leur faible teneur en nickel – les rend attractifs dans différentes industries (pétrolière, chimique, bâtiment....

La structure des aciers Duplex après mise en solution est biphasée Ferrite + austénite, avec un pourcentage de ferrite - adapté en vue de l'optimisation des propriétés mécaniques et de la résistance à la corrosion - compris entre 40 et 70% suivant les nuances

La composition chimique de ces aciers permet l'équilibre des phases tout en évitant la formation, aux températures élevées, de phases intermétallique indésirables qui ont un effet néfaste sur les propriétés mécaniques et chimiques.

Dans ce travail nous avons utilisé la méthode d'échographie par ultrasons pour caractériser un acier duplexe 2205. Cette technique utilise des ondes ultrasonores qui ont la faculté de se propager dans la plupart des matériaux sans les endommager, Cette propagation est reliées aux propriétés mécaniques des matériaux de ce fait elle reste une méthode non destructive adaptée à la caractérisation des microstructures à l'intérieur des aciers inoxydables objet de notre étude.

L'objectif de ce travail est de caractériser par ultrasons un acier duplexe (2205) ayant subi des traitements thermique à différentes températures de façon à obtenir des échantillons avec une structure ferrito-perlitiques avec différentes proportion de ferrite. La mesure de la vitesse de propagation et l'atténuation de des ultrasons, pour ces échantillons, sont comparés à leur dureté et leur microstructure.

L'étude comporte trois étapes :

- Le traitement thermique de l'acier 2205 afin d'obtenir des structure dont le taux de ferrite est différent en évitant la formation des phases intermétalliques (σ , χ ,...).
- La mesure des différents paramètres (la vitesse longitudinale et l'atténuation) des ondes ultrasonore qui sont employé pour caractériser la variation de la microstructure (différence de taux de ferrite en fonction du traitement thermique).
- La mesure de dureté HV.

Ce mémoire comporte cinq chapitres :

- ✓ Chapitre 1 : Les aciers inoxydables.
- ✓ Chapitre2 : Traitement thermique des aciers duplex
- ✓ Chapitre3 : Le contrôle par ultrasons
- ✓ Chapitre4 : Techniques expérimentales
- ✓ Chapitre5 : Résultats et Analyse
- ✓ Et une conclusion

Sommaire

Introduction générale	5
-----------------------------	---

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 01 : Les aciers inoxydables.

I. Introduction.....	7
II. Historique des aciers inoxydable	7
II.1.Système Fe-Cr et Fe-Cr-Ni	7
II.1.1.Les binaires Fe-Cr	7
II.1.2.Les binaires Fe-Ni	9
II.1.3.Les ternaires Fe-Cr-Ni.....	10
II.2.Les principales familles d'aciers inoxydables.....	11
II.2.1.Les aciers ferritiques.....	12
II.2.2.Les aciers martensitiques.....	12
II.2.3.Les aciers austénitiques.....	14
II.2.4.Les aciers austéno - ferritiques (Duplex).....	15
III.Les deux formes d'aciers inoxydables duplexe.....	17
III.1.Les aciers inoxydables duplex moulés.....	17
III.2.Les aciers inoxydables duplex laminés.....	18
IV.Propriété des aciers inoxydables austénoferritiques (Duplex).....	18
IV.I. Propriétés Mécaniques.....	18
IV.2.Résistance à la corrosion des aciers inoxydables duplex.....	19
IV.3.Influence des éléments d'addition sur les aciers duplex.....	20

Chapitre 2 : Traitement thermique des aciers duplex

II.1.Généralités sur les traitements thermiques des aciers.....	21
Les principaux traitements thermiques sont :	
II.1.1. Le recuit.....	21
II.1.2. La trempe.....	21
II.1.3.Le revenu.....	23
II.2.Traitement thermiques des aciers duplex	23

Chapitre 3 : Le contrôle par ultrasons

III.1. Généralités.....	28
-------------------------	----

III.1.1.ONDES ELASTIQUES.....	29
1. ONDES LONGITUDINALES	29
2. ONDES TRANSVERSALES	30
3. ONDES LATERALES	31
4. ONDES DE SURFACE.....	31
5. ONDES DE RAYLEIGH	31
III.1.2.GENERATION DES ULTRASONS	32
III.1.2.1 PALPEURS PIEZOELECTRIQUES.....	33
III.1.2.2.BANDE DE FRÉQUENCES.....	34
III.1.3.PROPRIÉTÉS DES ULTRASONS.....	36
III 1.3.1. Propagation	36
III 1.3.2. Vitesse.....	36
III 1.3.3. Transmission et réflexion	37
• Incidence normale	37
• Incidence oblique.....	38
III 1.3.4.Atténuation	38
III.1.4.Methodes de controle ultrasonore.....	41
III.1.4.1.Echographie ultrasonore.....	41
III.1.4.2.Methode par transmission.....	43

PARTIE EXPERIMENTATIONS

Chapitre 4 : Techniques expérimentales

IV.1.Objectif.....	44
IV.2.Usinage et composition chimique des échantillons.....	44
IV.3.Traitement thermique.....	45
IV.4.Métallographie et préparation métallographique.....	46
IV.4.1.Préparation des échantillons	46
IV.5.Caracterisation par ultrasons	48
IV.5.1.Dispositif du contrôle par ultrasons.....	49
IV.5.2.Calcul de la vitesse et de l'atténuation des ondes ultrasonores.....	50
IV.5.3.Mesure de la dureté.....	52

Chapitre 5 : Résultats et Analyse

V.1.Métallographie	53
V.2.Calcul du taux de ferrite.....	54
V.3.La dureté.....	56
V.4.La vitesse et l'atténuation	57
V.5.Analyse des résultats.....	62
Conclusion	63
Conclusion général	64
Références bibliographiques	66
Liste des figures	
Figure I.1 – Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome.....	8
Figure I.2 -Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850°C.....	9
Figure I.3 -Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-Ni à des températures inférieures à 1600 °C.....	9
Figure I.4 – Coupes du Diagramme fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ	10
Figure I.5 : Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de chrome et à bas carbone (C < 0,01 %).Influence de la teneur en nickel.....	11
Figure I.6 – Coupe pseudobinaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer.....	15
Figure I.7 : Principaux aciers inoxydables austénoferritiques dérivés de la nuance X2CrNiMoN22-5-3 (2205/S31803).....	16
Figure 1.8 :Microstructures des aciers inoxydables ferritique (a), martensitique (b), austénitique (c), et austéno-ferritique (d).....	17
Figure I.9 : Processus de fabrication de l'acier inoxydable duplex 2205 par laminage à chaud.....	18
Figure II.1 :Coupe pseudo binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer	24
Figure II.2 : Diagramme de précipitation isotherme (TTT) pour l'acier DUPLEX 2205.....	25
Figure II.3 : Influence de la température sur le taux de ferrite d'acier austénito-ferritique (N = 0,11 %).....	26

Figure III.1: Propagation des ondes longitudinales (a) et transversales (b).....	28
Figure III.2 : Types de palpeurs.....	33
Figure III.3 : bandes de fréquence.....	34
Figure III.4 : Propagation d'un faisceau émis par une source de dimensions finies.....	35
Figure III.5 : Intensité acoustique sur l'axe du faisceau en fonction de la distance à l'émetteur.....	35
Figure III.6 : schématisation du phénomène de transmission/réflexion.....	38
Figure III.7 : Incidence oblique.....	39
Figure III.8 : Décroissance exponentielle des échos en négligeant la diffraction.....	39
Figure III.9 : Diffusion par une hétérogénéité.....	40
Figure III.10 : Méthode de contrôle par échographie.....	40
Figure III.11 : Méthode de contrôle par transmission.....	43
Figure IV.1 : Schématisation de l'acier duplex.....	43
Figure IV.2 : Courbe de traitement thermique.....	45
Figure IV.3 : Dispositif pour attaque électrolytique.....	46
Figure IV.4 : Microstructure de l'acier duplex 2205 à l'état initiale (Avant traitement thermique).....	47
Figure IV.5 : Dispositif expérimental de caractérisation par ultrasons.....	48
Figure IV.6 : Oscillogramme.....	50
Figure V.1 : Microstructures des différents échantillons grossissement 200X.....	54
Figure V.2 : Image réelle et image numérisée.....	54
Figure V.3 : Coupe pseudo-binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel...55	55
Figure V.4 : Courbe $HV = fct(\text{taux de ferrite})$	56
Figure V.5 : Oscillogrammes des échantillons A,B,C,D et E.....	60
Figure V.6 : Courbe $V = fct(\text{taux de ferrite})$	57
Figure V.7 : Courbe $\alpha = fct(\text{taux de ferrite})$	62

I.Introduction :

La connaissance de la composition et du mode d'élaboration des aciers permet d'expliquer ses propriétés mécaniques qui dépendent notamment de la structure métallurgique, de la présence ou non de précipités et de la capacité de durcissement de l'acier.

Nous proposons ici quelques rappels bibliographiques sur les aciers inoxydables. Nous faisons une présentation générale de leurs compositions, leurs microstructures et leurs caractéristiques mécaniques. Nous présentons ensuite l'acier inoxydable duplex dont a fait l'objet cette étude.

II.Historique des aciers inoxydable :

Les aciers inoxydables sont des alliages fer-carbone de teneur massique en chrome supérieure à 12 %. Ils contiennent généralement peu de carbone, pour éviter les précipitations de carbures. Ils ont été découverts, dans les années 1890, par l'allemand Hans Goldschmidt qui développa les premières nuances d'aciers au chrome à bas carbone. Entre 1904 et 1909, divers chercheurs, notamment le français Léon Guillet, étudièrent et mirent aux point différents alliages Fe-Cr-Ni. En 1911, l'allemand Philip Monnartz, mit en évidence l'influence de la teneur en chrome des alliages vis-à-vis de leur résistance à la corrosion.[1]

II.1.Système Fe-Cr et Fe-Cr-Ni :

Les aciers inoxydables constituent un groupe d'acier fortement alliés qui doivent contenir au moins 10,5 % de chrome (selon la norme européenne EN 10088-1) qui assure la caractéristique d'inoxydable. Ils contiennent souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène. Cette teneur en chrome permet la formation d'une couche passive protectrice contre la corrosion.L'étude de ces aciers est basée sur les systèmes Fe-Cr, Fe-Cr-C et Fe-Cr-Ni, qui décrivent l'équilibre des phases dans ces alliages.

II.1.1.Les binaires Fe-Cr :

Le chrome est un élément alpha gène, il favorise l'existence du domaine ferritique comme le montre la présence de la boucle γ sur le diagramme Fe-Cr (fig.I.1). Cela est dû à

un phénomène classique d'isomorphisme, le chrome ayant une structure cubique centrée comme le fer α . [2]

Le détail de la boucle γ (figure I.1), montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation $\alpha \longrightarrow \gamma$ et inversement au refroidissement $\gamma \longrightarrow \alpha$. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine α existe. L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase α). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases α et γ coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\alpha+\gamma$.

Une transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure I.2). Il s'agit d'une **démixtion** de la phase α en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de **phase α'** . Elle se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice α . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage. [3]

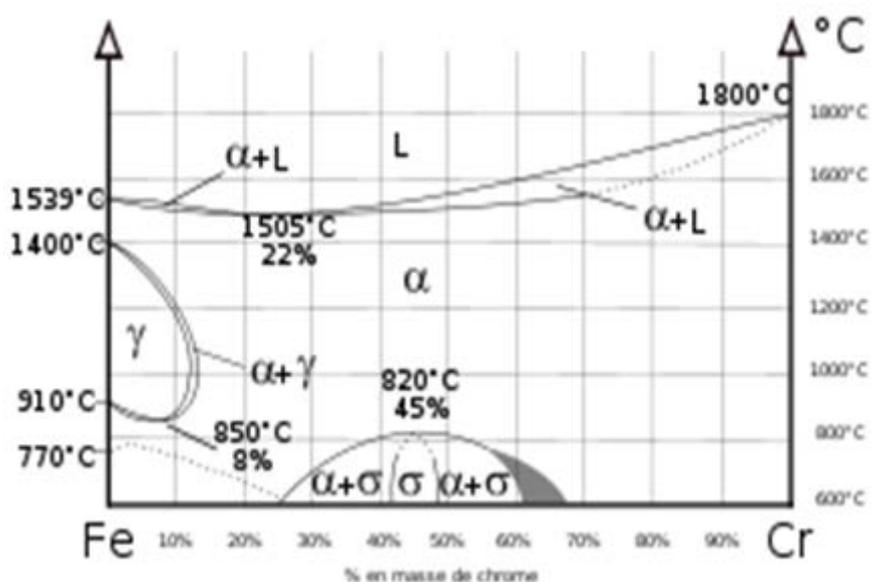


Figure I.1 – Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [4].

Le diagramme ci-dessus montre aussi la présence d'une autre phase appelée σ , qui se forme en général dans les alliages ayant des teneurs en Cr supérieures à 20 %.

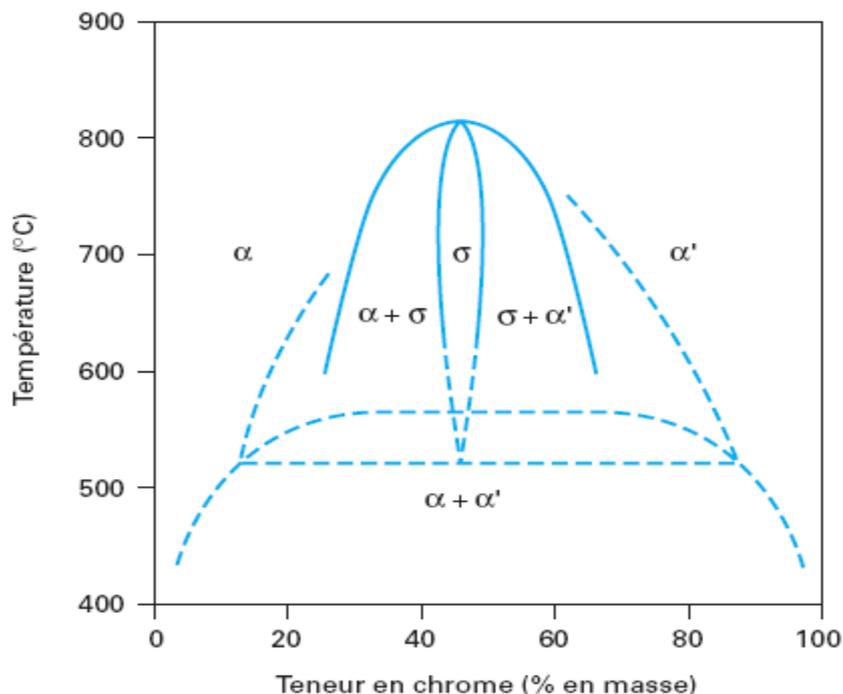


Figure I.2-Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C. [5]

II.1.2. Les binaires Fe-Ni :

Les éléments d'alliage tel que le Ni augmentent la stabilité de phase γ au point qu'au delà d'une certaine teneur, l'alliage puisse rester CFC quelle que soit la température.

Un tel élément est dit gammagène. Ces éléments augmentent la surface du domaine dans lequel la phase γ est stable (figure I.3).

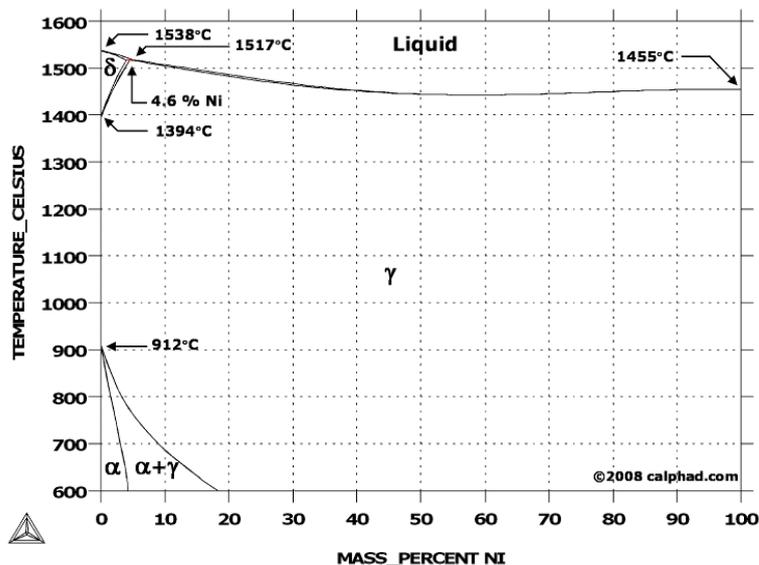


Figure I.3-Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-Ni à des températures inférieures à 1600 °C

Concrètement, l'addition de nickel augmente la taille de la boucle gamma.

II.1.3. Les ternaires Fe-Cr-Ni :

Le nickel étant γ -gène comme le carbone, élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr (**Figure I.4**). [6]

L'addition de nickel à des teneurs de quelques pourcent a pour effet de repousser la boucle γ vers les fortes teneurs en chrome. L'effet gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Le nickel augmente la capacité de trempe des aciers en abaissant la vitesse critique de refroidissement

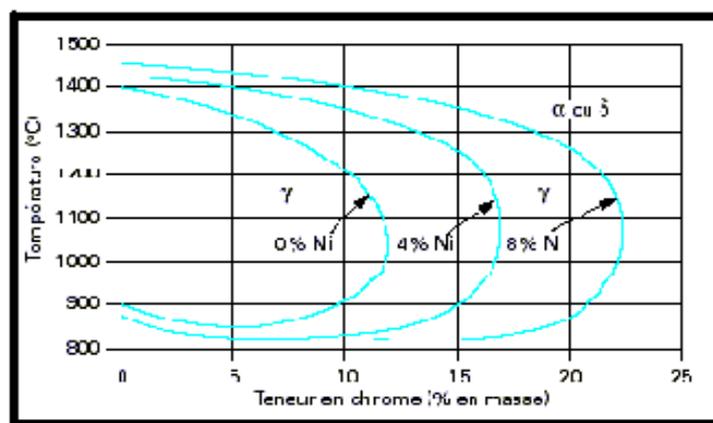


Figure I.4–Coupes du Diagramme fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ . [7]

Pour un alliage contenant 18 % de chrome (**figure I.5**), on montre que si la teneur en nickel reste inférieure à environ 2 %, la structure demeure ferritique dans tout l'intervalle de température. Au-delà d'une teneur en nickel de 2 %, on observe l'apparition d'une structure biphasée $\alpha + \gamma$ dite austénoferritique

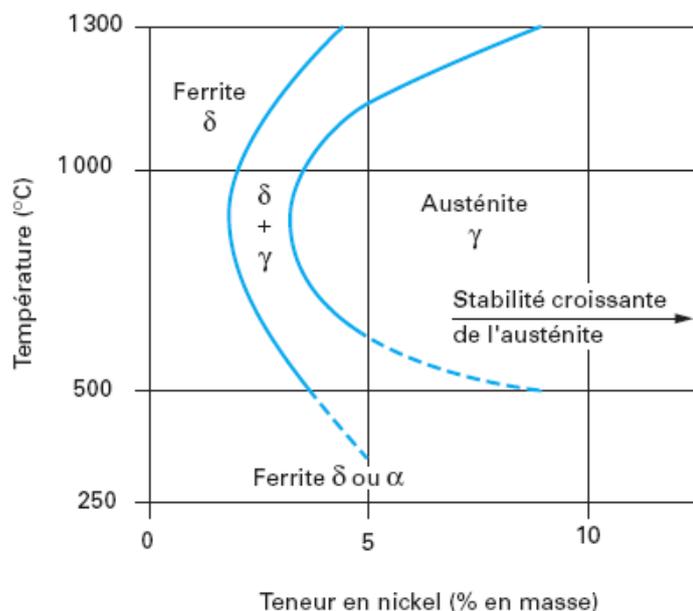


Figure I.5 : Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de chrome et à bas carbone ($C < 0,01$ %). Influence de la teneur en nickel

II.2. Les principales familles d'aciers inoxydables :

Les aciers inoxydables sont classés en 4 grandes familles en fonction de leur composition et de leur structure cristallographique. On distingue les aciers ferritiques, les aciers martensitiques, les aciers austénitiques et les aciers austéno-ferritiques. Le Tableau numéro 01 résume les principaux composants chimiques et les fourchettes de composition de ces différentes familles d'aciers inoxydables.[8]

Catégorie d'acier	Composition (% pds)				
	C	Cr	Ni	Mo	Autres
Ferritique	< 0.1	13 - 30	0 - 5	< 5	Ti
Martensitique	0,05 - 1.2	12 - 18	< 7	-	-
Austénitique	< 0,2	16 - 35	7 - 26	< 6	N, Cu, Ti
Austéno-ferritique	< 0,05	18 - 27	4 - 7	< 4	N (<0.3)

Tableau 01 : Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables [9]

II.2.1. Les aciers ferritiques :

Les aciers inoxydables ferritiques : Ce sont des alliages à base Fe-Cr ne subissant pas de transformation austénitique ; l'équilibre entre les éléments alphagènes (principalement le chrome) et gammagènes (C, N et Ni) doit être tel que l'alliage soit à toute température à l'extérieur de la boucle γ du diagramme Fe-Cr. (**Figure I.2**)[10]

Les nuances ferritiques sont caractérisées par : [11]

- L'absence de points de transformation, ce qui les rend susceptibles d'être fragilisés par grossissement de grain lors d'un maintien prolongé à haute température (le grossissement des grains provoque une dégradation et fragilisation de ces aciers). Cette fragilisation se traduit par une dégradation de la ductilité et de la tenacité de ces aciers.
- La précipitation intergranulaire rapide des carbures de chrome, due à la facilité de diffusion des éléments interstitiels dans la structure ferritique, cette précipitation est responsable de la sensibilisation à la corrosion intergranulaire de ces aciers.

Il existe deux familles dits ferritiques pour deux niveaux de chrome ; le premier à basse teneur en chrome ($C < 0.08$; $11.5\% \leq Cr \leq 13.5\%$) est bas de gamme en corrosion ; le deuxième ($C < 0.10$; $16\% \leq Cr \leq 18\%$ ou $C+N < 0.105$; $18\% \leq Cr \leq 30\%$) est considéré haut de gamme.[1]

Dans tous les cas ces nuances peuvent contenir des additions de molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion, du titane ou de l'aluminium pour augmenter le caractère alphagène.[4]

II.2.2. Les aciers martensitiques :

Les aciers pouvant être le siège d'une austénitisation à haute température puis d'une transformation martensitique, au refroidissement, font partie de la famille des aciers inoxydables martensitiques. La teneur en chrome des alliages de cette famille est comprise entre 12 et 17%. La teneur en carbone peut aller jusqu'à 1 % environ. [9]

Une des propriétés importantes des aciers inoxydables martensitiques est d'allier à une bonne résistance à la corrosion (due essentiellement au chrome) des caractéristiques mécaniques élevées. Ceci s'explique par la structure martensitique obtenue par refroidissement suffisamment rapide de l'austénite. [9]

Pour obtenir une structure martensitique, il faut nécessairement, au contraire des aciers ferritiques, entrer dans la boucle γ pour tremper la structure austénitique. Par conséquent, la teneur en carbone doit être d'autant plus forte que la concentration en chrome est élevée. Cela explique les trois premières familles de nuances martensitiques.

Les teneurs en chrome augmentant, le premier ($C = 0.15\%$; $11.5\% \leq Cr \leq 13.5\%$), est considéré comme bas de gamme en corrosion, le deuxième ($0.2\% \leq C \leq 0.4\%$; $11.5\% \leq Cr \leq 13.5\%$ ou $0.6\% \leq C \leq 1.2\%$; $16\% \leq Cr \leq 18\%$), a une résistance moyenne, le troisième ($C < 0.10\%$; $2\% \leq Ni \leq 4\%$; $11.5\% \leq Cr \leq 13.5\%$), est haut de gamme. Les martensites des aciers sont d'autant plus dures que leur teneur en carbone est élevée. Par suite, le premier groupe évoqué sera relativement peu fragile, facile à mettre en œuvre, à souder ou à mouler par exemple ; le deuxième sera beaucoup difficile à utiliser car plus fragile (soudage délicat avec pré et post-chauffage) ; quant au dernier, très fragile, il est très difficile à mettre en œuvre et en particulier impossible à souder. [3]

On note une teneur en chrome élevée, des concentrations en carbone basses. Une addition de nickel remplace l'effet gammagène du carbone et agrandit la boucle γ . [3]

Outre le Cr et le C, les aciers martensitiques comportent aussi principalement du molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion et la trempabilité, et du nickel pour améliorer la ténacité.[10]

Les teneurs en éléments d'addition varient, dans les aciers martensitiques usuels, entre les limites suivantes : [10]

Cr: 12 à 18% C : 0.05 à 1.2%.

