



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

Laboratoire de Traitement de Surfaces et Matériaux

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

Effet des traitements thermiques sur le comportement
microstructural et mécanique de l'acier inoxydable Lean
duplex 2101 lors du vieillissement.

Proposé et encadré par :
Mr. Belkessa Ibrahim
Co-encadré par :
Mme. Tahar Chaouch K

Réalisé par :
Bourahla Redha
Labadlia Abdellah

Remerciements :

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

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

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

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

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

Résumé :

Dans le cadre de ce projet de mémoire nous proposons par ce travail une étude sur le comportement microstructural et mécanique d'un acier inoxydable Lean Duplex LDSS 2101 lors de traitements thermiques réalisés en deux étapes : un traitement de mise en solution à une température de 1050°C pendant une heure puis une trempe à eau, suivi d'un traitement de vieillissement à 720°C à des différents temps de maintien (T = 10min, , 60min, 10h, 24h, , 120h, 240h) suivi d'une trempe à eau.

Les différents échantillons ont fait l'objet d'une caractérisation métallurgique par le biais de la microscopie optique et microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse par DRX a été utilisée pour l'identification des phases et précipités formés lors des traitements. Les traitements thermiques ont considérablement affecté l'équilibre des phases de l'acier inoxydable, causé par le phénomène de précipitations des nitrures et des carbures.

Une caractérisation micromécanique a été réalisée par des essais de nano-indentation pour la mesure de la dureté et du module de Young pour chaque phase pour les différents échantillons.

Abstract :

As part of this project of memory we propose by this work a study on the microstructural and mechanical behavior of a stainless steel Lean Duplex LDSS 2101 during heat treatments realized in two stages: a treatment of dissolution at a temperature of 1050 ° C for one hour then water quenching, followed by an aging treatment at 720 ° C at different holding times ($T = 10\text{min}, 60\text{min}, 10\text{h}, 24\text{h}, 120\text{h}, 240\text{h}$) followed by quenching to water.

The different samples are metallurgically characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM). XRD analysis was used to identify the phases and precipitates formed during the treatments. Thermal treatments have significantly affected the phase equilibrium of stainless steel, caused by nitrides and carbides precipitation phenomena.

Micromechanical characterization was performed by nano-indentation tests for the measurement of hardness and Young's modulus for each phase for the different samples.

ملخص:

ملخص:

في إطار مشروع الذاكرة نقترح من خلال هذا العمل، دراسة عن السلوك البنيوي والميكانيكي للفولاذ المقاوم للصدأ 2101. اثناء المعالجة الحرارية التي تم تحقيقها على مرحلتين:

معالجة المحاليل عند درجة حرارية 1050 درجة مئوية لمدة ساعة ثم تبرد بالماء، تليها معالجة الشيخوخة عند 720 درجة مئوية في اوقات احتجاز مختلفة (10 دقائق، 60 دقيقة، 10 ساعات، 24 ساعة، 120 ساعة، 240 ساعة) تليها تبريد بالماء.

ستخضع العينات الى فحص بالمجهر الضوئي والمجهر الالكتروني الماسح ثم استخدام DRX، لتحديد المراحل والرواسب التي تشكلت اثناء العلاج.

لقد اثرت المعالجات الحرارية بشكل كبير على توازن الطور من الفولاذ المقاوم للصدأ الناجم عن ظواهر الرواسب.

تم اجراء التوصيف الميكانيكي بواسطة اختبارات المسافة البادئية النانومترية لقياس الصلابة ومعامل يونغ لكل مرحلة للعينات المختلفة.

Sommaire

Chapitre I _ Synthèse bibliographique

I.1 Introduction.....	1
I.2 Les familles des aciers inoxydables.....	1
I.2.1 Aciers inoxydables ferritiques.....	2
I.2.2 Aciers inoxydables martensitiques.....	2
I.2.3 Aciers inoxydables austénitiques.....	3
I.2.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	3
I.3-Effet des principaux éléments d'alliage.....	4
I.4. La microstructure des aciers duplex	7
I.5 Partage des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite.....	8
I.6 Les transformations de phases.....	10
I.6.1 Transformations isothermes à hautes températures ($T > 1050^{\circ}\text{C}$).....	11
I.6.2 Transformations à températures ($600^{\circ}\text{C} < T \leq 1050^{\circ}\text{C}$).....	13
I.6.3 Transformations à basse température ($T < 600^{\circ}\text{C}$).....	19
I.7 Vieillessement des aciers Lean duplex.....	19

Chapitre II _ Procédures expérimentales

II.1 Le matériau étudié.....	21
II.2 Traitement thermique.....	21
II.3 Méthodes de caractérisation	22
II.4 Prélèvement des éprouvettes	22
II.5 Préparation métallographique de l'échantillon	23
II.6 Méthode d'examen métallographique	25
II.6.1 Observation par microscopie optique	25
II.6.2 Méthodes d'analyse des phases	26
II.6.3 Observation au MEB avec microanalyse	28
II.7 Caractérisation mécanique	29
II.7.1 Essais de microdureté.....	29

II.7.2