Ni : jusqu'à 7% Mo : jusqu'à 3%.

Comme dans les autres nuances, les éléments d'alliages tels que Mo, Ni, Ti, Nb, etc... et la teneur en carbone permettent de diversifier les applications (construction mécanique,

outillage, coutellerie, usages à chaud...), en offrant des propriétés différentes. Le cuivre est ajouté en petites quantités pour améliorer la résistance à la corrosion. [9]

II.2.3. Les aciers austénitiques :

Les aciers inoxydables austénitiques du type Fe-Cr-Ni représentent encore 80 % du marché mondial dû au fait que leur structure cristallographique de type cubique à faces centrées leur confère une ductilité et une ténacité exceptionnelles depuis les températures cryogéniques jusqu'à plusieurs centaines de degrés Celsius.

A ces propriétés intrinsèques, il faut ajouter une excellente soudabilité opératoire et métallurgique, ce qui facilite la mise en oeuvre.

En dehors du chrome le nickel constitue le plus important des éléments d'alliage des aciers austénitiques inoxydables. Contrairement au chrome, le nickel élargit fortement le domaine austénitique (**Figure I.3**). L'effet stabilisateur du Ni est plus intense encore dans les aciers au Cr que dans les alliages purs de fer, de telle sorte qu'il suffit déjà de 8% de Ni pour élargir jusqu'à la température ambiante de 20 °C le domaine austénitique. [10]

Les nuances austénitiques les plus connues sont couramment appelées 18-8 et 18-10 d'après les pourcentages en chrome et en nickel. [8] Les aciers austénitiques étant chargés en éléments d'alliage, les courbes TRC sont fortement déplacées vers les temps longs. Les vitesses critiques de trempe sont donc très faibles [3]. De ce fait, de tels aciers sont exempts de transformation (et par conséquent non durcissables par traitement thermique), même pour des refroidissements naturels seule peut se produire la transformation martensitique [10].

La température M_s est très inférieure à l'ambiante. Par conséquent, par refroidissement depuis 1050-1100 °C (hypertrempe), aucune transformation n'est possible ; la phase austénitique γ sera donc maintenue métastable à l'ambiante. La transformation martensitique se produit à basse température, en dessous de M_s . L'augmentation des éléments d'alliage, tel que le nickel, abaisse la température M_s . [3]

Ces aciers peuvent seulement être durcis par écrouissage. Comme les aciers ferritiques, ils sont sensibles au grossissement de grains lors d'un maintien prolongé à haute température, mais grâce à leur structure cfc ils restent ductiles. [3,10]

Pour éviter la sensibilisation des aciers inoxydables austénitiques à la corrosion intergranulaire, la teneur en carbone de ces alliages est abaissée ou des éléments carburigènes comme le titane ou le niobium sont ajoutés à la composition de base. [10]

II.2.4. Les aciers austéno - ferritiques (Duplex) :

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont été découverts par hasard, à cause d'une erreur dans la teneur en chrome d'un acier normalement austénitique. Lorsqu'on augmente la teneur en chrome ($18 < \%Cr < 28$) et que l'on diminue la teneur en nickel ($6 < \%Ni < 9$)[4], on peut obtenir des aciers à structure mixte à haute température, (1050-1150°C), composés de ferrite et d'austénite, qui est maintenue métastable à la température ambiante par un traitement thermique approprié. Exemple, la coupe pseudo binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer (**figure I.6**) un alliage contenant environ 25 % de chrome et 5 % de nickel est constitué de α et γ à haute température.

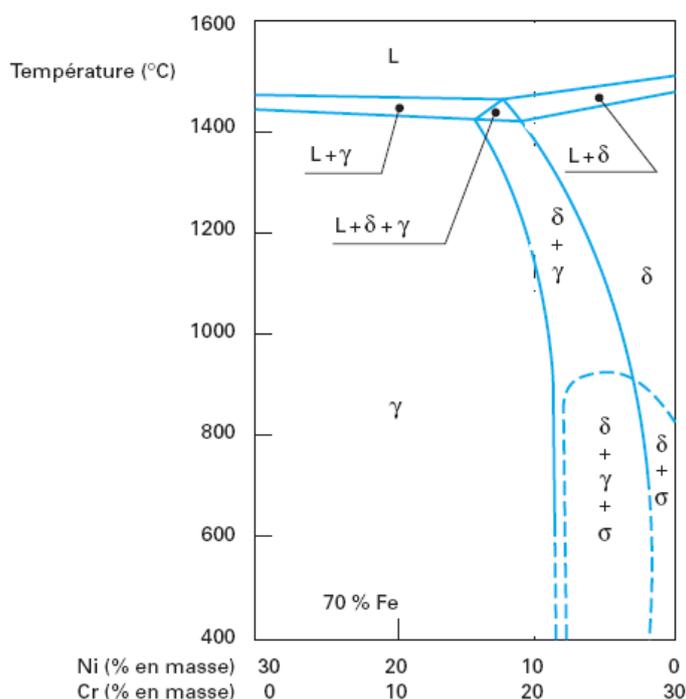


Figure I.6 – Coupe pseudobinaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer.

Pour améliorer leur résistance à la corrosion, on ajoute fréquemment du molybdène ce qui conduit, corrélativement, à baisser la teneur en chrome à un niveau de l'ordre de 22 %. L'alliage le plus représentatif est désigné par X2CrNiMoN22-5-3/1.4462. Il représente l'un des meilleurs compromis entre l'obtention d'une bonne résistance aux corrosions intergranulaires, sous contrainte et par piqûres et une limite d'élasticité élevée. Les principales nuances commercialisées sont données à la **figure I.7**.

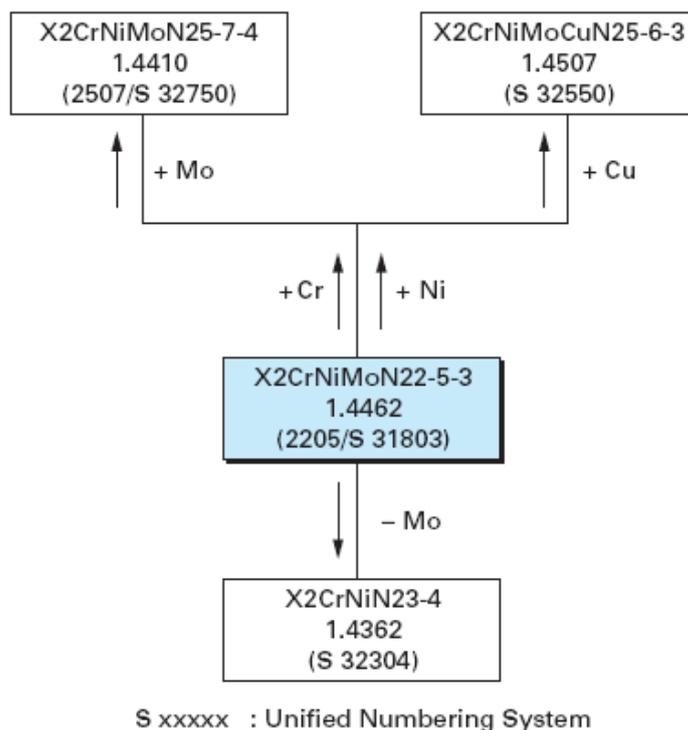


Figure I.7 : Principaux aciers inoxydables austéno-ferritiques dérivés de la nuance X2CrNiMoN22-5-3 (2205/S31803)

Les aciers austéno-ferritiques ont une teneur en ferrite généralement comprise entre 30 et 60%, mais elles sont en général proches de 50%. Les fractions volumiques de ces phases dépendent de la composition chimique et du traitement thermique subi par l'alliage. [11]

La structure finale se compose donc d'îlots d'austénite dans une matrice ferritique. Chacune des phases est polycristalline.

Duplex est le nom anglais des aciers austéno-ferritiques. Cependant, en France, on désigne souvent par duplex les aciers inoxydables dont la microstructure est composée de 50% de ferrite et de 50% d'austénite. Ces teneurs leur confèrent des propriétés particulières.[4]

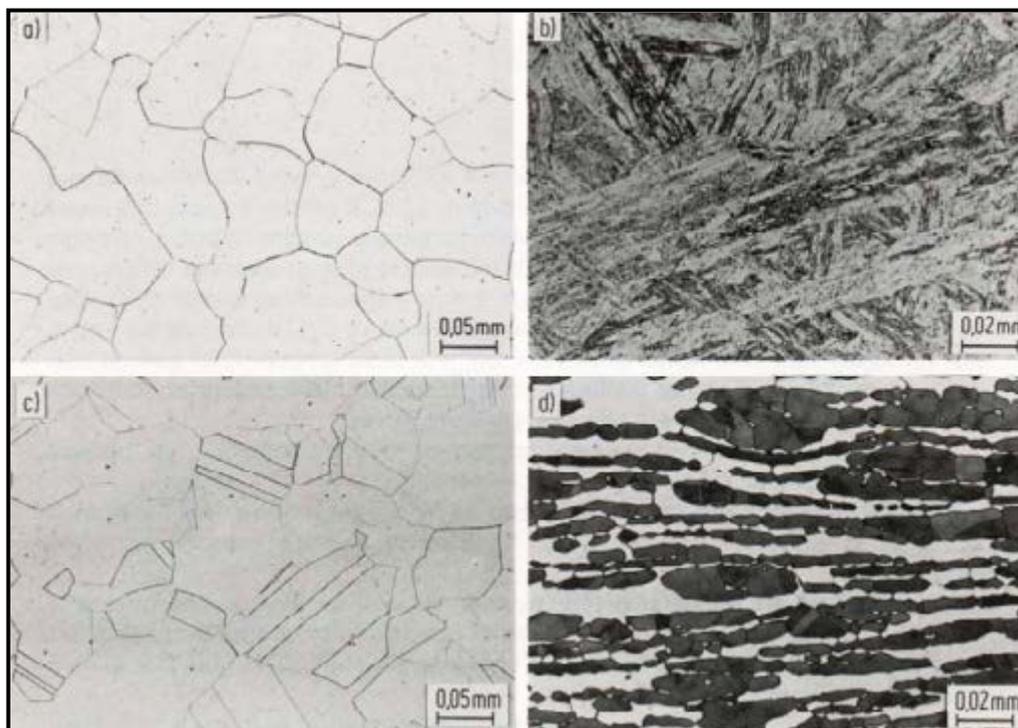


Figure 1.8 :Microstructures des aciers inoxydables ferritique (a), martensitique (b), austénitique (c), et austéno-ferritique (d) [12].

III- Les deux formes d'aciers inoxydables duplexe :

Dans la pratique, les aciers inoxydables duplex existent sous plusieurs formes, entre autres :

- ✓ Les aciers inoxydables duplex moulés.
- ✓ Les aciers inoxydables laminés.

III.1.Les aciers inoxydables duplex moulés :

Dans ces aciers la proportion de ferrite est minoritaire: elle excède rarement 30%. Après moulage, ils subissent un traitement thermique d'homogénéisation aux environs de 1100°C pendant plusieurs heures, puis une trempe à l'eau [7].

III.2. Les aciers inoxydables duplex laminés :

Le processus de fabrication de ces aciers suit les étapes de moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de ce processus de fabrication sont présentées à la figure I.9. On note que l'acier est parfois de nouveau laminé à froid.

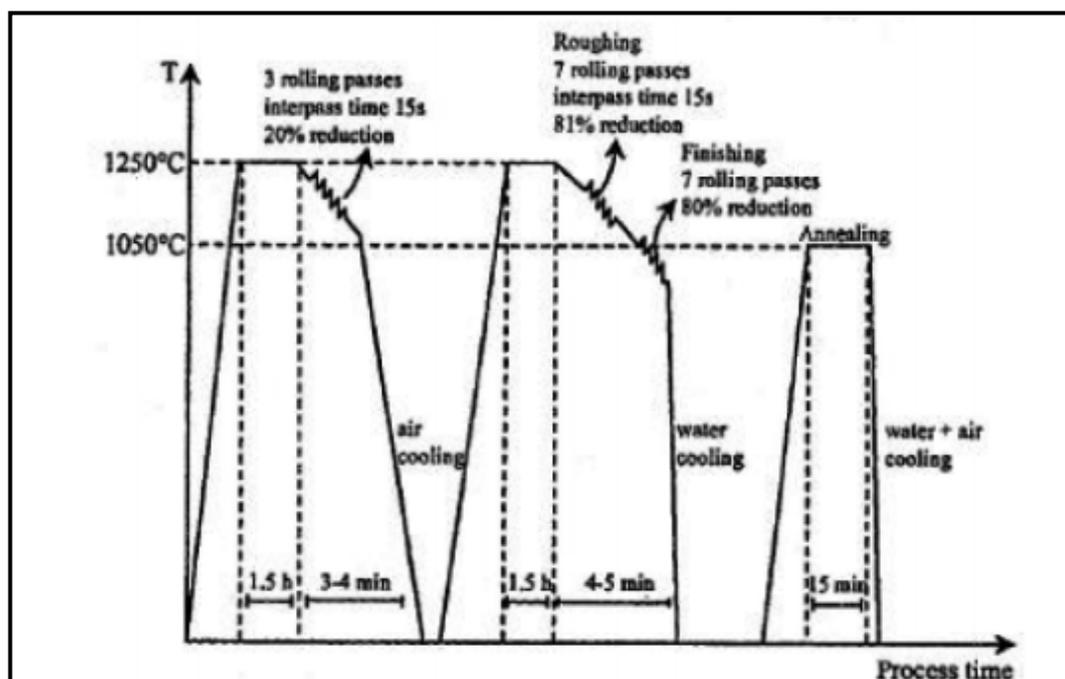


Figure I.9 : Processus de fabrication de l'acier inoxydable duplex 2205 par laminage à chaud [7]

IV. Propriétés des aciers inoxydables austénoferritiques (Duplex) :

Les aciers austéno-ferritiques allient de bonnes propriétés mécaniques et une résistance à la corrosion accrue tout en limitant la teneur en éléments d'alliage et ce qui en fait des nuances économiques. [11]

IV-1. Propriétés Mécaniques :

Les propriétés des aciers duplex sont dues, pour la plupart, à la structure biphasée de l'alliage. Ils combinent favorablement les propriétés mécaniques et de corrosion des aciers austénitiques et ferritiques. [13]

Ils sont caractérisés par :

- Une limite d'élasticité élevée (environ le double de celles des aciers inoxydables

austénitiques) combinée à une bonne ductilité. Cette propriété est due à 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 ductilité et tenacité.

➤ La comparaison des propriétés mécaniques entre les différentes familles d'aciers inoxydables montre que le meilleur compromis résistance à la traction - résilience est obtenu sur les aciers duplex (**tableau 02**). [14]

structure	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (N/mm ²)	Résistance à la rupture R_m (N/mm ²)	Allongement A la rupture A (%)
Ferritique	370	500	26
Austénoferritique...	620	840	30
Austénitique.....	270	620	56

Tableau 02 : Caractéristiques mécaniques comparées des aciers inoxydables

IV.2.Résistance à la corrosion des aciers inoxydables duplex :

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont des propriétés mécaniques appréciables, mais la résistance à la corrosion est la principale raison de l'utilisation de ces aciers : le comportement à la corrosion de ces aciers est comparable ou supérieur à celui des aciers inoxydables austénitiques ayant les mêmes teneur en chrome et molybdène.

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques, comme pour les autres types d'aciers inoxydables, est due à l'existence d'une couche passive superficielle dont les propriétés sont déterminées principalement par la composition du métal. Les propriétés de résistance à la corrosion de cette couche passive sont dues à une teneur élevée en chrome, aidée d'une importante contribution des autres éléments chimiques comme le nickel, le molybdène, le cuivre, l'azote et le silicium.

Les couches superficielles sont plus épaisses sur la phase ferritique que sur celle de l'austénite, mais cela ne signifie pas que la ferrite soit plus résistante à la corrosion généralisée que l'austénite ; c'est en effet le contraire qui est observé sur les courbes intensité-potential, où il est montré que l'austénite est moins attaquée en raison de sa plus forte teneur en nickel.

Les autres éléments, répartis différemment entre l'austénite et la ferrite influencent également la résistance à la corrosion : le molybdène se concentre dans la ferrite et améliore considérablement cette résistance ; le cuivre et l'azote se concentreraient dans l'austénite, quicontient déjà beaucoup de nickel.[14]

IV.3.Influence des éléments d'addition sur les aciers duplex:

Les principaux éléments d'alliage ont une influence sur les propriétés mécaniques,physiques et de corrosion des aciers inoxydables duplex [15].

- Le Chrome : La résistance à la corrosion atmosphérique augmente avec la teneur en chrome. Cet élément qui est alpha gène .des teneurs en chrome élevées nécessitent des quantités accrues de Ni pour former une structure austénitique ou austénoferritique.
- Le Molybdène : le molybdène est alpha gène, il augmente la tendance des aciers inoxydables à former des phases intermétalliques nocives, ces pourquoi on limite habituellement sa teneur dans les aciers duplex.
- Le Nickel : le Ni est un élément stabilisateur de l'austénite ; les aciers duplex ont une teneur faible ou moyenne 1.5% à 7%, l'addition du Ni retarde la formation des phases intermétalliques dans les aciers austénitiques mais beaucoup moins efficace que l'Azote dans sa capacité à retarder leur formation dans les aciers duplex.
- L'Azote : l'Azote augmente la résistance à la corrosion par piqures et à la corrosion caverneuse des aciers inoxydables austénitiques et duplex.il augmente également notablement leur résistance mécanique.de fait, il constitue l'élément le plus efficace pour durcir la solution solide et ce, à faible cout. L'Azote est un élément gamma gène, il retarde suffisamment la formation des phases intermétalliques dans les aciers duplex.

II.1.Généralités sur les traitements thermiques des aciers :

Le traitement thermique d'une pièce consiste à lui faire subir des transformations de structure grâce à des cycles prédéterminés de chauffage et de refroidissement afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques : dureté, ductilité, limite d'élasticité, ... Les traitements thermiques jouent également un rôle important dans le domaine de la tribologie.

Les techniques de traitements thermiques sont variées. Elles consistent en une succession de chauffages et de refroidissements, dont les cycles et les températures sont contrôlés avec précision.

Les principaux traitements thermiques sont :

II.1.1. Le recuit :

Il se pratique avec un chauffage, un maintien en température et un refroidissement suffisamment lent, pour éviter la formation de constituants de trempe. Il sert à mettre le matériau dans un état proche de l'équilibre thermodynamique.

II.1.2. La trempe :

Elle consiste en un chauffage et un maintien à une température appropriée, suivi d'un refroidissement suffisamment rapide pour laisser subsister une structure qui n'existe normalement pas à l'équilibre à la température ambiante. Dans le cas des aciers, le refroidissement rapide provoque la transformation plus ou moins totale de l'austénite en martensite et éventuellement en bainite.

La trempe est un refroidissement brutal de la pièce en vue d'augmenter sa résistance mécanique. Elle permet d'obtenir une structure totalement ou partiellement martensitique.

La proportion entre ces deux structures permettra d'obtenir une dureté de la pièce différente.

Le refroidissement normal de la pièce laisse cette structure cristalline se modifier. Le refroidissement s'effectue dans de l'eau (refroidissement violent), dans l'air (refroidissement lent), ou dans de l'huile (refroidissement moyen). Des essais sont nécessaires pour définir la température de trempe.

La trempe des aciers comporte un chauffage jusqu'au-delà de la température d'austénitisation (850° - 950°), un maintien à cette température pendant un temps déterminé et

un refroidissement (à l'eau, à l'huile ou gaz) à une vitesse déterminée. Dans ce procédé intervient la mise en solution de précipités qui ont, de manière générale, des dimensions trop importantes pour obtenir finalement un durcissement optimal.

C'est ici que le procédé d'austénitisation joue son rôle principal. Cette température doit être choisie de manière à assurer une bonne répartition des éléments d'alliage, ce qui assure un durcissement homogène.

Ce traitement de trempe transforme l'austénite en martensite, qui présente une dureté proportionnelle à la teneur en carbone. De même, en fonction de la teneur en carbone du matériau, d'autres éléments peuvent apparaître, comme la bainite. En même temps, ce durcissement provoque aussi des effets indésirables comme par exemple une augmentation de la fragilité du matériau (résilience). C'est pour cette raison que souvent, après la trempe, on applique d'autres traitements thermiques, comme le revenu.

De nombreuses variables influencent la qualité et les propriétés mécaniques de l'acier trempé et elles sont toutes importantes à maîtriser :

- la température de trempe
- le temps de trempe
- le taux de refroidissement
- la composition chimique du matériau

Dans le cas des aciers, le but est d'éviter la précipitation de certains composés et ainsi augmenter la dureté du matériau. Pour d'autres métaux, la trempe peut avoir l'effet inverse, par exemple avec certains alliages d'aluminium ou aciers inoxydables.

Problèmes liés à la trempe :

De plus, au cours de la trempe il apparaît certains problèmes qu'on doit éviter ou contrôler selon la qualité du produit final à obtenir. Au cours du chauffage la température n'est pas homogène dans la pièce (plus chaude sur la peau et plus froide au cœur). Ce gradient de température provoque des contraintes internes qui peuvent entraîner des déformations élastiques voire plastiques.

Pendant le refroidissement il existe aussi un gradient de température, mais de sens contraire. La transformation allotropique dont nous avons parlé ci-dessus (fer γ => fer α) implique aussi une déformation. À ce moment on assiste à une contraction volumique

importante. On doit prêter beaucoup d'attention à ce point parce que comme la déformation est importante, elle peut provoquer des fissures en surface de la pièce .

Un autre type de problèmes possibles lors de la réalisation d'une trempe sont les réactions avec l'atmosphère. Si on met l'acier en contact avec l'air, il peut y avoir décarburation et formation de calamine. L'acier peut être exposé à ces conditions non seulement pendant le chauffage mais aussi pendant le refroidissement (l'air libre est aussi un milieu de trempe).

II.1.3.Le revenu :

Le revenu est un Traitement thermique effectué sur les pièces métalliques afin de leurs donner leurs caractéristiques mécaniques. Ce traitement est effectué après la trempe.

Le revenu s'effectue en deux étapes :

- Réchauffage de la pièce jusqu'à une certaine couleur (jaune paille pour les aciers) ou revenu.
- Refroidissement définitif

Il existe deux types de revenus :

*revenu de durcissement (ou durcissement structural) : qui provoque la précipitation des éléments carburigènes pendant le maintien en température.

*revenu de détente qui favorise la relaxation des contraintes dues à la sursaturation en carbone de fer.

II.2.Traitement thermiques des aciers duplex [2] :

II.2.1.Transformation structurales au-dessus de 1050 °C :

Le traitement de qualité typique est un traitement d'hypertrempe. Il vise l'obtention d'un mélange d'austénite et de ferrite sans phase intermétallique et sans précipitation, source de corrosion inter granulaire.

Si l'on se réfère à la coupe pseudo-binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer (**figure II.1**), un alliage contenant environ 25 % de chrome et 5 % de nickel aura à la température ambiante, et après avoir subi un traitement thermique d'hypertrempe, une structure formée de ferrite et d'austénite est obtenue.

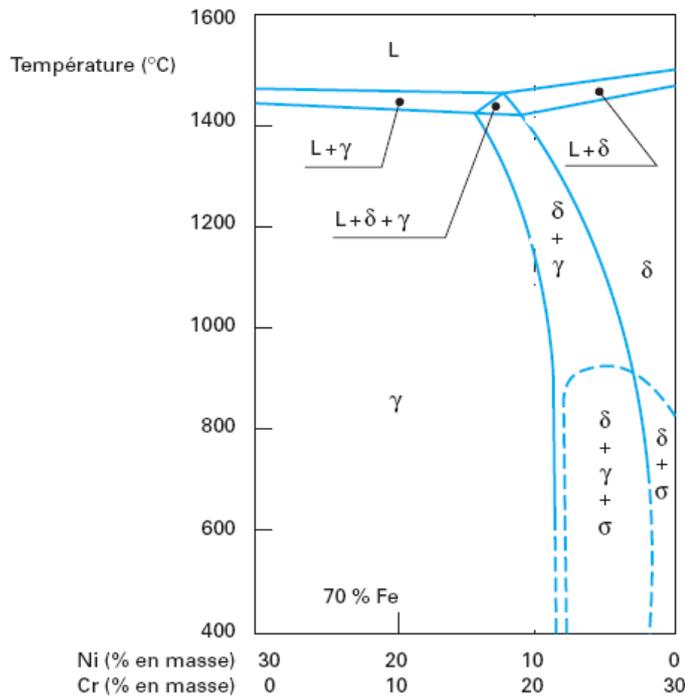


Figure II.1 : Coupe pseudo binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel à 70 % de fer

Le traitement d'hypertrempe qui consiste en un maintien à haute température (de 1000 à 1150 °C) suivi d'un refroidissement rapide pratiqué sur les nuances inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques qui a pour but d'obtenir à l'ambiante une phase austénitique homogène ou tous les éléments, en particulier le carbone et l'azote, se trouvent en solution solide, peut aussi être classé dans les traitements d'homogénéisation.

Dans ce cas, le but est d'obtenir un métal dans lequel les éléments interstitiels (carbone et azote) ont été remis en solution, et exempt de phases intermétalliques du type sigma, phases de Laves, phase χ , etc. Ce but sera atteint si une température minimale est atteinte en tout point de la pièce (et donc en particulier au point le plus froid) lors du traitement : la température minimale sera comprise entre 1 000°C et 1150 °C et sera choisie dans la partie haute de cette fourchette pour les nuances contenant du molybdène (**Figure II.1**).

Le temps global de maintien en température de la pièce sera déduit de cet impératif, soit empiriquement, soit par calcul thermique préalable (formules analytiques, simulation numérique).

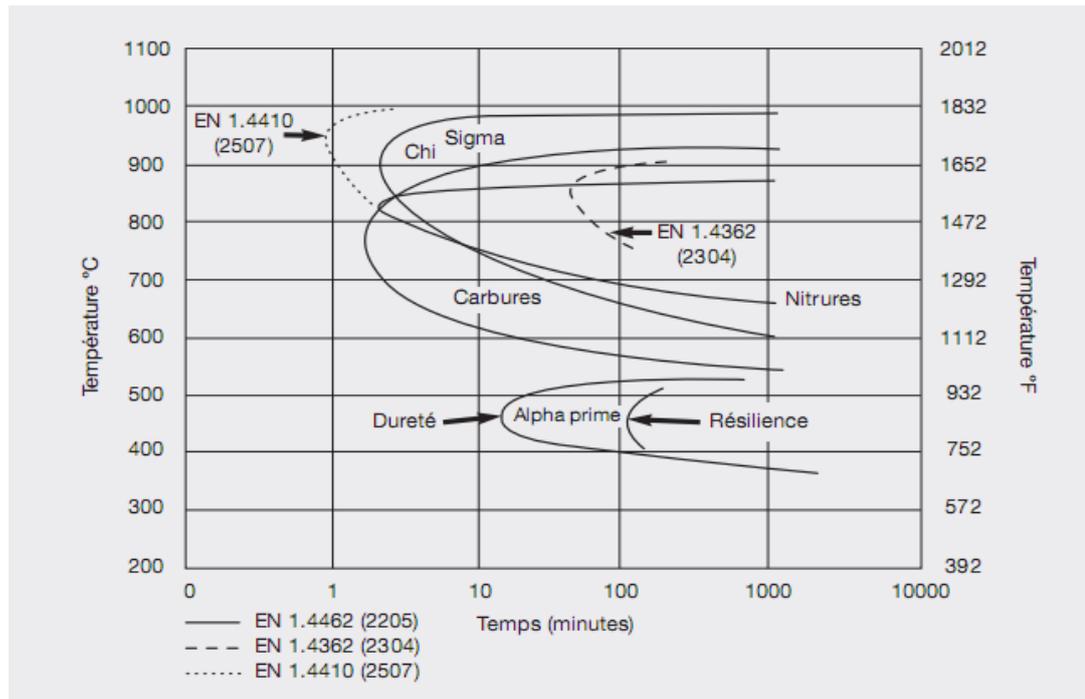


Figure II.2 : Diagramme de précipitation isotherme (TTT) pour l'acier DUPLEX2205

L'équilibre des phases ferrite/austénite dans la microstructure peut être prédit au moyen d'une régression linéaire multi variable comme suit :

$$[\text{Creq}] = \%[\text{Cr}] + 0,88\% [\text{Mo}] + 1,73 [\text{Si}]$$

$$[\text{Nieq}] = \%[\text{Ni}] + 24,55\% [\text{C}] + 21,75\% [\text{N}] + 0,4 [\text{Cu}]$$

$$\% \text{ferrite} = -20,93 + 4,01 \text{Creq} - 5,6 \text{Nieq} + 0,016T$$

Avec T (en degrés Celsius) température traitement comprise entre 1050 et 1150°C, et les compositions élémentaires sont exprimés en % massique. [1]

Variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe. [2]

La teneur en ferrite à l'équilibre d'un acier inoxydable austéno-ferritique est, entre 1000 et 1250°C, une fonction croissante de la température (figure II.3).

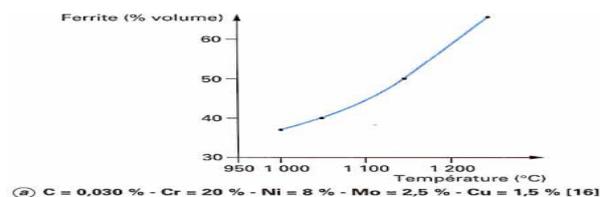


Figure II.3 : Variation du taux de ferrite en fonction de la température de traitement thermique

La figure II.4 représente la variation du taux de ferrite en fonction de la température pour différentes nuances en azote. La nuance à teneur en azote faible ($N = 0,11 \%$), présente une variation de sa teneur en ferrite de l'ordre de 20 % entre 1 000 et 1 150 °C. On notera que les nuances à fort azote présentent une meilleure stabilité de la teneur en ferrite en fonction de la température. Lors d'une opération de soudage, cela peut éviter une ferritisation inopportune de la zone affectée thermiquement. [3]

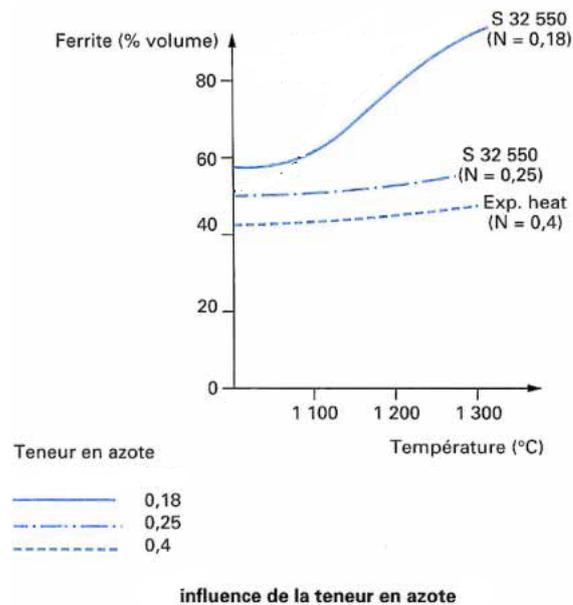


Figure II.4 : Influence de la température sur le taux de ferrite d'acier austénite-ferritique ($N = 0,11 \%$)

II.2.2. Transformation structurales entre 600 et 1000°C :

Le maintien isotherme des aciers inoxydables duplex entre 600 et 900 °C provoque des réactions métallurgiques complexes dans la ferrite donnant lieu à la formation d'un certain nombre de précipités et phases intermétalliques. La plupart de ces précipités fragilisent l'acier et leur formation est donc à éviter.

III. Le contrôle non destructif par ultrasons :

III.1. Généralités :

Les méthodes de contrôle non destructif sont nombreuses. Le contrôle par ultrasons est fréquemment utilisé car il présente de nombreux avantages : facilité de mise en œuvre, possibilité de travailler sur une seule face de la pièce à contrôler (pas besoin d'un accès à la deuxième face), et capacité à traverser d'importantes épaisseurs de matière en fonction de la fréquence de travail. De plus, l'existence de relations entre la propagation des ultrasons et les caractéristiques du matériau permet sa caractérisation. L'utilisation des ultrasons offre donc la possibilité, sans aucune détérioration, d'une part de caractériser des matériaux afin d'en connaître les propriétés élastiques, et d'autre part de contrôler des pièces pour vérifier leur intégrité et repérer d'éventuels défauts d'élaboration (inclusions, soufflures, défauts de collage...) ou d'endommagement dû aux sollicitations (fissures...)[1].

Les ondes ultrasonores les plus couramment utilisées pour la caractérisation et le contrôle sont les ondes de volume longitudinales (ou de compression) et transversales (ou de cisaillement). Pour une onde longitudinale (transversale) la direction de vibration des particules est parallèle (perpendiculaire) à sa direction de propagation (Figure III.1).

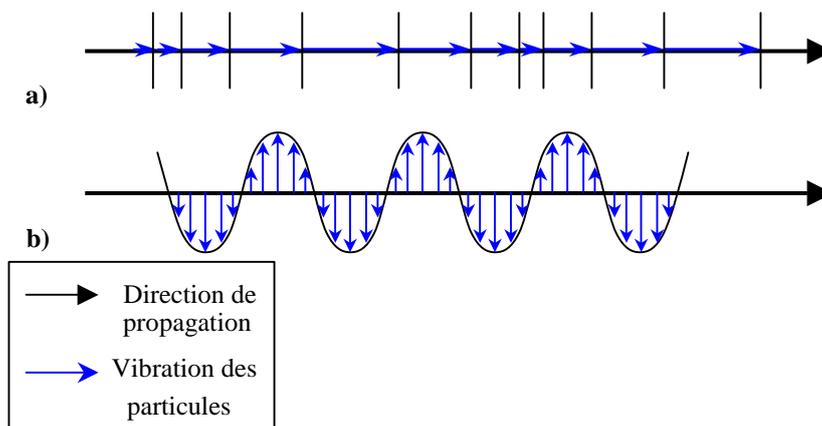


Figure III.1 : Propagation des ondes longitudinales (a) et transversales (b).

III.1.1.ONDES ELASTIQUES :

Une onde élastique se propage par vibration ou ébranlement des particules de la matière. Le mouvement des particules en oscillation se transmet donc de proche en proche. Si on considère les vibrations élastiques d'un cristal constitué d'une grille d'atomes, la propagation d'une onde le long d'une direction entraîne un mouvement en phase des plans entiers d'atomes avec des déplacements parallèles ou perpendiculaires à la direction du vecteur d'onde [3/4] . Ainsi les ondes ultrasonores peuvent être de différents types suivant le mode vibratoire des particules de la matière, elles peuvent être de nature de surface, de volume, ou latérales. Par conséquent, il existe une grande variété d'ondes élastiques qui diffèrent selon le mode de propagation [5/6] .

1. ONDES LONGITUDINALES :

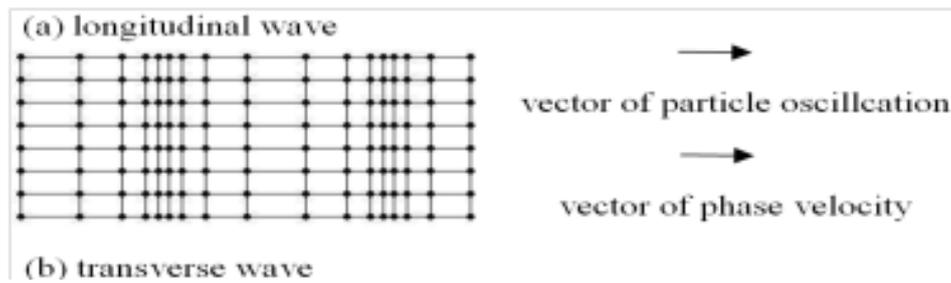
Les ondes ultrasonores longitudinales encore appelées ondes de compression, sont caractérisées par un déplacement des particules parallèle à la direction de propagation c'est-à-dire par une polarisation colinéaire au vecteur d'onde. Le passage d'une onde longitudinale plane entraîne une variation de la distance entre les plans parallèles contenant les particules si bien que le volume occupé par un nombre donné de particules varie. Ce sont des ondes de volume. Elles se propagent normalement dans les solides, les liquides et les gaz. Cependant, compte tenu des fréquences très élevées utilisées dans le contrôle non destructif, l'atténuation de ces ondes est extrêmement élevée dans les gaz. Ainsi, les ondes longitudinales ne se propagent réellement que dans les solides et les liquides. La vitesse des ondes ultrasonores transversales V_T est liée aux caractéristiques du matériau par la relation suivante :

$$v_L = \sqrt{\frac{E(1-\sigma)}{\rho(1+\sigma)(1-2\sigma)}}$$

Avec : **E** : module d'YOUNG.

ρ : masse volumique.

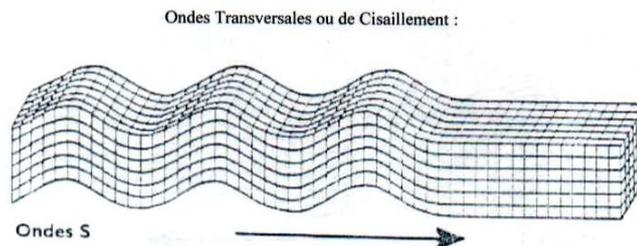
σ : coefficient de poisson.



2. ONDES TRANSVERSALES :

Les ondes ultrasonores transversales appelées aussi ondes de cisaillement sont obtenues lorsque les vibrations des particules se font dans un plan normal à la direction de propagation de l'onde. Par conséquent le glissement des plans parallèles ne donne lieu à aucune variation de volume puisque les distances entre les plans sont conservées. Si ces vibrations se font infiniment dans toutes les directions contenues dans ce plan, l'onde transversale est dite polarisée. Autrement dit, elles sont caractérisées par une polarisation perpendiculaire au vecteur d'onde ou tout simplement, les particules oscillent de part et d'autre de la droite de leur position initiale. Les ondes transversales ne se propagent que dans les solides ou dans les liquides visqueux. La vitesse des ondes ultrasonores transversales V_T est liée aux caractéristiques du matériau par la relation suivante :

$$V_T = \sqrt{E/2\rho(1 + \sigma)} \dots \dots \dots [7]$$



3. ONDES LATÉRALES :

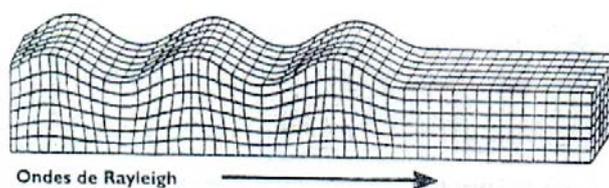
En plus de ces modes, il existe d'autres types d'ondes qui se propagent à travers une interface entre deux milieux, mais dont les amplitudes ne sont pas exponentiellement inhomogène [8]. Cependant, ces ondes sont connues sous le nom d'ondes latérales, se propagent avec des vitesses égales à celles des vitesses en volume dans le milieu, ainsi, représentent des ondes de volume dans le milieu de n'importe quel côté de l'interface avec des vitesses longitudinales V_L ou transversales V_T .

4. ONDES DE SURFACE :

A la frontière plane d'un milieu semi-infini, on trouve des ondes de surface dont l'amplitude varie exponentiellement avec la distance normale à partir de la surface (ou l'interface) le long de laquelle leur propagation se fait. Les ondes de surface n'affectent que les particules d'un matériau qui se trouve à proximité immédiate de sa surface de séparation avec l'air ou avec un autre milieu. Elles se propagent, généralement, sur une épaisseur correspondante à une longueur d'onde [9]. Dans un matériau donné, les vitesses de propagation des ondes de surface sont toujours inférieures à celles des ondes de volume.

5. ONDES DE RAYLEIGH :

L'existence d'une onde sur la surface libre plane d'un milieu semi-infini a été découverte par Lord Rayleigh [10] en 1885, ce type d'onde est connu sous le nom d'onde de Rayleigh. Ce mode d'ondes acoustiques de surface est constitué par la superposition des ondes longitudinale et transversale se propageant le long de la surface libre avec une vitesse de phase commune. Selon la nature de l'interface, vide/solide ou liquide/solide, les ondes qui s'y propagent sont appelées ondes de Rayleigh ou ondes de Rayleigh généralisées.



III.1.2.GENERATION DES ULTRASONS :

Il y a deux voies pour générer des ultrasons dans les pièces à contrôler :

- les méthodes avec contact utilisant un transducteur électroacoustique, générateur de vibrations mécaniques qui seront transmises à la pièce par couplage acoustique ;
- les méthodes dites sans contact pour lesquelles la génération des ultrasons se fait à la surface de la pièce elle-même par tout moyen susceptible d'activer les particules du milieu (forces électromagnétiques, impact thermique à l'aide d'un faisceau laser pulsé, impact laser en régime d'ablation).

La mise en évidence de l'onde de retour peut se faire selon les mêmes voies :

- la détection directe des vibrations à la surface de la pièce par interférométrie laser ou méthode électro-magnéto-acoustique (EMAT) ;
- le couplage vers un transducteur spécifique agissant en tant que récepteur.

Effet piézoélectrique :

La grande majorité des palpeurs ultrasonores utilisés pour le contrôle non destructif sont des transducteurs piézoélectriques. La piézoélectricité, découverte en 1880, est la propriété réversible de certains matériaux de se déformer sous l'action d'un champ électrique. Cet effet piézoélectrique, caractérisé par les paramètres g (constante de pression) et K (facteur de couplage) est minime pour les cristaux naturels comme le quartz. Il est beaucoup plus important dans certains matériaux comme les céramiques piézoélectriques de synthèse, dont les plus utilisées sont le titanate de baryum, le titanate – zirconate de plomb PZT et le métaniobate de plomb. On accroît considérablement l'effet piézoélectrique vibratoire en excitant le cristal sur son mode de résonance mécanique. Cela revient à utiliser une lame piézoélectrique d'épaisseur a telle que :

$$f_0 = V/2a$$

Avec :

f_0 : fréquence fondamentale de vibration du transducteur.

V : vitesse du son dans le matériau.

Les films polymères piézoélectriques, en particulier les membranes de PVDF (polyfluorure de vinylidène), constituent une autre famille de matériaux piézoélectriques pouvant avoir des applications dans le domaine des ultrasons.

III.1.2.1 PALPEURS PIEZOELECTRIQUES :

En règle générale, un palpeur (**figure III.2**) est constitué autour d'une pastille piézoélectrique circulaire ou rectangulaire taillée dans le matériau piézoélectrique choisi, dont les faces parallèles sont métallisées de façon à réaliser deux électrodes auxquelles sont soudés les fils de connexion. Pour limiter les vibrations vers l'arrière du palpeur et leur durée, la pastille est placée sur un bloc amortisseur réalisé en matériau dense et très absorbant (par exemple, métal lourd ou sel métallique noyé dans une résine). L'ensemble de ces deux éléments et une bobine d'accord sont placés dans un boîtier métallique complété par un connecteur électrique et une face de protection devant la pastille piézoélectrique. Cette face avant joue un double rôle de protection contre les chocs mécaniques et d'étanchéité. Elle est réalisée dans des matériaux très variés (résines, carbures non métalliques...). L'épaisseur de cette face de protection n'a pas d'influence sur l'énergie transmise si elle est un multiple entier de la demi-longueur d'onde dans ce matériau.

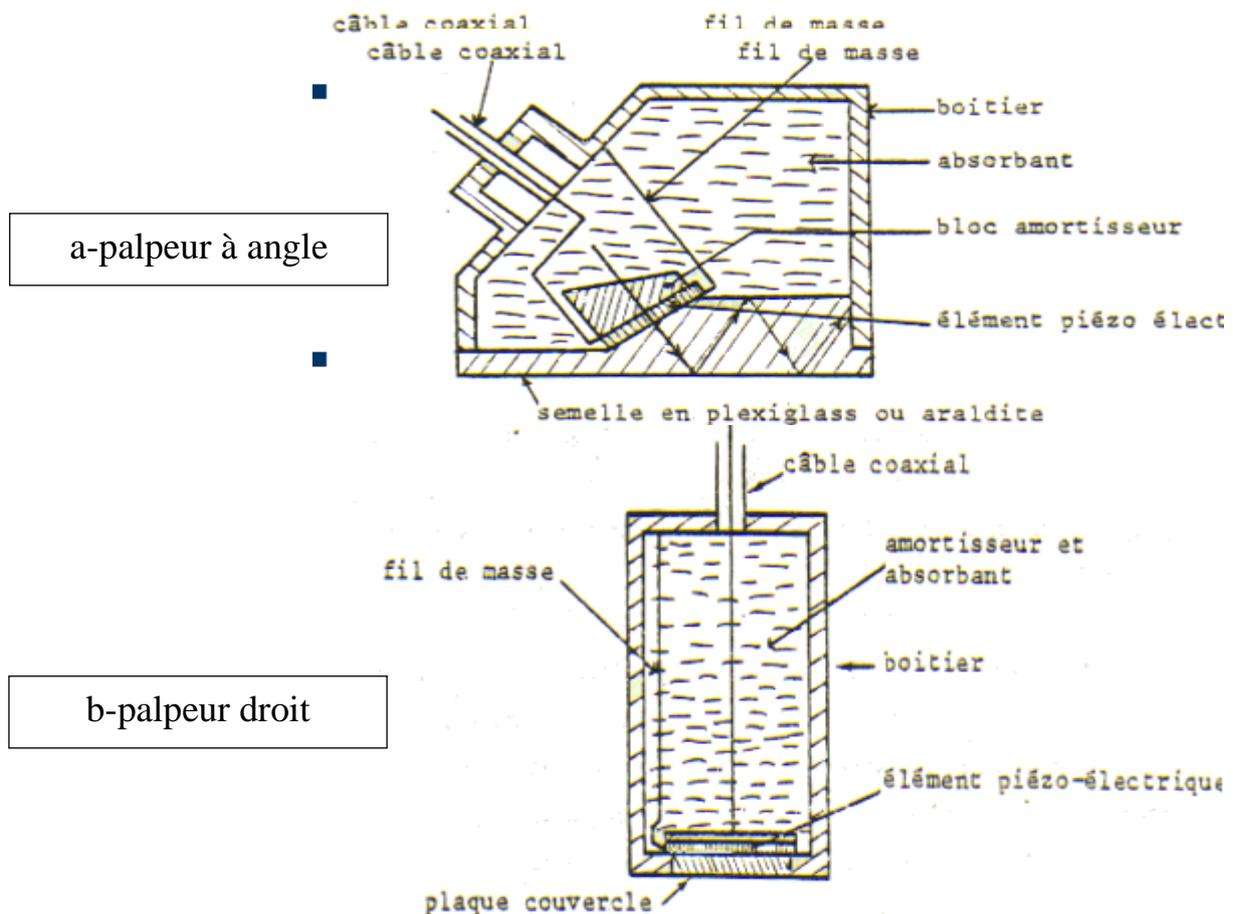


Figure III.2 : Types de palpeurs

En contrôle non destructif, les fréquences usuellement utilisées (1 à 20 MHz) et les dimensions des sources émettrices (palpeurs ultrasonores ayant classiquement un diamètre de 5 à 50 mm de diamètre) permettent d'assimiler des faisceaux ultrasonores à des faisceaux géométriques. Dans ce domaine de longueurs d'onde, les ultrasons se propagent essentiellement en ligne droite selon un faisceau plus ou moins étalé, constitué d'un lobe principal dans lequel la plus grande partie de l'énergie est concentrée (**figure III.3**).

III.1.2.2. BANDE DE FRÉQUENCES :

Chaque transducteur ou palpeur a une fréquence (**figure III.3**) qui lui est propre et celle-ci est indiquée sur le palpeur. En réalité le transducteur peut opérer selon une gamme de fréquence appelée largeur de bande.

La fréquence indiquée n'est en fait que la fréquence nominale.

1) Transducteur moins absorbant :

la bande de fréquence (a) indique que le transducteur est le moins absorbant. Sa résolution est moindre mais sa sensibilité est plus grande.

2) Transducteur plus absorbant :

la bande de fréquence (b) indique le contraire soit; il est plus absorbant, il offre une meilleure résolution mais moins de sensibilité. De plus, il a une amplitude moins élevée avec une gamme de fréquence utilisable plus grande.

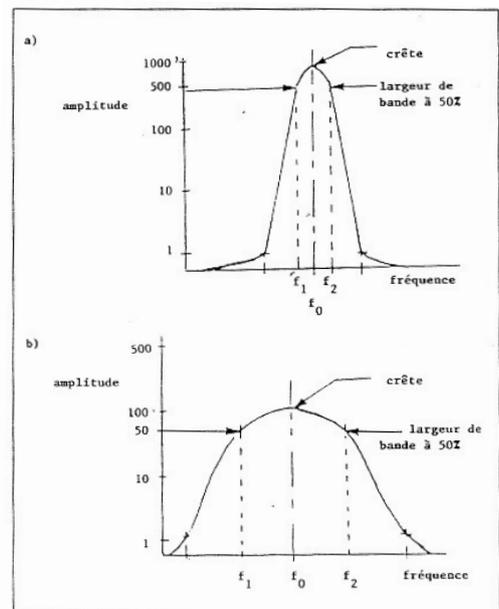


Figure III.3 : bandes de fréquences

Le champ de rayonnement d'un palpeur :

Le palpeur émet un faisceau présentant un angle de divergence. Le champ de rayonnement peut être décomposé en un champ proche de longueur L et un champ éloigné.

Dans le cas d'une source circulaire de diamètre D , l'ouverture du faisceau peut être calculée par le biais de la formule : $\sin \delta = 1.22 \lambda / D$, où λ est la longueur d'onde. Le faisceau sera donc plus ou moins ouvert selon la taille de la source, la fréquence de travail et le milieu d'où le faisceau est droit et où l'amplitude oscille, et le champ lointain, où le faisceau est ouvert mais où l'amplitude décroît de façon monotone. La limite entre ces deux zones, appelée limite de champ proche, se situe à la distance $D^2/4\lambda$ de la source. C'est une caractéristique très importante en contrôle non destructif.

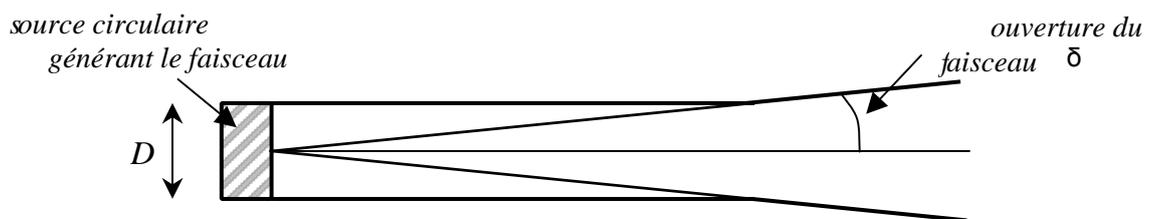


Figure III.4 : Propagation d'un faisceau émis par une source de dimensions finies.

Si on mesure l'intensité du champ en fonction de la distance, on obtient le graphique de la **figure III.5** sur laquelle on constate l'existence de deux zones :

- Champ proche ou zone de Fresnel.
- Champ éloigné ou zone de Fraunhofer.

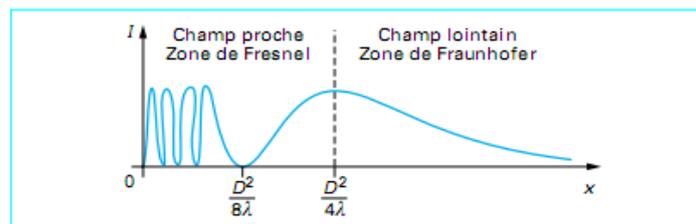


Figure III.5 : Intensité acoustique sur l'axe du faisceau en fonction de la distance à l'émetteur [2]

Le champ proche :

C'est la zone la plus proche du palpeur. C'est une zone de grande turbulence ; la matière n'étant pas tout à fait en phase avec les vibrations du palpeur, la réponse du signal ultrasonore varie grandement. C'est pourquoi on ne peut évaluer correctement la valeur des réflecteurs qui s'y trouvent. Ne pas évaluer ne veut pas dire, ne pas détecter.

Le champ proche est divisé en deux parties ; la zone morte qui est situé juste à la sortie du palpeur. Dans cette zone aucun défaut ne peut être décelé. Cette zone est située dans le champ proche.

Le champ proche incluant les zones morte et proche se calcule par la formule suivante ;

$$L = D^2/4\lambda$$

L = longueur du champ proche

D = diamètre du palpeur

λ = longueur d'onde

III.1.3.PROPRIÉTÉS DES ULTRASONS :

La transmission de l'énergie cinétique conduit à des caractéristiques observables pour la propagation, la vitesse, la transmission, la réflexion et l'absorption de l'énergie [11].

III 1.3.1. Propagation :

Les ultrasons ne se propagent pas dans le vide.

Ils cheminent très mal dans l'air, par contre ils traversent aisément l'eau.

Dans un milieu matériel homogène, les ultrasons sont très peu diffractés et se propagent quasiment en ligne droite. Cette propriété essentielle est mise à profit pour détecter les obstacles rencontrés par le faisceau (sonar, échographie). Pour chaque obstacle rencontré, les caractéristiques de l'onde ultrasonore vont changer, ce qui permet la formation d'écho.s

III 1.3.2. Vitesse :

Le point essentiel de la propagation ultrasonore dans les solides massifs est l'existence de deux modes de vibrations (longitudinale et transversale) qui se propagent à des vitesses différentes. Dans le mode longitudinal, les atomes métalliques vibrent parallèlement à la direction de propagation, alors que dans le mode transversal la vibration est perpendiculaire à la propagation.

Pour fixer les idées, dans l'acier la vitesse des ondes longitudinales est de $5\,940\text{ m.s}^{-1}$ et dans l'aluminium de $6\,320\text{ m.s}^{-1}$. Pour les mêmes métaux, la vitesse des ondes transversales est, respectivement, de $3\,220$ et $3\,100\text{ m.s}^{-1}$.

Ces vitesses dépendent des constantes élastiques des matériaux. Elles sont donc différentes d'un matériau à l'autre, ce qui implique une conséquence importante lorsqu'un pinceau ultrasonore frappe obliquement une surface de séparation entre deux matériaux différents : quatre pinceaux sont créés, deux réfractés et deux réfléchis ; pour chacun d'eux, longitudinal ou transversal, les angles de réflexion et de réfraction suivent la loi de Descartes. Ce fait fondamental permet, comme en optique, d'agir sur les pinceaux par le moyen de miroirs, prismes et lentilles ; mais il est aussi fort gênant, car il rend délicat l'examen de pièces de forme compliquée, par des réflexions et réfractions parasites qu'il entraîne.

III 1.3.3. Transmission et réflexion :

➤ Incidence normale :

Lorsqu'une onde arrive avec une incidence normale au niveau de l'interface séparant deux milieux différents, une partie de l'énergie est transmise, le reste est réfléchi.

1-énergie incidente

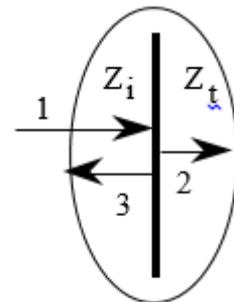
2-énergie transmise

3-énergie réfléchie

Z_i : impédance acoustique du milieu "incident" avec $Z_i = \rho_i v_i$

Z_t : impédance acoustique du milieu "transmis" avec $Z_t = \rho_t v_t$

où ρ est la masse volumique du milieu et v la célérité de l'onde.



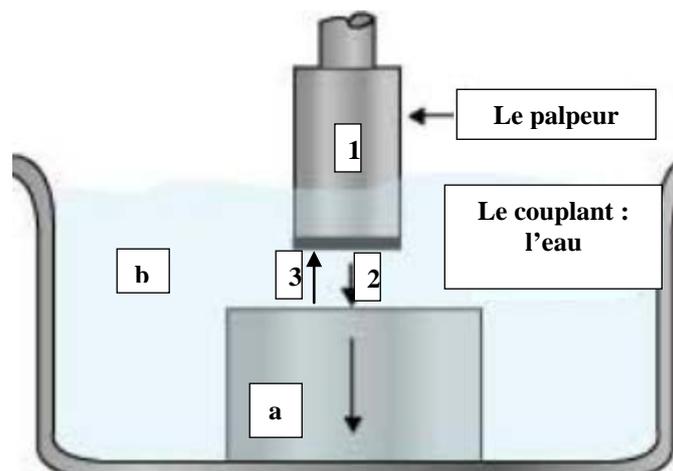


Figure III.6 :schématisation du phénomène de transmission/réflexion

1-sonde émettrice et réceptrice

2-ondes transmises et absorbées

3-ondes réfléchies et absorbées

a et **b**, sont des milieux dont l'impédance acoustique est différente).

Si le milieu de propagation est homogène, c'est à dire de structure uniforme, il y aura peu de réflexions et par suite peu d'échos.

Si le milieu est hétérogène, beaucoup d'échos seront créés.

La quantité d'échos dépend essentiellement de la différence d'impédance acoustique.

➤ Incidence oblique :

LOIS DE SNELL-DESCARTES :

Lorsqu'une onde ultrasonore arrive sous un angle α sur une Interface entre deux milieux différents, l'onde se divise en deux ondes réfléchies et en deux ondes réfractées (**figure III.7**). Chaque paire comprend une onde longitudinale et une onde transversale. L'angle d'incidence et l'angle de réfraction vérifient la loi de Snell-DESCARTE :

$$\frac{\sin \alpha_1}{V_1} = \frac{\sin \alpha_{2L}}{V_{2L}} = \frac{\sin \alpha_{2T}}{V_{2T}}$$

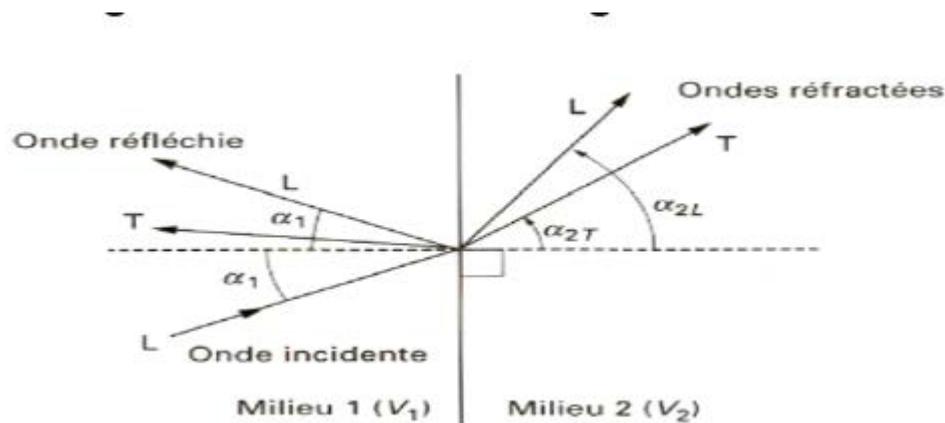


Figure III.7 : Incidence oblique.

III 1.3.4. Atténuation :

La diminution de puissance du faisceau lors de la traversée d'un matériau étudié en échographie est appelé atténuation qui désigne la perte d'énergie due exclusivement aux interactions entre la microstructure du milieu et l'onde. Elle ne dépend ni de la méthode de configuration de mesure, ni de la géométrie de la pièce. Autrement dit tous les phénomènes extérieurs ne peuvent être assimilés à l'atténuation du milieu traversé.

Ces phénomènes peuvent être la réflexion / transmission aux interfaces entre l'échantillon de tout faisceau de section limitées

Expérimentalement on observe le phénomène d'atténuation en enregistrant les échos successifs par une mesure en échographie. L'enveloppe d'une séquence d'échos de fond de la pièce présente alors une décroissance exponentielle comme le montre la **figure III.8**.

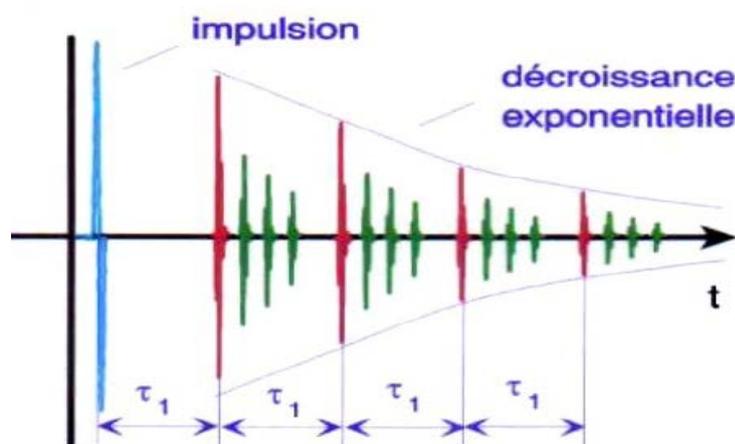


Figure III.8 : Décroissance exponentielle des échos en négligeant la diffraction

La diminution de l'intensité ultrasonore est une fonction croissante de distance parcourue par l'onde obéissant à une loi exponentielle :

$$I = I_0 \exp(-\alpha x)$$

avec α coefficient d'atténuation, x épaisseur traversée, I_0 : intensité incidente, I : intensité transmise . Il peut être exprimé aussi par la relation décroissante (1) :

Le coefficient d'atténuation α , exprimé en dB cm^{-1} , est utilisé pour traduire la résistance d'un milieu à la propagation des ultrasons. Le coefficient α exprime la perte d'intensité d'une onde ultrasonore. Plus il est grand, plus l'atténuation du signal augmente et plus la pénétration des ultrasons est faible.

Cependant, pour un milieu donné, deux ondes ultrasonores différentes ne subiront pas la même baisse d'intensité, en effet l'atténuation d'une onde ultrasonore ne dépend pas que de la distance parcourue dans le milieu, mais aussi de la fréquence de l'onde considérée. L'atténuation intrinsèque est causée par deux catégories de phénomènes [12].

🌈 L'absorption :

Elle résulte de la conversion de l'énergie mécanique vibratoire en chaleur. Ce type d'atténuation intrinsèque est liée à la viscosité du matériau contrôlé. En effet, l'énergie mécanique de l'onde est essentiellement transformée en chaleur sous l'effet de forces visqueuses s'opposant au mouvement des particules du milieu. Certains défauts cristallins comme les dislocations peuvent contribuer à l'atténuation par absorption.

🌈 La diffusion :

Dans le cas de la diffusion (dispersion) une fraction de l'onde est déviée ou réfléchi lors de la rencontre de discontinuité d'impédance acoustique (**figure III.9**). Ces hétérogénéités acoustiques peuvent être des phases, porosités, des précipités, des inclusions, des joints de grains ou encore des défauts.

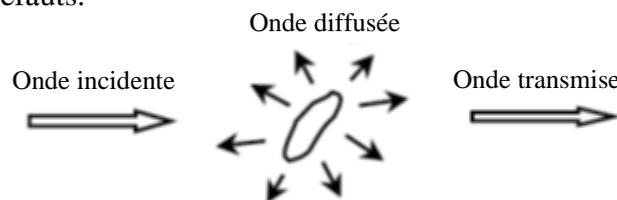


Figure III.9 : Diffusion par une hétérogénéité

III. 1.4.METHODES DE CONTROLE ULTRASONORE :

III.1.4.1.ÉCHOGRAPHIE ULTRASONORE :

La méthode de loin la plus employée dans le contrôle ultrasonore est l'échographie. Elle consiste à utiliser un seul transducteur en émetteur-récepteur [9]. Dans le cas où le palpeur est appliqué au contact de la pièce par l'intermédiaire d'un film de couplage. On excite le palpeur au moyen d'une brève impulsion électrique. À cela correspond un premier écho sur l'oscillogramme, appelé écho d'émission ; dans le cas de contrôle par contact, cet écho représente aussi la pénétration d'un train d'ondes ultrasonores dans la pièce à contrôler.

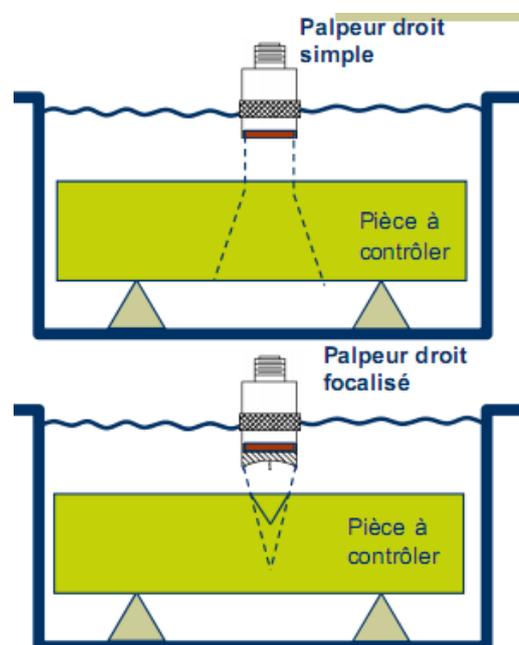


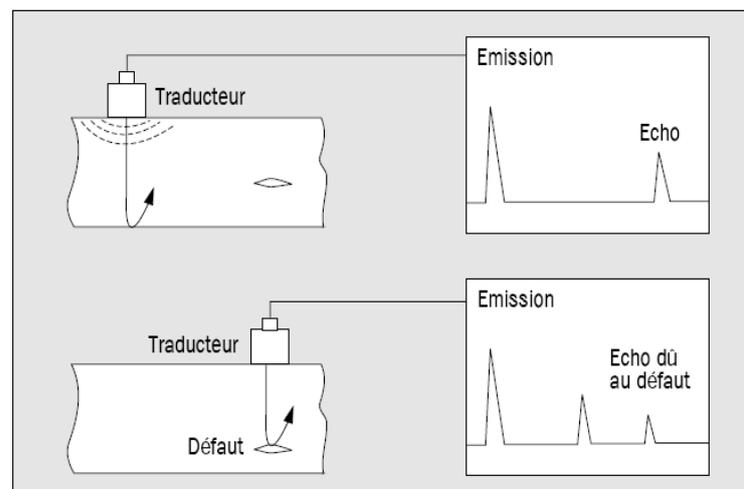
Fig III.10 : Méthode de contrôle par échographie[13]

Ce train d'ondes progresse dans la pièce et, en l'absence de défauts, vient frapper la face arrière de la pièce, sur laquelle il est réfléchi. Il refait alors la progression inverse jusqu'au palpeur où il génère un signal électrique correspondant à l'écho de fond. En cas de présence d'un défaut dans l'épaisseur de la pièce, celui-ci, quand il est frappé par le train d'ondes ultrasonores, en réfléchit une partie et, pendant que le train d'ondes principal poursuit sa

progression vers le fond, l'onde réfléchiée sur le défaut revient vers le palpeur où elle génère un écho de défaut sur l'oscillogramme.

Les temps mesurés sont directement proportionnels à la profondeur ou à l'épaisseur du défaut et à l'épaisseur de la pièce.

La position de l'écho de défaut entre les deux autres permet de localiser le défaut dans la profondeur de la pièce. L'amplitude relative des échos d'émission, de défaut et de fond permet d'avoir des indications sur l'importance du défaut.



L'épaisseur e de la pièce est donnée par : $e = \frac{t_2 - t_1}{2} \cdot V$

La profondeur h du défaut est donnée par $h = \frac{t_1 - t_0}{2} \cdot V$

Où : t_1 : temps de vol du premier écho onde/pièce.

t_2 : temps de vol du deuxième écho .

t_0 : le temps de vol de l'écho d'interface onde/eau.

✓ **Mesure de la vitesse :**

La vitesse est une caractéristique du matériau, le contrôle par ultrason est le contrôle non destructif préféré pour la caractérisation des propriétés des matériaux.

Les paramètres du contrôle par ultrasons sont affectés par le changement de la microstructure ou les propriétés mécaniques des matériaux [14].

La vitesse des ultrasons est déterminée par la mesure du temps de vol en utilisant la méthode par échographie qui peut être exprimée par la relation suivante :

$$V = 2 \cdot \frac{\text{épaisseur}}{\text{temps}} \quad (\text{m/s})$$

III.1.4.2.METHODE PAR TRANSMISSION :

Dans certains cas, en lieu et place d'une analyse des ondes renvoyées vers le palpeur émetteur, on utilise un second palpeur placé à l'opposé du premier et qui sert uniquement de récepteur.

Les impulsions ultrasonores reçues par ce palpeur, convenablement synchronisées et amplifiées, permettent de caractériser la transmission des ultrasons au travers de la pièce. Quand un défaut intercepte le signal, une partie de l'énergie ultrasonore est arrêtée et, en conséquence, l'énergie parvenant au capteur récepteur est diminuée.

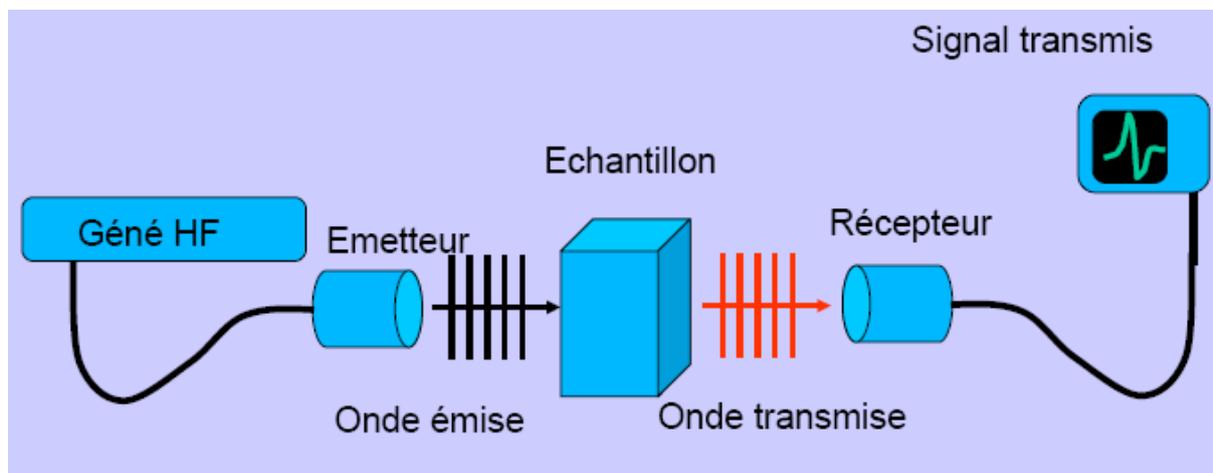


Figure III.11 : Méthode de contrôle par transmission

La méthode par transmission n'est plus guère employée aujourd'hui. Son inconvénient majeur est en effet le risque qu'il y a à attribuer l'atténuation du signal à la présence d'un défaut alors que la cause peut être toute autre : rupture du couplage entre les palpeurs et la pièce, mauvais alignement... Son emploi est réservé à quelques cas bien particuliers : recherche d'hétérogénéité de structure dans des pièces de faible épaisseur, contrôle dans des conditions telles que l'échographie classique est impossible...

IV.1.Objectif :

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à la caractérisation non destructive des différentes phases de l'acier duplex 2205, ces phases qui sont obtenues après traitement thermique d'hypertrempe en jouant sur le temps et la température de maintien.

La première partie a comme objectif de rappeler la technique de la préparation métallographique, ainsi que l'examen optique de la microstructure utilisées dans mon travail. En particulier, nous allons étudier des échantillons de l'acier inoxydable 2205(AISI) correspondant à la nuance X2CrNiMoN22-5-3/1.4462 (EN), dans des états trempés.

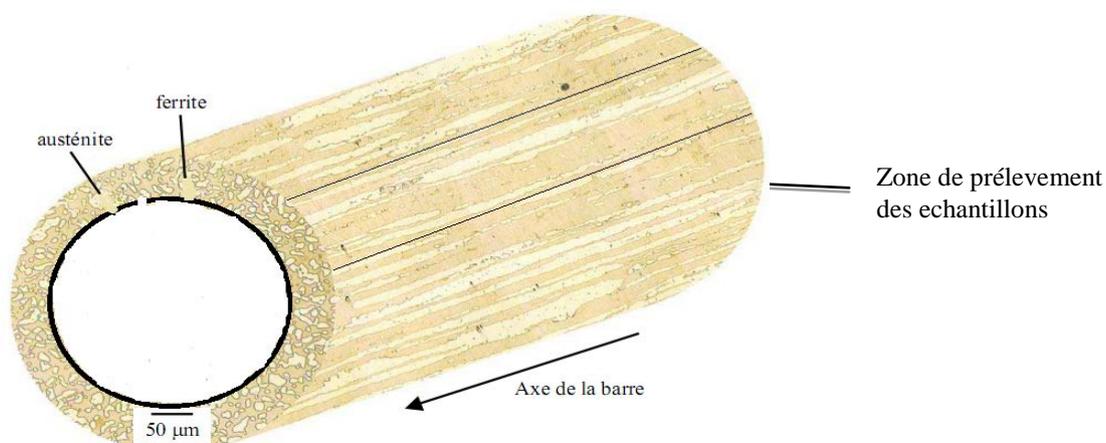
L'analyse des micrographies se porte sur une description qualitative et quantitative des différentes phases du duplex. L'utilisation d'un logiciel adéquat a pour but la détermination de la répartition des phases. Ceci permet de déterminer de façon simple le pourcentage des phases austénite et ferrite dans les différents échantillons après traitement thermique.

D'autre part nous appliquerons la technique du contrôle par ultrasons en utilisant la méthode d'échographie en immersion. L'objet de notre étude est la caractérisation des phases austénite et ferrite de l'acier duplex, par le calcul de la vitesse et de l'atténuation des ondes ultrasonores d'une fréquence de 5MHz.

Enfin, nous nous consacrerons à la comparaison des résultats obtenus par ultrasons et par analyse métallographique.

IV.2.Usinage et composition chimique des échantillons :

Les échantillons sont prélevés à partir d'un tube en acier inoxydable duplex de 170 mm de diamètre et de 7.60 mm d'épaisseur (**figureIV.1**).



FigureIV.1 : Schématisation de l'acier duplex.

Après un pré polissage avec un papier abrasif de granulométrie 50, l'analyse de ces échantillons par spectromètre d'émission étincelle nous a permis de connaître la composition chimique en pourcentage massique des différents constituants de l'alliage.

Le tableau n°03 ci-dessous nous donne les teneurs en éléments chimiques de l'acier duplex 2205 :

C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Mo %	Ni %	Cu %
0.020	0.29	0.96	0.022	0.008	22.050	3.101	4.043	0.023

IV.3. Traitement thermique :

Quinze échantillons de mêmes dimensions (30x30) mm ont subi le traitement thermique d'hypertrempe qui consiste à leur faire des transformations de structure grâce à des cycles de chauffage (Température entre 1100 et 1240°C) suivi d'un refroidissement rapide afin d'obtenir des différents pourcentages en ferrite et austénite.

Le traitement thermique d'hypertrempe permet de remettre tous les éléments d'addition en solution solide, de manière à éviter les phases intermétallique et les précipités.

Le tableau suivant donne les conditions des différents traitements thermiques :

Nature du traitement thermique	Température de chauffage	Temps de maintien	Nombre d'échantillon subis le traitement
Trempe à l'eau	1100°	1h	03 échantillons
	1170°	1h	03 échantillons
	1170°	2h	03 échantillons
	1240°	1h	03 échantillons
	1240°	2h	03 échantillons

Après chauffage de l'échantillon à une température correspondante au traitement thermique appropriée, un refroidissement se fait plus ou moins brusquement afin de lui permettre de conserver à froid la structure particulière obtenue à haute température.

Conduite de l'essai :

- Chauffage lent jusqu'à la température voulue.
- Maintien à la température pendant le temps approprié.

- Refroidissement rapide à l'eau.

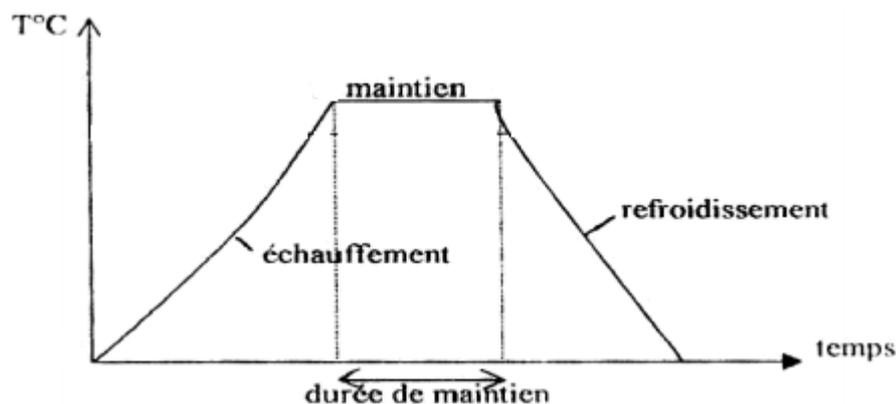


Figure IV.2 : Courbe de traitement thermique

◀ Après le traitement d'hypertrempe, les échantillons ont subi une préparation métallographique suivie d'une attaque électrolytique nécessaire pour révéler les différentes phases de l'acier duplex 2205 au microscope optique.

IV.4. Métallographie et préparation métallographique :

La métallographie permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures telles que les différentes phases présentes, la dimension des grains, la texture, et les fissures. Afin de rendre ces éléments visibles à partir d'une surface polie, il est nécessaire de leur donner un contraste, soit par un relief, soit par une couche d'interférence. Le relief est généralement obtenu par une dissolution sélective des phases à l'aide de solutions en général acides.

IV.4.1. Préparation des échantillons :

La préparation métallographique des échantillons traités thermiquement s'effectue en plusieurs étapes :

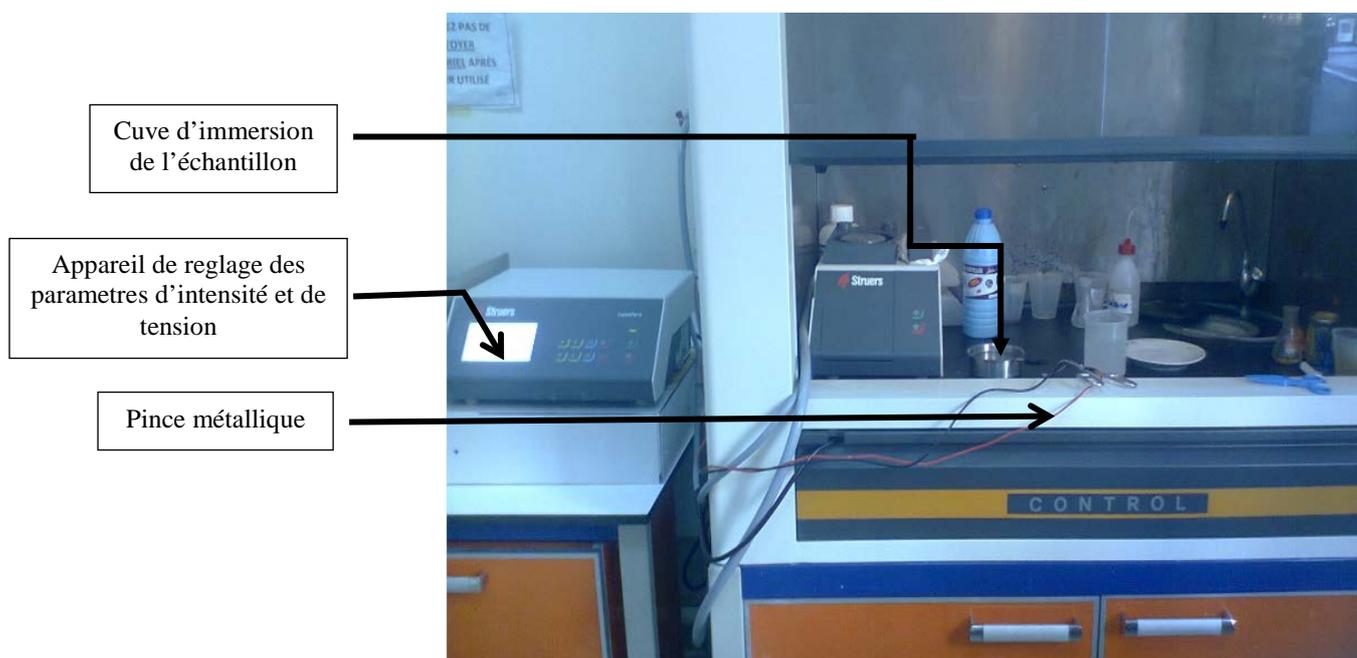
- **Prépolissage et polissage de finition :**

Le polissage mécanique des échantillons se fait dans une polisseuse universelle, sous eau à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie entre 80 et 4000 suivi d'un polissage

de finition réalisé avec un drap en feutre et de la poudre d'alumine de granulométrie de $0,05\mu\text{m}$ afin d'avoir une surface plane et un effet miroir.

➤ **Attaque électrolytique :**

Le but de l'attaque électrolytique est de créer un contraste révélant la microstructure du matériau lorsque celle-ci n'apparaît pas à l'issue du polissage. Cette étape est réalisée à l'aide du dispositif de **la figure IV.3**. Le réactif utilisé est une solution qui contient 10 % de NaOH, appliqué pendant 15 s sur les échantillons polis à une tension de 2.5 V, à la température ambiante, Les différents constituants (phase α et γ) n'ont plus le même pouvoir réfléchissant ou changent de couleur.



FigureIV.3 :dispositif pour attaque électrolytique

➤ **Observation microstructurale :**

La microstructure de l'acier austéno-ferritique 2205 à l'état initial après polissage et attaque électrolytique est présentée sur la **figureIV.4**, l'échantillon est prélevé dans un plan parallèle.

La microstructure est biphasée composée de bandes d'austénite et de ferrite allongées dans le sens du laminage. Ces bandes sont de forme globalement cylindrique et parallèle à l'axe de la barre. La microstructure obtenue est identique au schéma **IV.1**.

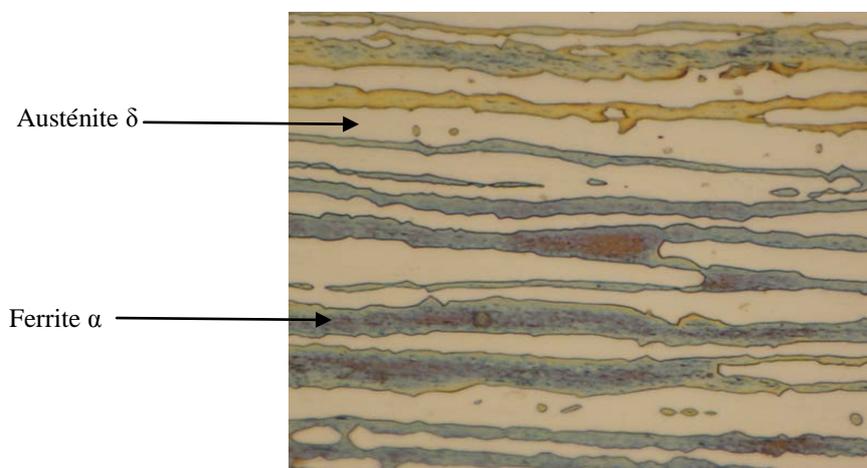


Figure IV.4 : Microstructure de l'acier duplex 2205 à l'état initiale
(avant traitement thermique)

Les différentes microstructures des échantillons traités (hypertrempe) obtenues après préparation métallographique sont observées avec un microscope optique équipé d'une caméra numérique, et d'un logiciel pour acquisition des différentes images ;

L'estimation des proportions des phases, après traitement thermique, est basée sur le traitement des images obtenues. Le logiciel IMAGE J a été utilisé pour estimer le taux de ferrite δ et celui de l'austénite.

IV.5. Caractérisation par ultrasons :

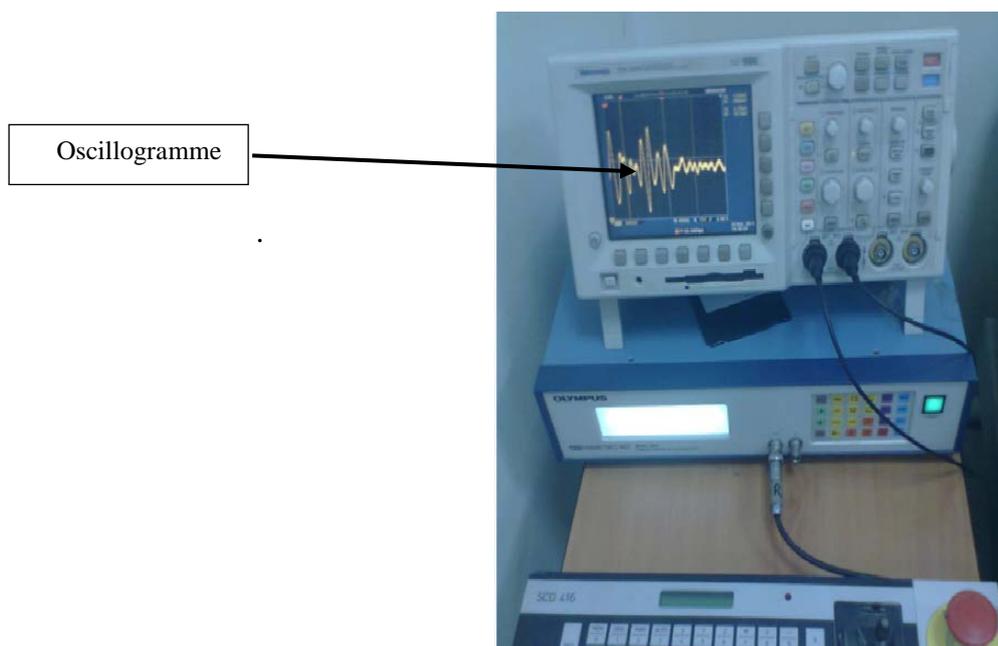
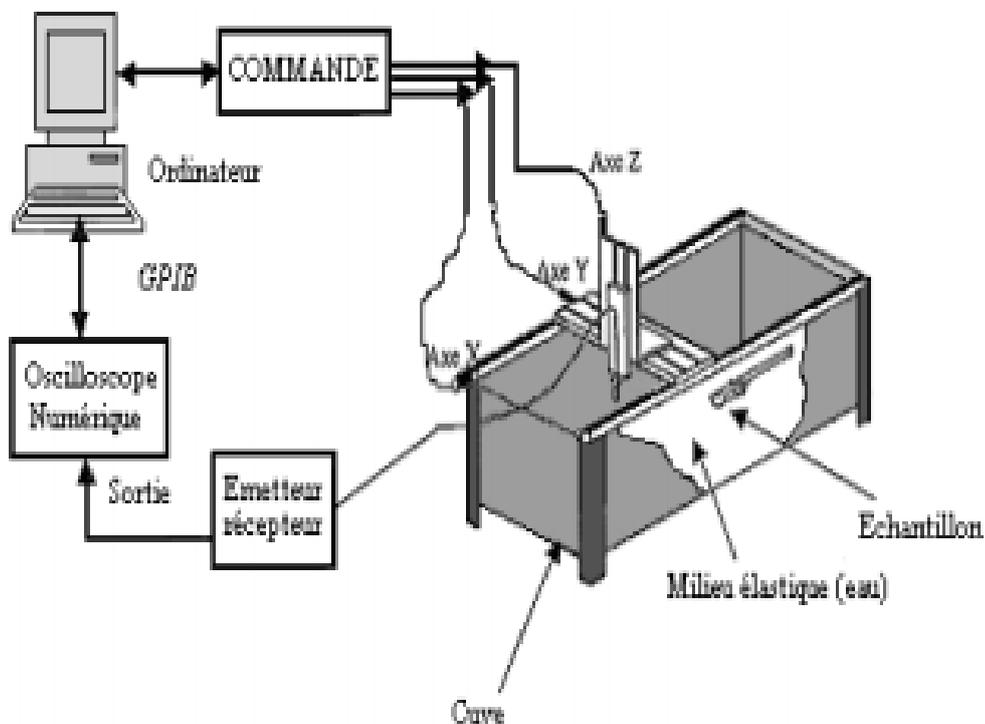
Dans cette partie nous avons soumis nos échantillons à un faisceau d'ultrasons.

L'objectif est d'obtenir des informations sur la vitesse de propagation et du coefficient d'atténuation des ondes longitudinales dans ces échantillons. Ces paramètres (vitesse et atténuation), nous permettent de trouver une corrélation avec les traitements thermiques subis par les échantillons.

IV.5.1. Dispositif du contrôle par ultrasons :

Le dispositif est constitué d'une cuve à immersion munie d'une porte sonde motorisé qui permet le déplacement de la sonde selon trois axes X,Y et Z,avec une précision d'un dixieme de millimètre.Il permet aussi la rotation du palpeur selon deux axes.

Ce qui donne une grande précision dans le choix de l'angle d'incidence



FigureIV.5 : Dispositif expérimental de caractérisation par ultrasons []

Calcul du champ proche :

Le calcul du champ proche est une étape indispensable afin de placer la pièce à contrôler en dehors de cette zone de grande turbulence (champ proche), où la réponse du signal ultrasonore varie grandement.

Le champ est donné par la relation suivante :

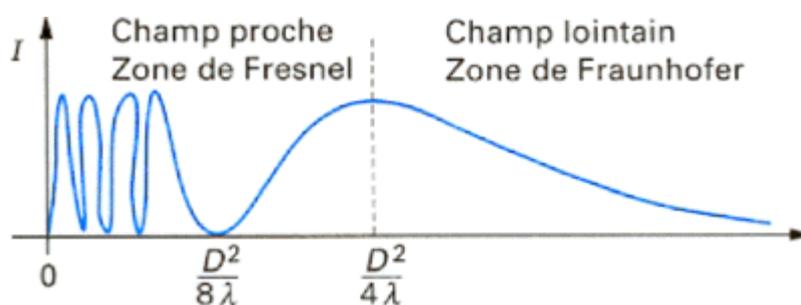
$$L = D^2 / 4\lambda$$

L : longueur du champ proche

D : diamètre du palpeur $D = 0.375''$

λ : longueur d'onde avec $\lambda = \frac{v}{f} = \frac{1480}{5} \times 10^{-6}$

$L = 76.6\text{mm}$



On place la pièce dans la cuve d'immersion et on ajuste la distance entre le palpeur et la pièce $L = 76.6\text{mm}$ afin d'obtenir le spectre maximal.

IV.5.2. Calcul de la vitesse et de l'atténuation des ondes ultrasonores:

La méthode de mesure utilisée est basée sur l'analyse des spectres d'amplitude et de phase des signaux enregistrés pour en déduire la valeur de la vitesse de phase et de l'atténuation en fonction de la fréquence. Les deux signaux acquièrent : le signal de référence, enregistré après une simple propagation dans l'eau et le signal enregistré sur le même trajet ultrasonore mais avec l'échantillon qui est placé dans le même axe que le palpeur.

La forme du signal peut également être modifiée par le phénomène de dispersion, qui correspond à une variation de la vitesse en fonction de la fréquence.

D'autre part, la différence d'impédance acoustique entre l'eau et le matériau entraîne la réflexion d'une partie de l'énergie incidente à chaque interface.

Cette perte d'énergie due aux réflexions aux interfaces est dissociée de l'atténuation intrinsèque, que nous cherchons à mesurer.

Les courbes $I=f(t)$ obtenues sur l'oscilloscope ont la forme présentée sur la **figure IV.6A** partir de ces courbes, nous pouvons calculer la vitesse en utilisant deux échos et en mesurant le temps Δt entre les deux maxima. La vitesse est donnée par la formule suivante :

$$V = \frac{2x}{\Delta t} \left(\frac{m}{s} \right)$$

Avec : V est la vitesse en m/s.

x est l'épaisseur de la pièce.

Δt est la différence entre le temps de l'écho de face et le temps de l'écho de fond.

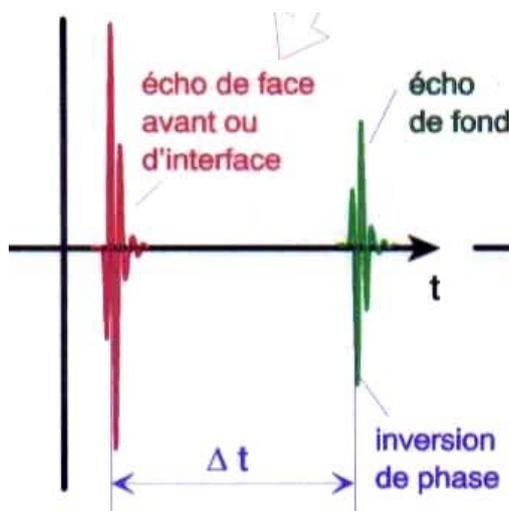


Figure IV.6 : Oscillogramme

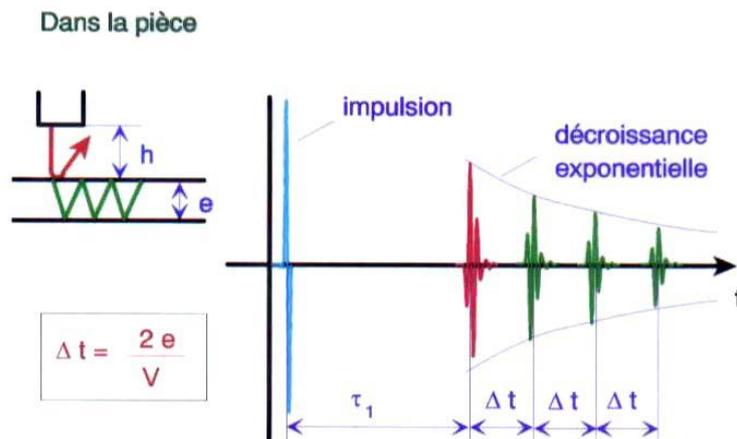
Le coefficient d'atténuation α est calculé en déterminant l'intensité du premier écho ainsi que celle du deuxième écho, de crête à crête. En utilisant le logiciel **ORIGINLAB** pour une bonne précision des valeurs d'intensité et du temps, l'application de la formule ci-dessous nous a permis de calculer le coefficient d'atténuation :

$$\alpha = \frac{1}{x} \ln \frac{I_0}{I_1}$$

Avec : x est l'épaisseur de la pièce.

I_0 intensité incidente.

I_1 intensité transmise.



IV.5.3. Mesure de la dureté :

La dureté des échantillons est mesurée en utilisant la dureté Vickers avec une force F de 10 Kgf, à la température ambiante à l'aide d'un duromètre de marque **NEMESIS 9000** UNIVERSELLE. Un identeur formé d'une pyramide en diamant soumise à la force F pénètre à la surface polie de l'échantillon. La diagonale des empreintes est mesurée à l'aide d'une reglette micrométrique associée à l'écran du duromètre. Pour chaque échantillon nous avons pris la moyenne de trois mesures effectuées

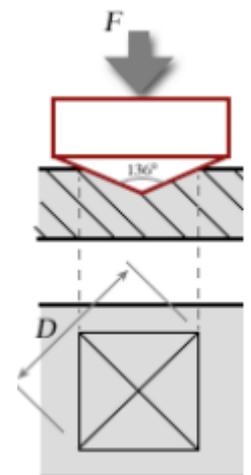
La formule suivante est utilisée pour calculer la valeur de la dureté HV :

$$HV = 1.854 F/D^2$$

Ou :

F : la charge appliquée (Kgf)

D_m : la diagonale de l'empreinte (mm).



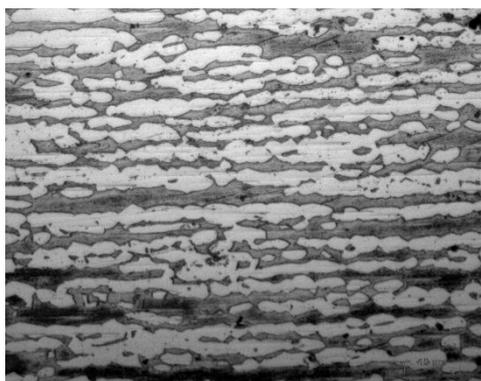
V.1. Métallographie :

Nous avons étudié par métallographie, cinq échantillons d'un même acier duplex 2205, chacun ayant subi un traitement thermique d'hypertrempe à différentes températures.

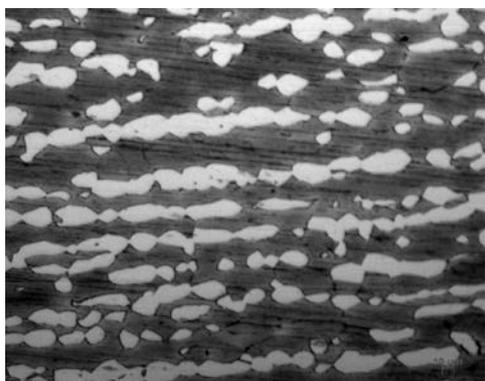
L'examen au microscope optique a révélé les microstructures présentées sur la **figure V.1**; Tous les échantillons présentent une structure biphasée d'austénite γ , sous forme d'ilots allongés dans une matrice de ferrite α .

On constate que :

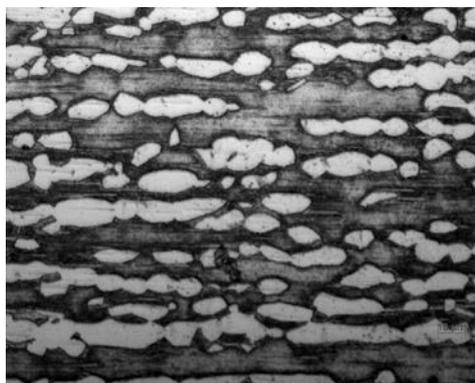
- Globalement quand la température augmente, la taille des ilots augmente, exemple l'échantillon A à une structure plus fine que les autres (A, B, C et D)
- Pour un temps constant d'une heure, les plages ferritiques augmentent de façon perceptible, au dépend de l'austénite, lorsque la température augmente.
- Pour une température constante, on remarque que les ilots austénitiques augmentent avec le temps, ceci est marqué pour la température de 1240°C.



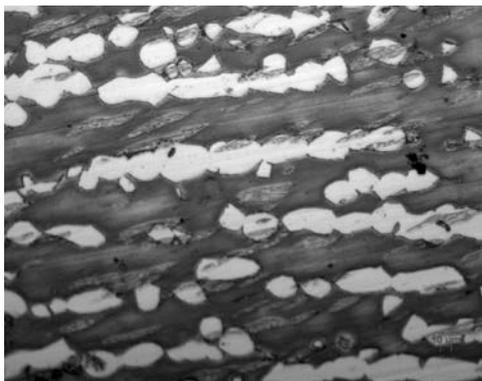
A 1100° 1h



B 1170° 1h



C 1170° 2h



D1 1240° 1h



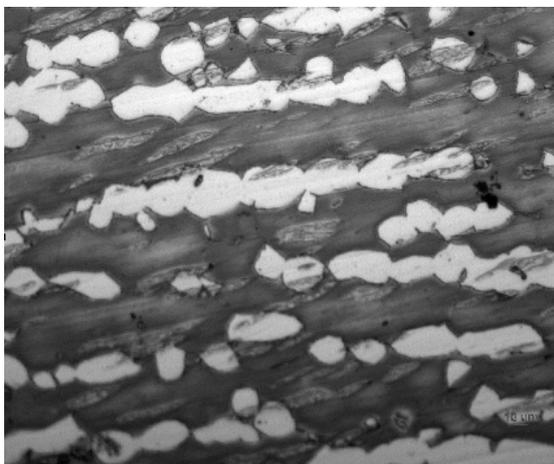
E1 1240° 2h

FigV.1 : Microstructures des différents échantillons grossissement 200X

V.2. Calcul du taux de ferrite :

Les proportions de phases austénitique et ferritique ont été déterminées en utilisant le logiciel **IMAGEJ** qui est un outil de traitement d'image. Le taux de ferrite est calculé à partir de l'aire des îlots ferritiques divisées par l'aire totale de l'image numérisée.

Les calculs sont faits en effectuant la moyenne sur trois échantillons différents pour chaque température.

**Figure V.2** : Image réelle et image numérisée

Le tableau ci-dessous illustre les résultats obtenus après calcul :

Code échantillon	Température de traitement thermique	Durée de traitement thermique	Taux moyen de ferrite (%)
A	1100°C	1 h	55.33
B	1170°C	1 h	61.75
C	1170°C	2 h	54.54
D	1240°C	1 h	70.55
E	1240°C	2 h	47.30

On constate que :

- Pour une heure de traitement, le taux de ferrite augmente avec la température.
- Pour une même température, le taux de ferrite diminue avec le temps de maintien.

L'augmentation du taux de ferrite avec la température peut être expliquée par le diagramme d'équilibre pseudo binaire : plus T augmente plus on se rapproche du domaine δ .

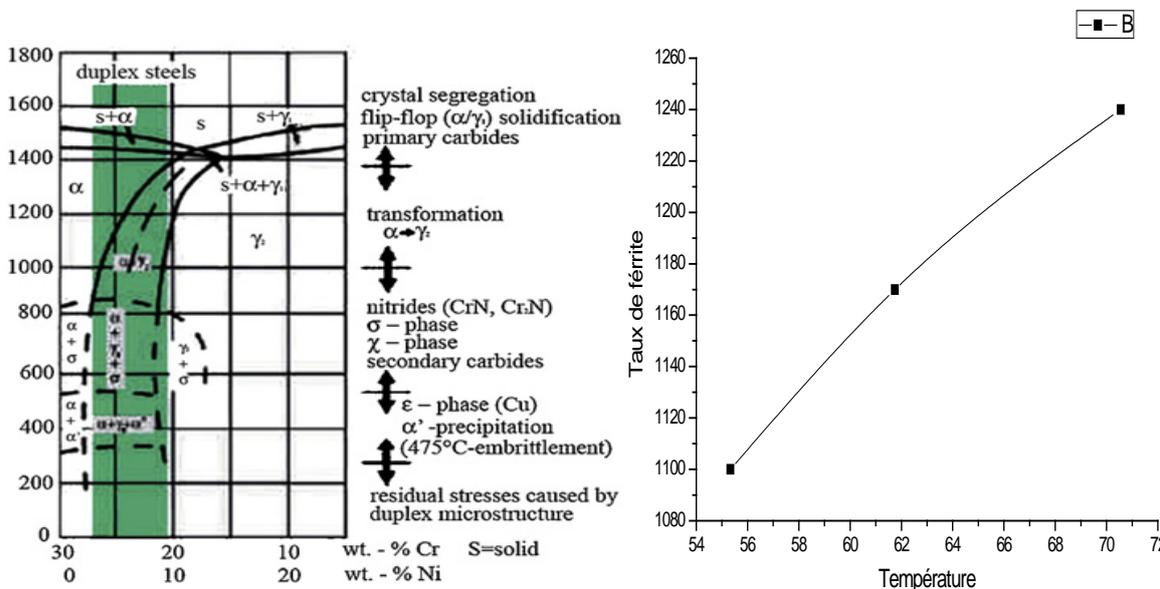


Figure V.3 : Coupe pseudo-binaire du diagramme d'équilibre ternaire fer-chrome-nickel

V.3.La dureté:

Après avoir pris trois mesures sur chaque échantillon, nous avons obtenu les valeurs de la dureté moyenne HV donnée dans le tableau suivant :

Code échantillon	Température de traitement thermique	Durée de traitement thermique	Dureté HV
A	1100°C	1 h	268.58
B	1170°C	1 h	276.83
C	1170°C	2 h	272.91
D	1240°C	1 h	300.63
E	1240°C	2 h	278.35

Après un traitement thermique d'une heure à des températures comprises entre 1000 et 1240°C, on constate un durcissement de l'acier.

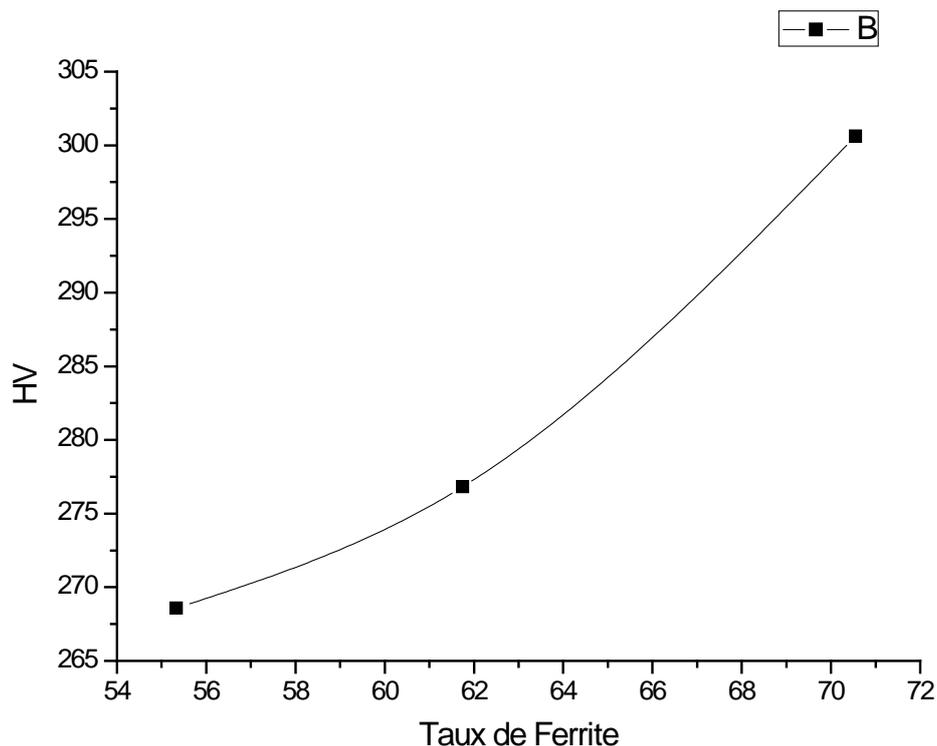


Figure V.4 : $\text{Courbe } HV = fct(\text{taux de ferrite})$

La courbe de la **figure V.4** montre une évolution croissante de la dureté avec le taux de ferrite, pour un temps de traitement d'une heure. Ceci est normal puisque la ferrite est une phase plus dure que l'austénite. Un maximum de dureté est obtenu lorsque le taux de ferrite atteint 70% (échantillon D).

Pour une même température, la dureté décroît légèrement avec le temps comme on le voit pour les échantillons :B et C et les échantillons D et E.

V.4.La vitesse et l'atténuation :

Les oscillogrammes, courbes $I=f(t)$ (I intensité du signal en fonction du temps), obtenues sur l'oscilloscope, pour les différents échantillons sont présentés sur la **figure VI.5**. Les différents échos représentent les ondes réfléchies par le fond de l'éprouvette qui effectuent des allers retours et on voit bien la diminution de l'intensité du signal due à l'atténuation par le matériau. A partir de ces courbes, nous avons calculé la vitesse V des ondes ultrasonores dans les différents échantillons en utilisant la formule suivante :

Le coefficient d'atténuation α est calculé à partir de :

$$\alpha = \frac{1}{x} \ln \frac{I_0}{I_1}$$

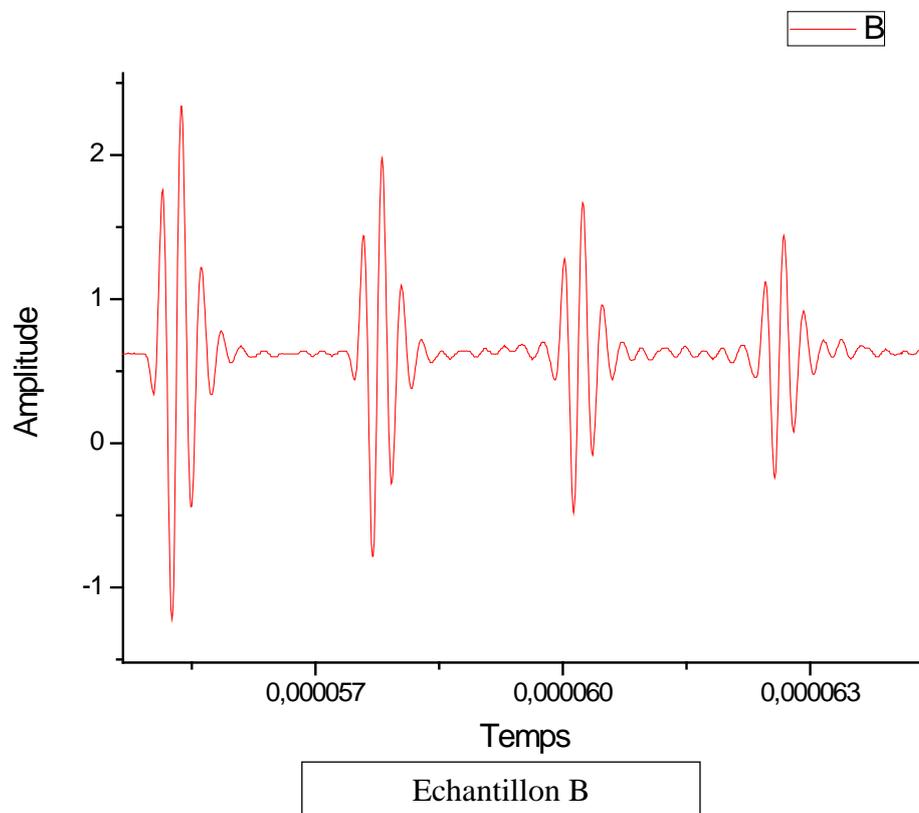
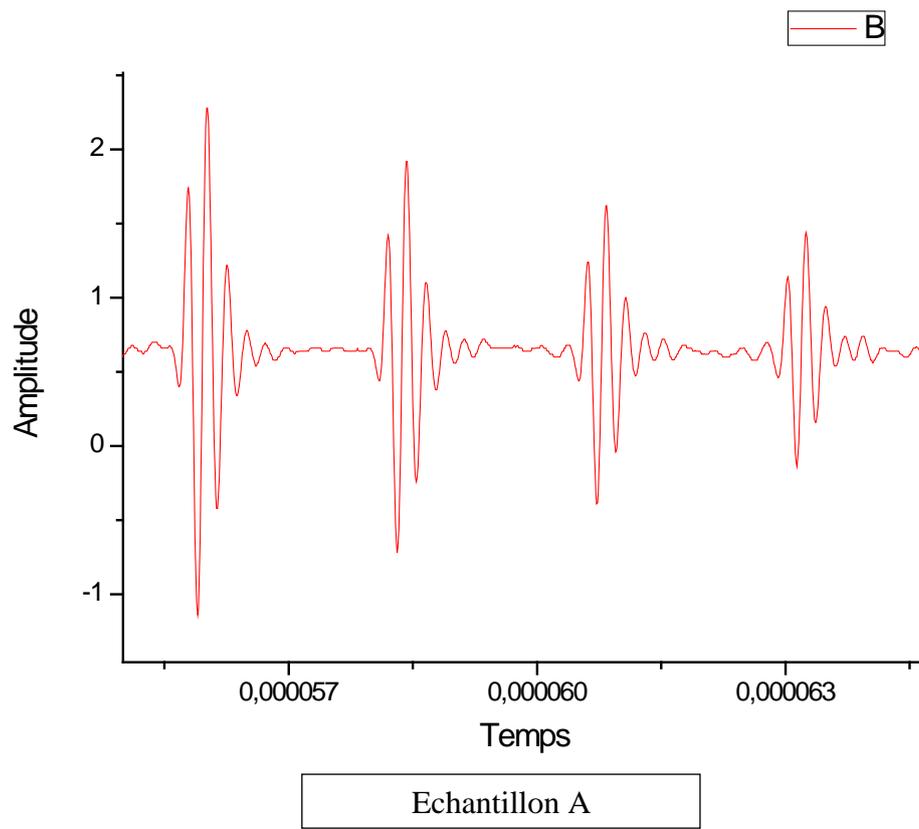
Avec : x est l'épaisseur de la pièce.

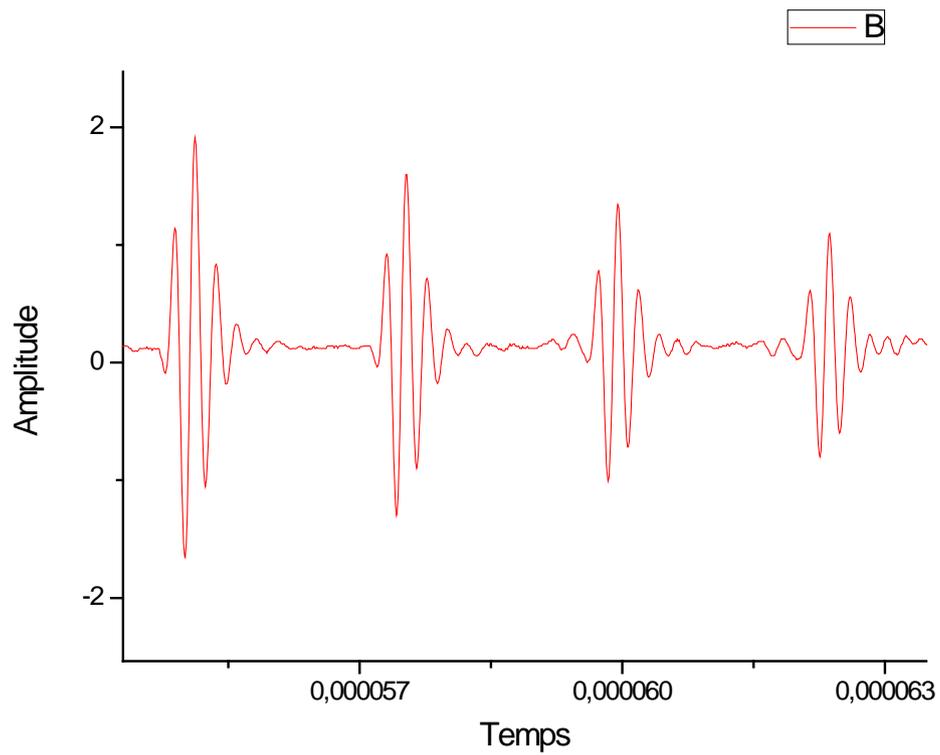
δt : temps entre deux échos

I_0 : l'intensité du premier écho

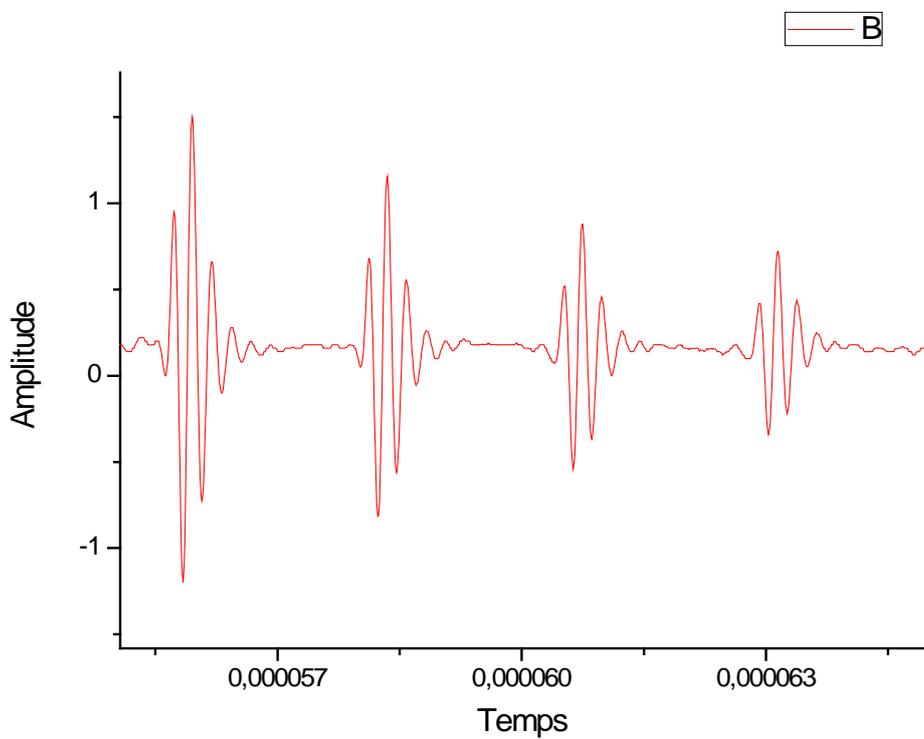
I_1 : l'intensité du deuxième écho

I et I_0 sont mesurés de crête à crête en utilisant le logiciel **ORIGINLAB**





Echantillon C



Echantillon E

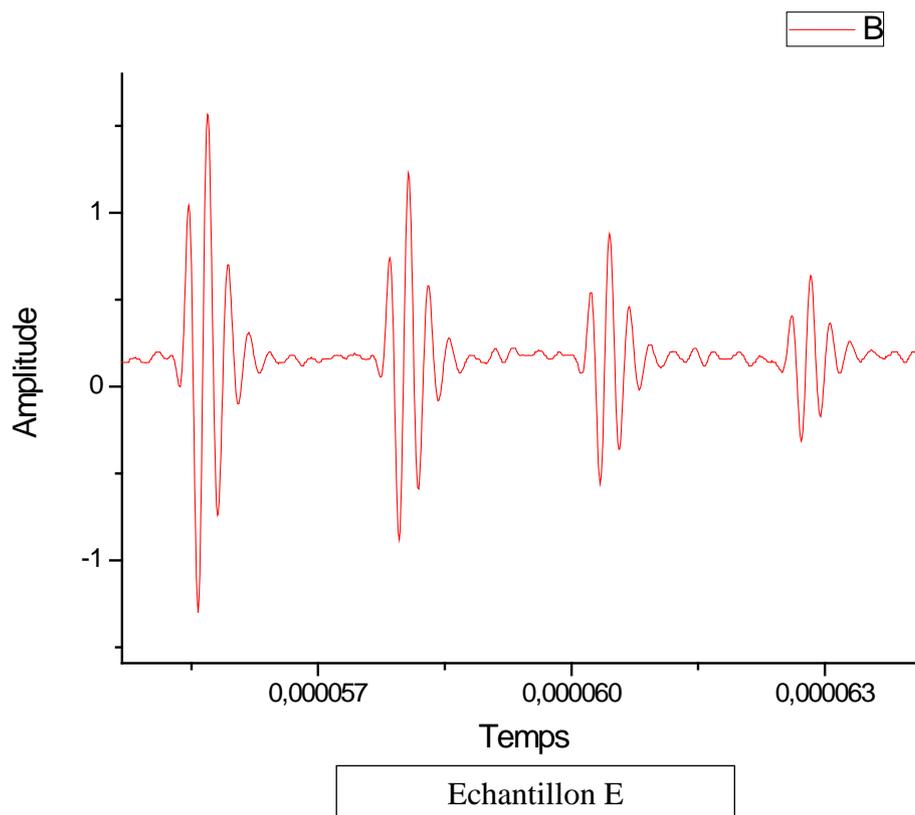


Figure V.5 : Oscillogrammes des échantillons A, B, C, D et E

Les résultats de la vitesse longitudinale et du coefficient d'atténuation α sont donnés dans le tableau suivant :

Code échantillon	Température de traitement thermique	Durée de traitement thermique	Coefficient d'atténuation α (dB/Cm)	Vitesse (m/s)	Taux moyen de ferrite (%)
A	1100°C	1 h	3.51	5752.56	55.33
B	1170°C	1 h	3.72	5674.48	61.75
C	1170°C	2 h	3.43	5762.23	54.54
D	1240°C	1 h	4.34	5774.05	70.55
E	1240°C	2 h	4.44	5702.57	47.30

A partir du tableau nous avons représenté la courbe de variation de la vitesse avec le taux de ferrite et la courbe de variation du coefficient d'atténuation avec le taux de ferrite pour les échantillons ayant subi une heure de traitement à différentes températures.

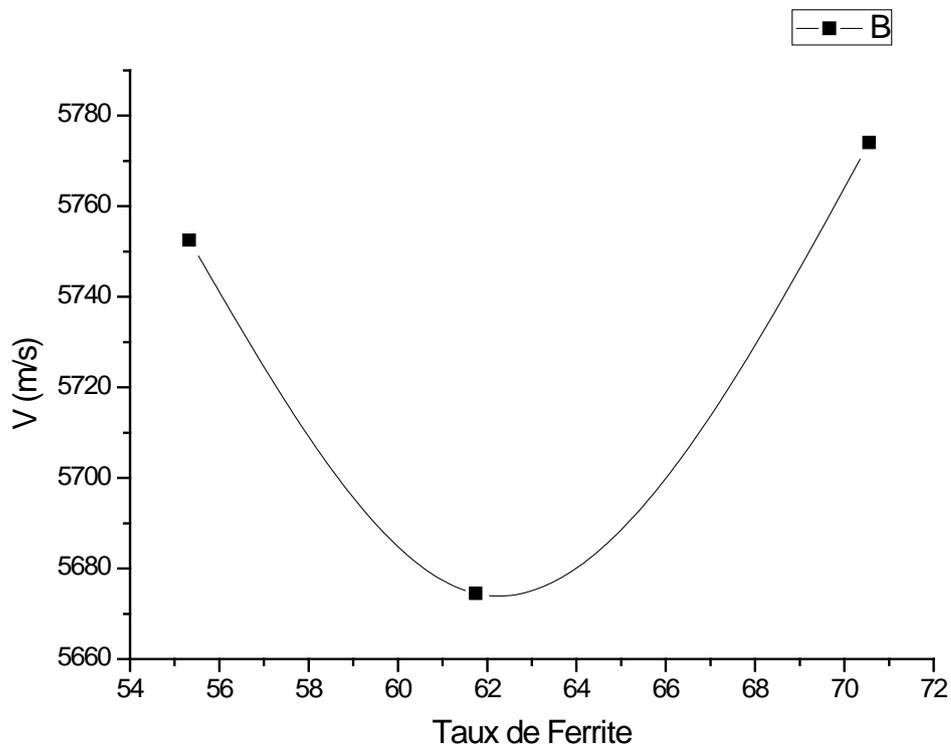


Figure V.6 : Courbe $V = f(\text{taux de ferrite})$

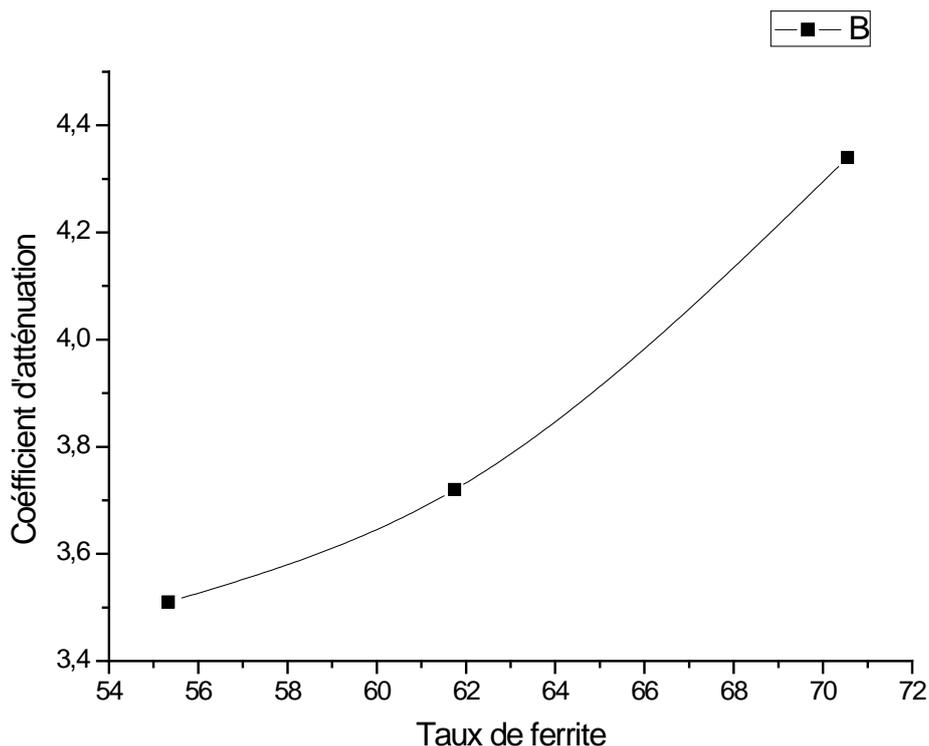


Figure V.7 : $\alpha = f(\text{taux de ferrite})$

V.5. Analyse des résultats :

Les résultats expérimentaux montrent que pour :

L'atténuation :

Sur la courbe $\alpha = f(\text{taux de ferrite})$, il est clair que lorsque le taux de ferrite augmente, le coefficient d'atténuation augmente pour les échantillons A, B et D, cette augmentation est similaire à la dureté. On peut dire donc que la ferrite a une plus grande dispersion pour les ultrasons que l'austénite, exception faite pour l'échantillon E. Le temps de maintien de 2h peut introduire d'autres modifications, à part la proportion des phases dans l'acier.

Vitesse longitudinale :

La vitesse longitudinale des ondes ultrasonores est affectée par la modification structurale du matériau, elle varie de la même façon que la dureté pour des taux de ferrite supérieurs à 60%. En effet, la propagation des ondes dépend des propriétés mécaniques du matériau et de la densité. Les traitements thermiques affectent la microstructure, puisque on

voit un changement des proportions des phases. En même temps, la vitesse des ultrasons varie mais la courbe n'est pas régulière.

Conclusion :

Nous constatons que l'évolution de la courbe donnant le coefficient d'atténuation des ondes longitudinales est similaire à celle de la dureté. La dureté augmente avec le taux de ferrite, il en est de même pour l'atténuation.

Nous pouvons conclure que la mesure du coefficient d'atténuation des ondes longitudinales permet de remonter à la dureté.

Ces résultats expérimentaux, sont conformes à la théorie et conforme aux travaux de K.Vijayalakshmi, V.Muthupandi, R.Jayachitra (influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel).

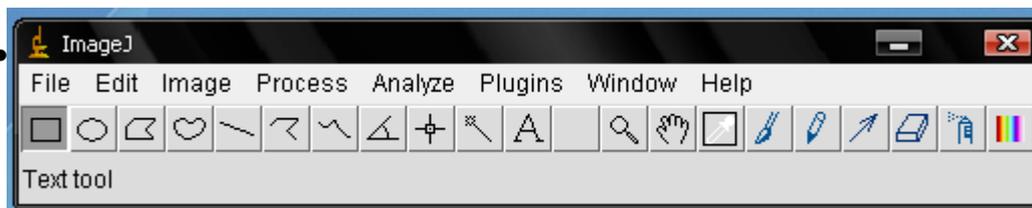
En conclusion, ce travail expérimental montre que la simple mesure du coefficient d'atténuation des ondes longitudinales dans un acier duplex 2205 permet de caractériser sa dureté et même les traitements thermiques subis par ce matériau.

Annexe 1

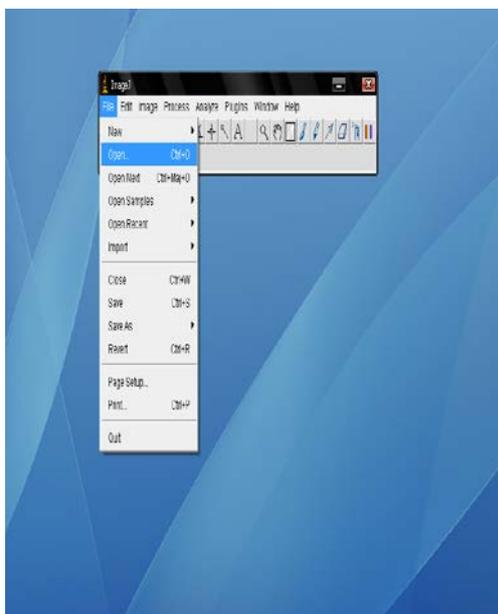
Calcul de taux de ferrite :

Le calcul du taux de ferrite a été fait à l'aide du logiciel du calcul IMAGEJ de la façon suivante :

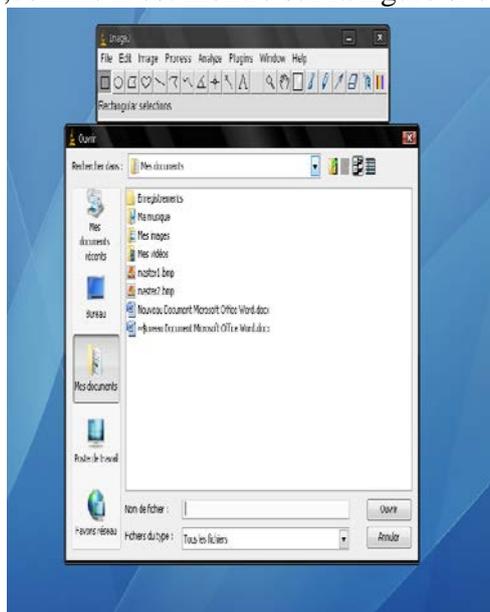
- Le logiciel est présenté comme suit :



ouvrir une photo on suit le processus suivant :



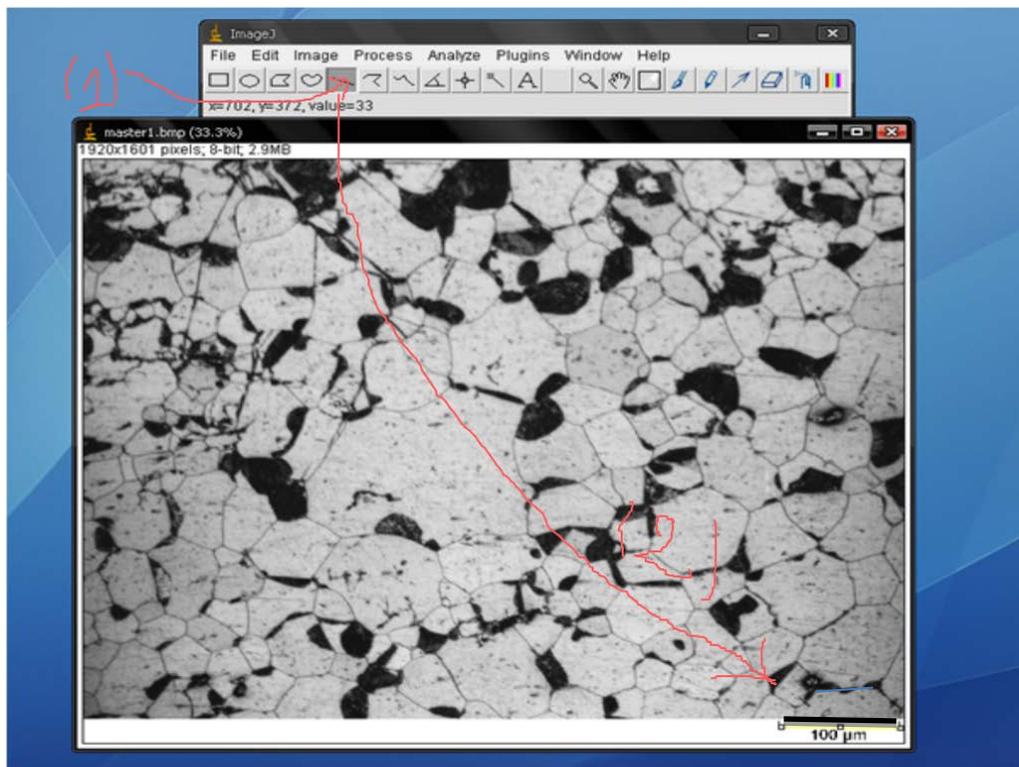
File / open / ‘ sélectionné la photo ’ **ouvrir**, comme il est montré sur la figure si dessous.



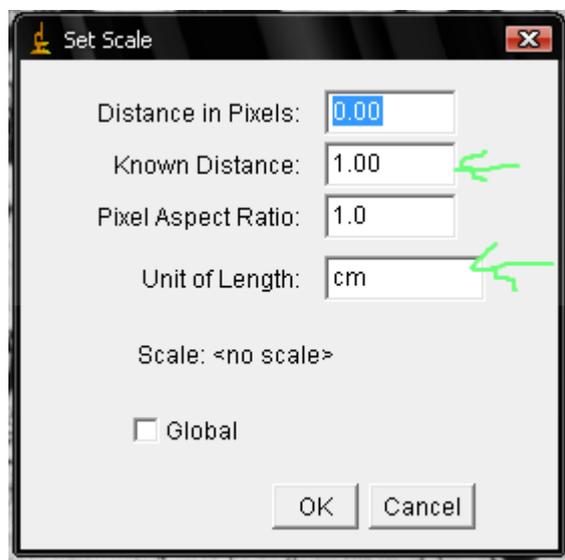
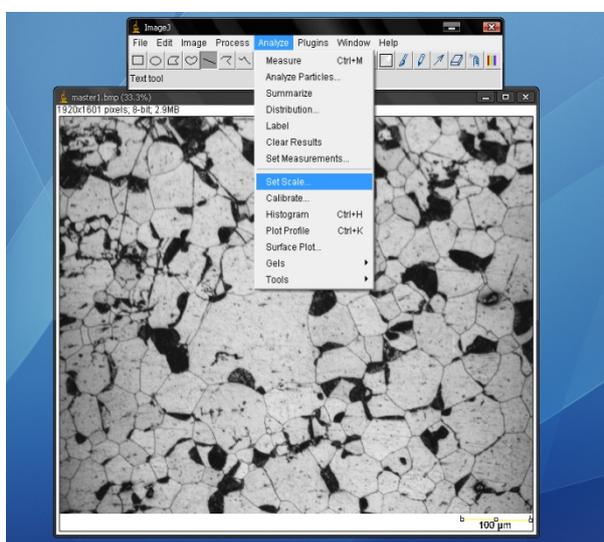
N.B : l'extension des photos doit être soit *.tiff* ou *.bmp* c'est-à-dire :

- Nom de la photo.*tiff*
- Nom de la photo.

- Dès qu'on a la photo on doit calibrer l'échèle pour ce là on suit les étapes suivantes :



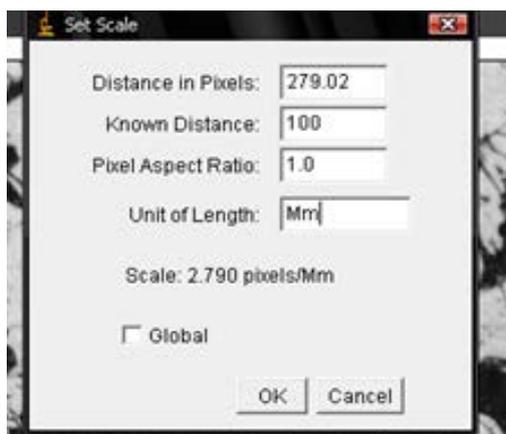
Au dessous de la ligne noire est écrit 100Mm donc on suit le chemin suivant : **ANALYZE / SET SCALE**



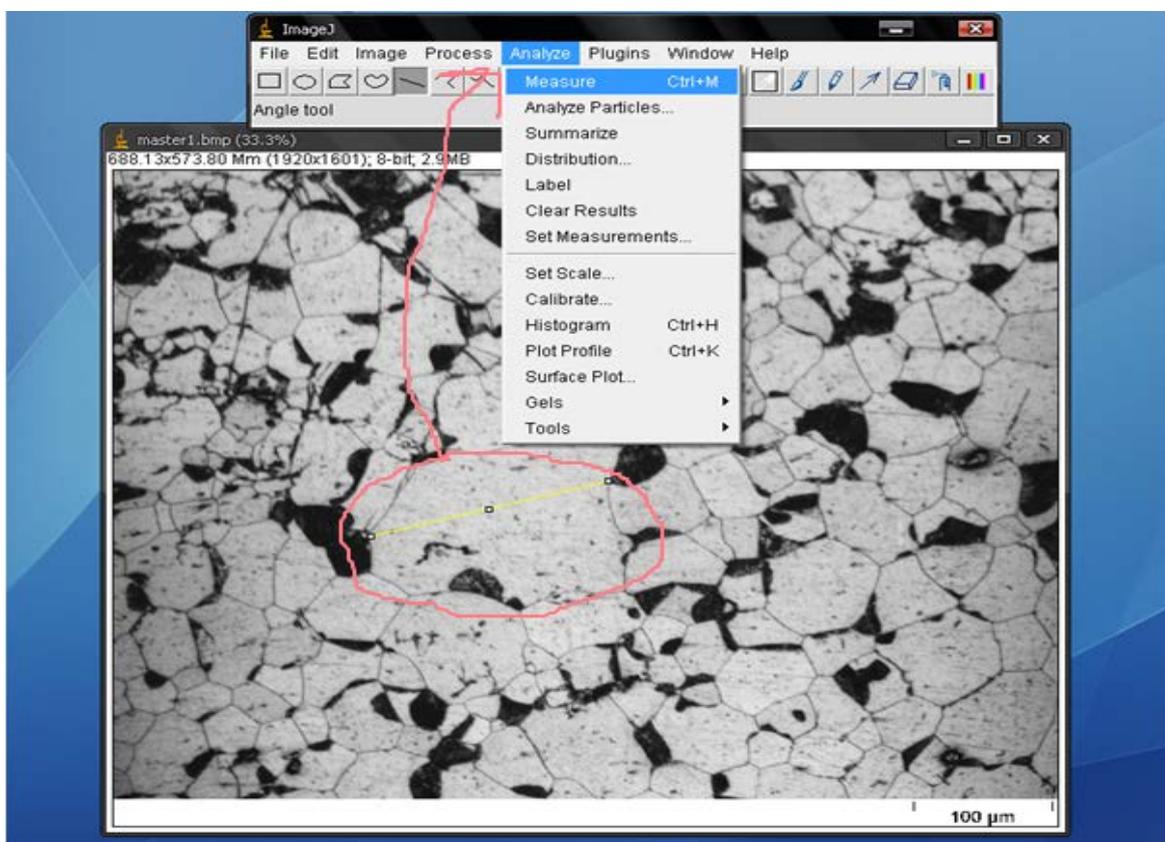
Puisque on a $100\mu\text{m}$, on introduit cette valeur dans la deuxième case ‘ **known distance** ‘.

Et l’unité c’est le **μm** pas le **cm** donc on remplace le cm par le μm dans la quatrième case ‘ unit of length ‘.

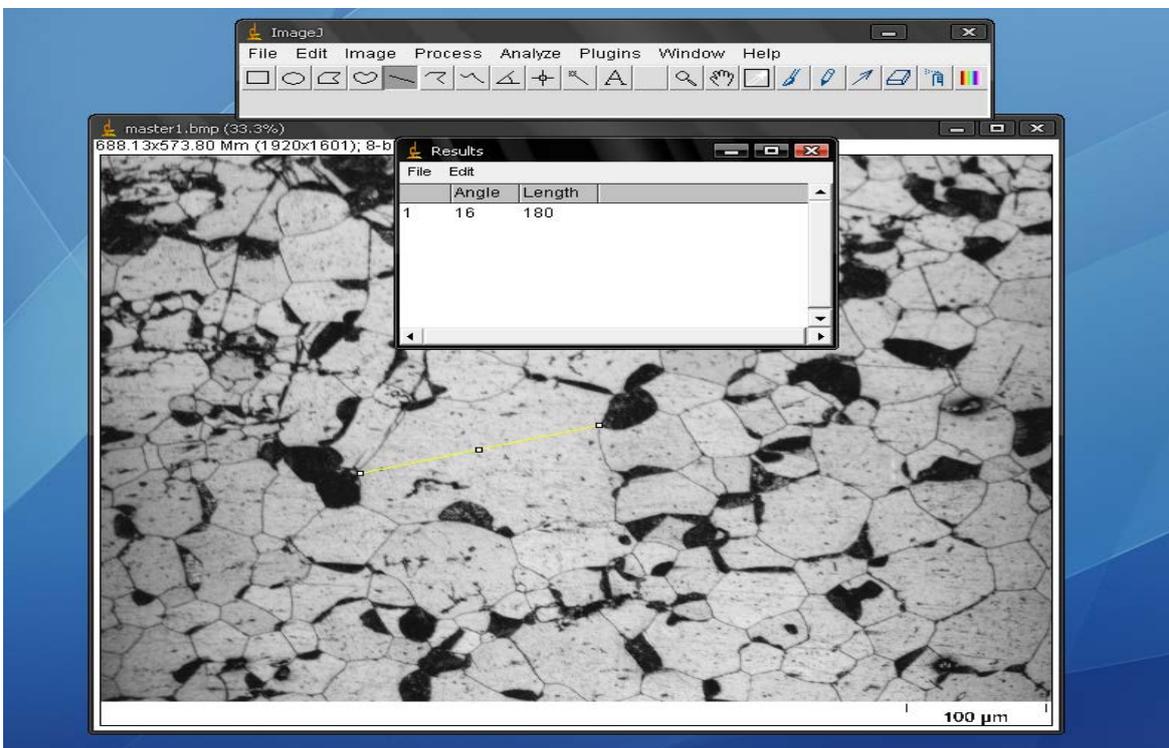
On aura par la suite :



Donc on peut mesurer la taille de n’importe quel grain.

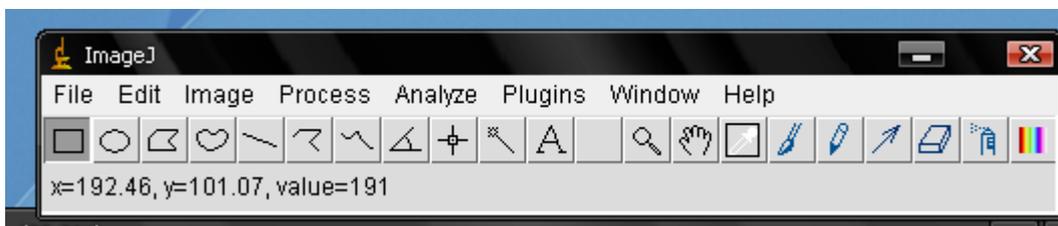


Quand on appuis sur **measure** on aura un **tableau** qui affiche le résultat, dans ce cas la longueur de grain par exemple.

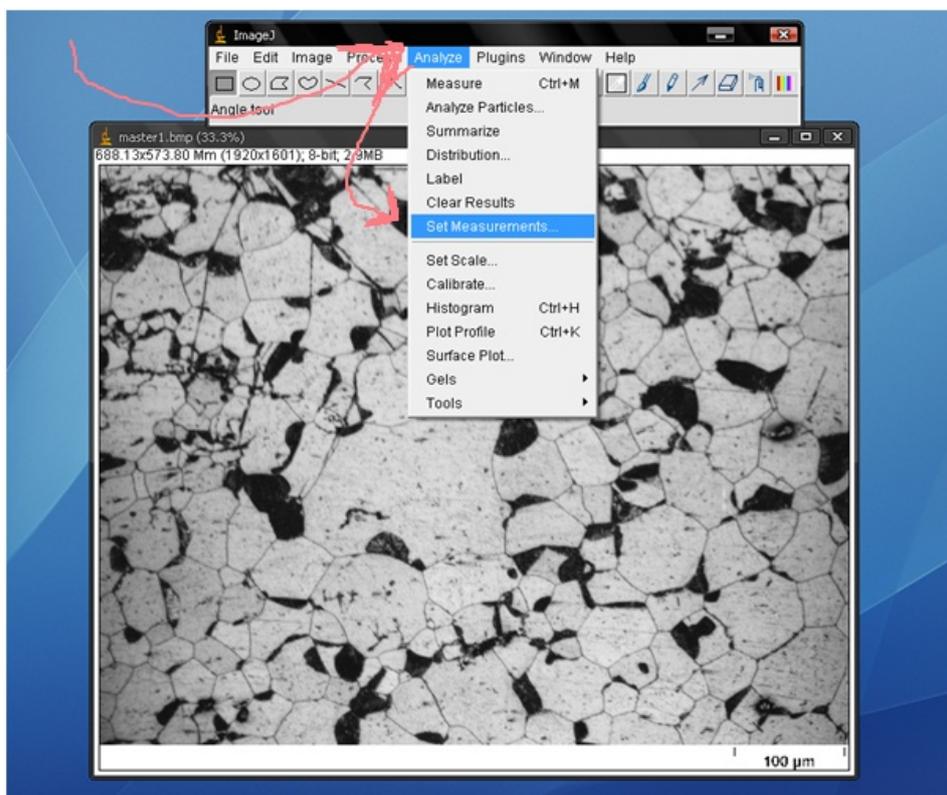


Pour calculer la taille moyenne on sélectionne un segment qui contient un certain nombre de grains et on divise la longueur de ce segment par le nombre de grains qu'il contient; donc on a la taille moyenne.

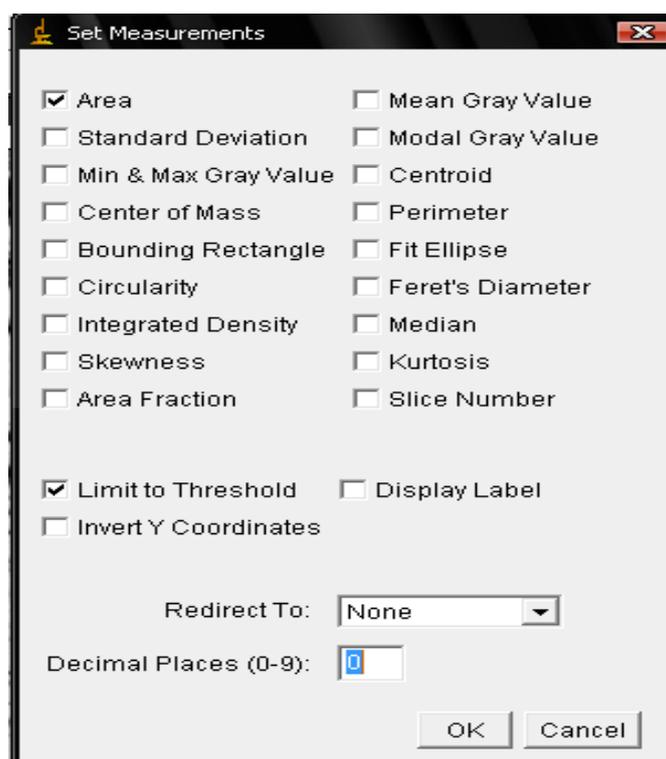
- Pour calculer la surface on sélectionne la première case comme suit :



Dans le cas où la surface n'existe pas dans le tableau de mesure on suit les étapes suivantes :



On aura un tableau qui contient tout les paramètres :



On sélectionne

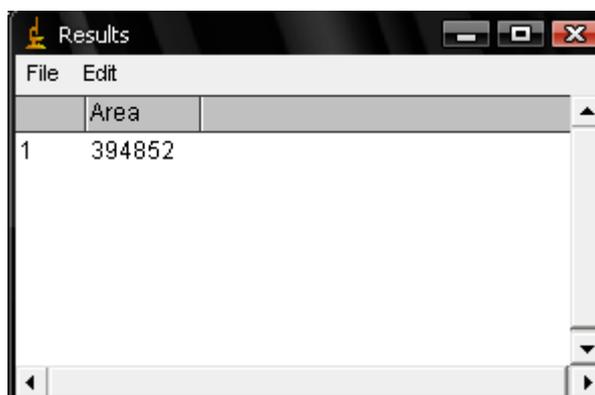
ce qu'on veut et on

appuis sur **OK**.

Donc pour avoir la surface on selectionne la premiere case et on appuis sur la photo en suite :

analyze / mesure .

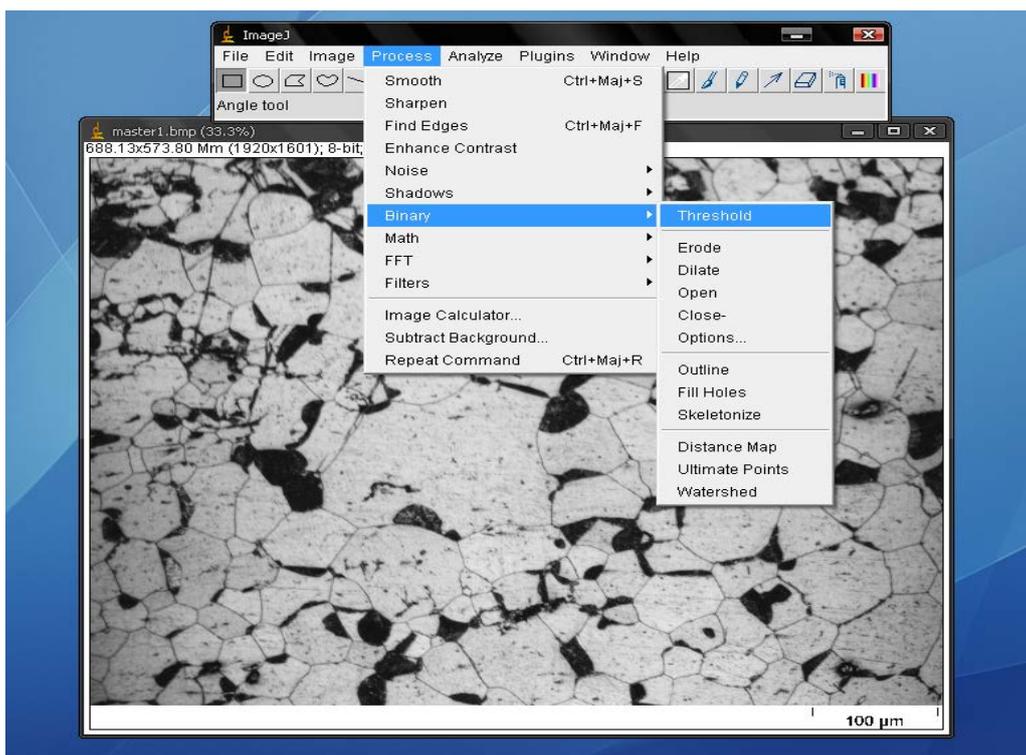
On aura le tableau des resultats.



	Area
1	394852

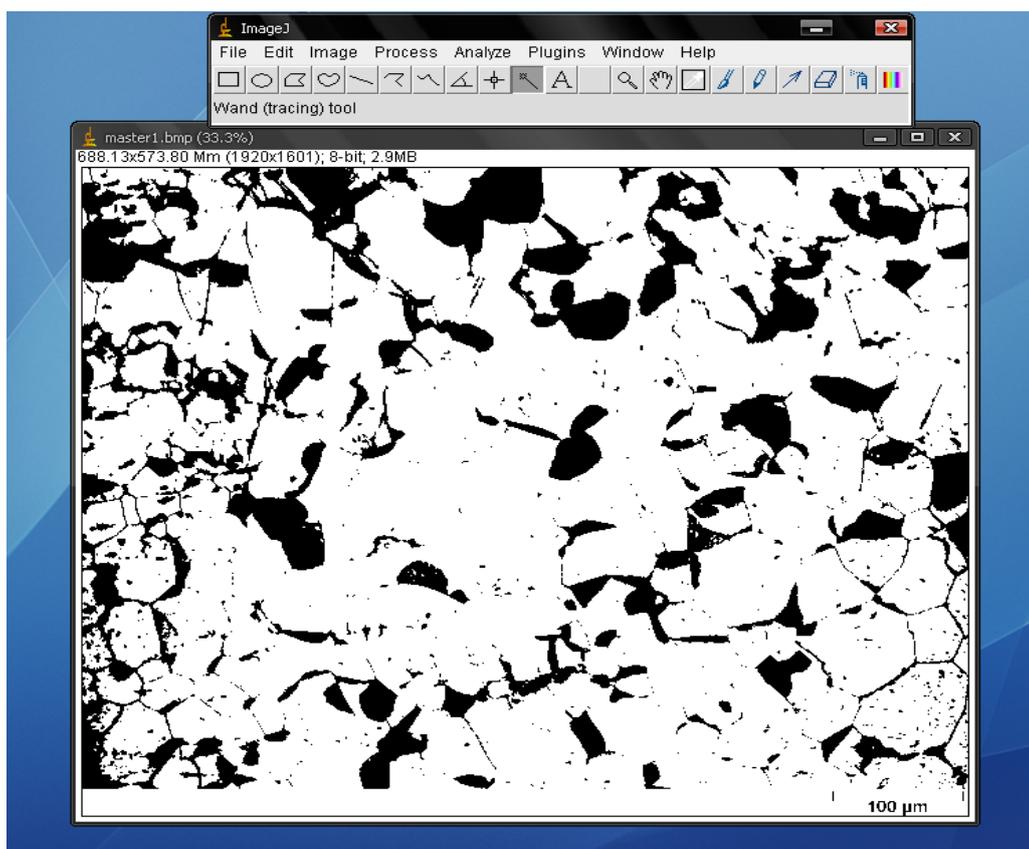
Dans notre cas la surface est = 394852 mm²

- Pour calculer la fraction massique ou volumique on suit le processus suivant :
 Dans un premier temps on va jouer sur le contraste pour avoir seulement deux couleurs ça nous permet d'identifier les deux phases dont on va calculer leur fraction

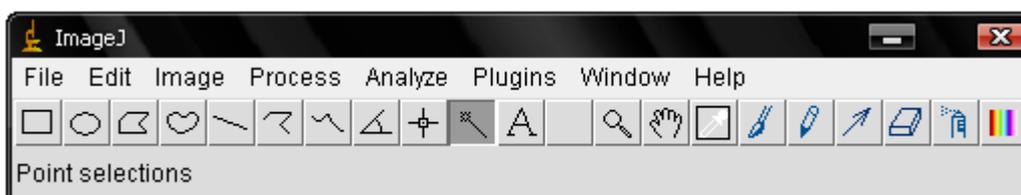


*Proc
ess /
bina
ry /
thre
shol
d.*

On aura l'image suivante :

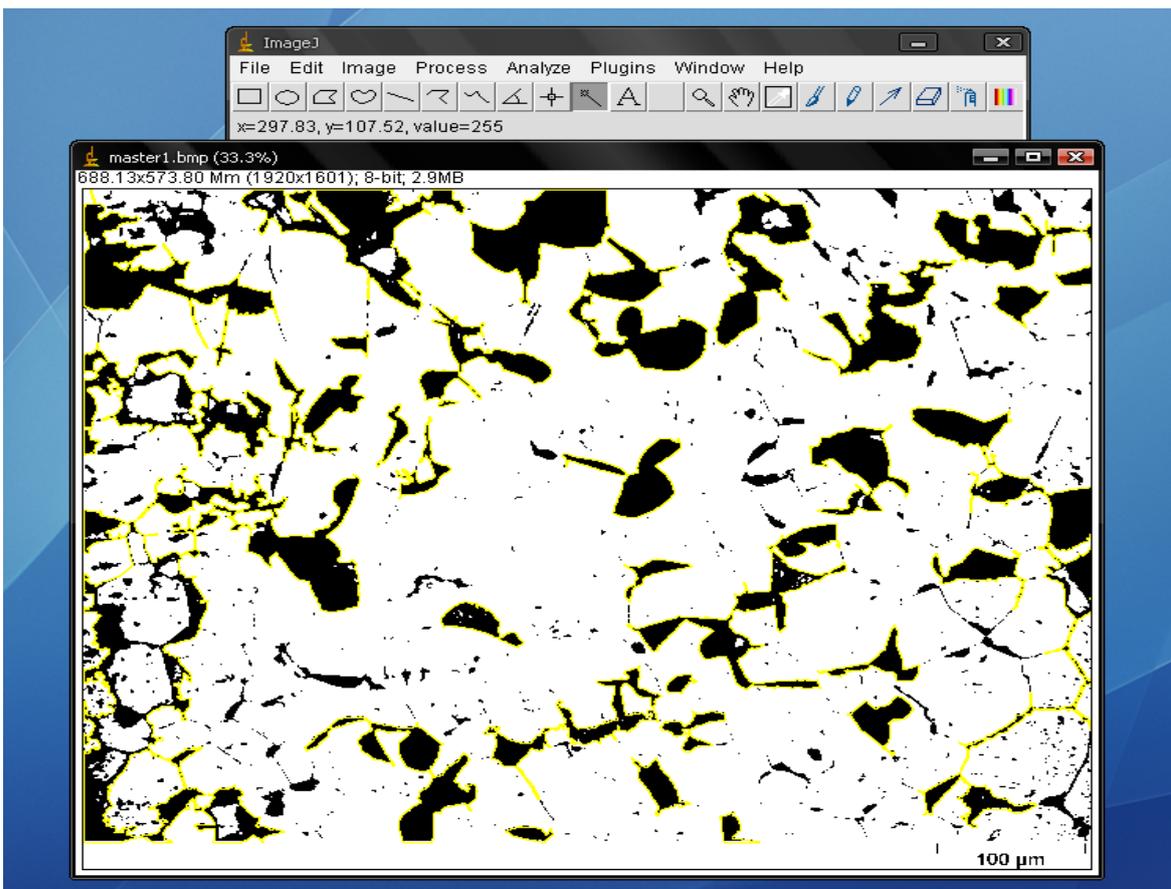


Pour calculer la fraction massique de la phase noire on selectionne la 10^{ème} case comme suit :



N.B: On suite on appui sur les différentes partie de la zone noir appuyant toujours sur le bouton shift de clavier.

On aura :



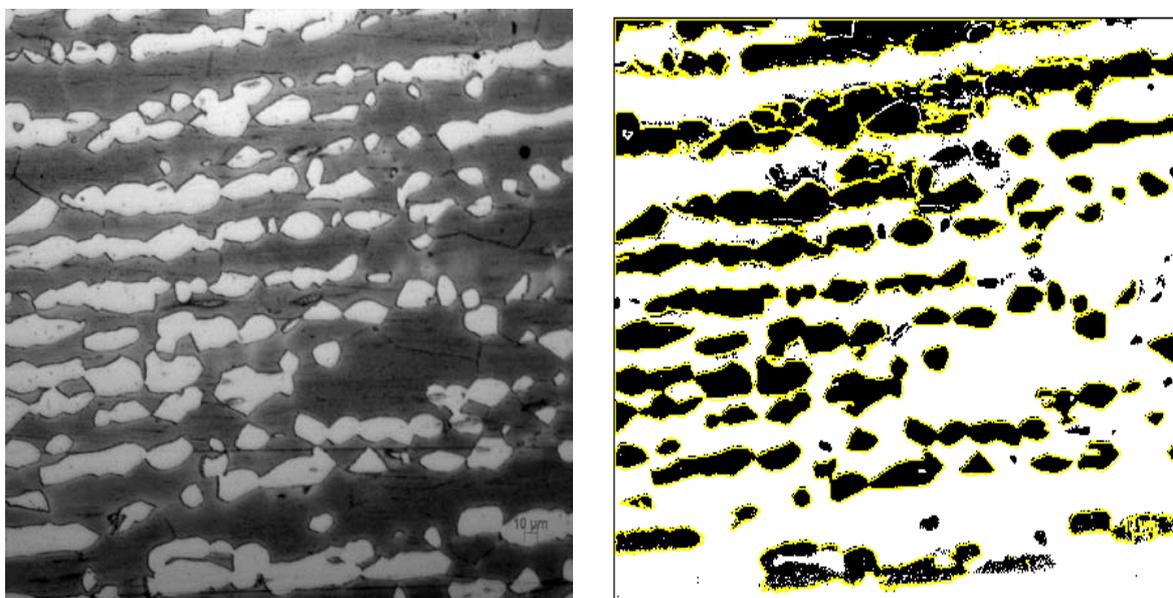
Et pour afficher le résultat :



The screenshot shows the ImageJ Results window. The window title is 'Results'. The menu bar includes File and Edit. The table below shows the results of a measurement:

File	Edit
1	71480

Pour avoir la fraction on divise la surface de la phase noire par la surface totale.
 Nous prenons comme exemple la microstructure de l'échantillon **B** (traité à la température de 1170 °C pendant une heure) ,obtenue après observation sous microscope optique :



Après calcul des différentes microstructure nous avons obtenue les résultats suivants :

	La surface totale	Alpha α	Gamma δ	% totale	α %	δ %
A1	1327104	791587	535517	100	59,647699	40,352301
A2	1332019	786518	545501	100	59,0470556	40,9529444
A3	1325857	706768	619089	100	53,3065029	46,6934971
B1	1332019	554450	777569	100	41,6247816	58,3752184
B2	1326080	935728	390352	100	70,5634653	29,4365347
B3	1328400	970566	357834	100	73,0627823	26,9372177
C1	1328938	821640	507298	100	61,8268121	38,1731879
C2	1334613	765446	569167	100	57,3534051	42,6465949
C3	1329696	591272	738424	100	44,4667052	55,5332948
D1	1318586	900670	417916	100	68,3057457	31,6942543
D2	1329965	921124	408841	100	69,2592662	30,7407338
D3	1328128	983796	344332	100	74,0738844	25,9261156
E1	1322195	640263	681932	100	51,5757509	48,4242491
E2	1320960	734167	586793	100	44,4217085	55,5782915
E3	1332090	720680	611410	100	45,8985504	54,1014496

Annexe 2

Calcul de la vitesse longitudinale :

Pour déterminer les vitesses longitudinales dans les différents échantillons nous avons mesuré la position temporelle à l'oscilloscope de plusieurs échos. Ensuite nous en avons déduit un temps moyen entre les échos, ce qui nous a ensuite permis de trouver les vitesses longitudinales.

Le temps moyen entre deux échos correspond au temps d'aller et retour du rayon émis par le transducteur dans l'échantillon d'acier duplex 2205. Ainsi le rayon a parcouru deux fois l'épaisseur e de l'échantillon d'acier. D'où $d = 2x$ et d , étant la distance parcourue par le rayon entre deux échos.

Pour cela nous avons utilisé la formule suivante :

$$V_L = \frac{d}{\Delta t} = \frac{2x}{\Delta t}$$

Le tableau suivant illustre les résultats obtenus :

	t0	t1	Δt	$t \cdot e^{-5}$	$(2e \cdot 0,001) / \Delta t$	vitesse
écho A	4,2848	4,5234	0,2386	2,386E-06	5783,738474	5752,56575
	4,2448	4,486	0,2412	2,412E-06	5721,393035	
écho B	4,2612	4,5032	0,242	0,00000242	5702,479339	5674,48026
	4,249	4,4934	0,2444	2,444E-06	5646,481178	
écho C	4,13	4,368	0,238	0,00000238	5798,319328	5762,2302
	3,908	4,149	0,241	0,00000241	5726,141079	
écho D	3,904	4,143	0,239	0,00000239	5774,058577	5774,05858
	3,924	4,163	0,239	0,00000239	5774,058577	
écho E	3,905	4,146	0,241	0,00000241	5726,141079	5702,57671
	3,898	4,141	0,243	0,00000243	5679,012346	

Annexe 3

Calcul du coefficient d'atténuation :

Conclusion Générale

L'acier inoxydable Austénite-Ferritique (duplex) 2205, est un matériau largement utilisé dans diverses applications industrielles, pour ses propriétés mécaniques élevées et sa très bonne résistance à la corrosion.

Le choix de ce type d'acier dans notre travail lié à la possibilité d'obtenir des structures biphasées, avec différentes proportions des phases (ferrite et austénite) selon le traitement thermique. Ce qui conduit à des aciers de différentes microstructures et dureté.

L'objectif de ce travail est la caractérisation des microstructures obtenues après traitement thermique d'hypertrempe, avec la technique de contrôle non destructif par ultrasons, qui est devenu un outil efficace dans la caractérisation des matériaux.

Pour atteindre cet objectif notre travail se divise en deux parties :

- Caractérisation de la microstructure par les techniques classiques : métallographie et dureté.
- Caractérisation de la microstructure par la méthode d'échographie à ultrasons et la mesure du coefficient d'atténuation et de la vitesse longitudinale des ondes dans l'alliage.

Nous avons effectué des traitements thermiques d'hypertrempe sur cinq échantillons de l'acier 2205 à trois températures différentes (1100°, 1170° et 1240°) afin d'obtenir une structure biphasée (δ et α) sans la présence de phases intermétalliques (σ).

Nos essais nous ont permis d'obtenir les résultats suivants :

- L'étude métallographique a révélé que la microstructure des échantillons traités est biphasée, constituée de phases ferritiques et austénitiques, de différentes proportions.
- Le taux de ferrite augmente avec la température de traitement thermique.
- La dureté de l'acier augmente lorsque le taux de ferrite augmente.
- Le coefficient d'atténuation croît avec le taux de ferrite, ce qui indique que la ferrite possède un plus grand pouvoir d'absorption et de diffusion des ondes ultrasonores.
- Le coefficient d'atténuation varie dans le même sens que la dureté.
- La vitesse des ondes ultrasonores est également affectée par la microstructure. La variation est perceptible mais non régulière avec le taux de ferrite et la dureté.

Des essais complémentaires notamment des traitements thermiques permettraient de confirmer la relation entre le coefficient d'atténuation des ondes ultrasonores, la microstructure et la dureté.

- **Chapitre I : Aciers inoxydables**

[1/4] These de doctorat:Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel.

[2/3] Techniques de l'Ingénieur Aciers inoxydables - Critères de choix et structure m4540

[5/6/7] Traitement thermique des aciers inoxydables M1 155

[8/9/11] Guide pratique pour le travail des aciers inoxydables duplex, première édition.

[10] Acier inoxydable (technique de l'ingénieur)

[12/13/14/15] Guide pratique pour le travail des aciers inoxydables duplex

(<http://www.euro-inox.org/htm/P173.FR.html>)

- **Chapitre II : Traitement thermique des aciers duplex**

[1] R.Sanchez, I.Moreno, J.Almagro, Microstructural characterization and the effect of phases transformations on toughness of UNS S31 803 Duplex stainless steel aged treated at 850°C. Materials research Print version ISSN 1516-1439, Mat. Res. Vol.5 no.3 Sao Carlos, july/sept; 2002

[2] Techniques de l'Ingénieur- Traitements thermiques des aciers inoxydables- m1155

[3] Techniques de l'Ingénieur Aciers inoxydables - Critères de choix et structure m4540

- **Chapitre III : contrôle par ultrasons**

[1/7] These de doctorat: Etude de l'atténuation des ondes ultrasonores. Application au contrôle non-destructif des soudures en acier inoxydable austénitique

[2] Technique de l'ingénieur: évaluation non destructif de la qualité des matériaux partie.....M4 130-1

[3] C. Kittel, Introduction to Solid State Physics., Bordas, Paris, (1983)

[4] E. Dieulesaint, D. Royer, Ondes Élastiques dans les Solides: Application au Traitement du Signal, Ed Masson et Cie, (1974)

[5] A. B. Wood, A Textbook of sound. London, G. Bell and sons LTD, (1960)

[6] R. T. Beyer, S. V. Letcher, Physical ultrasonic. Academic Press., New York and London, (1969)

- [8] G. W. Farnell, Properties of Elastic Surface Waves, in Physical Acoustics VI, (Ed. Masson), Academic Press, London, (1970), p. 109
- [9] 10 A. Briggs, Acoustic Microscopy. Oxford Science Publication., Clarendon Press, Oxford, (1992)
- [10/11] Les ultra-sons en médecine
- [12] Etude de l'atténuation des ondes ultrasonores. Application au contrôle non destructif des Soudures en acier inoxydable austénitique
[Http://theses.insalyon.fr/publication/2006isal0129/these.pdf](http://theses.insalyon.fr/publication/2006isal0129/these.pdf)
- [13] Siminaire sur le controle par ultrasons
Entreprise nationale de grands travaux petroliers GTP-centre de soudure et d'expertise
- [14]materials science and engineering Influence of heat treatment on the microstructure ,ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel.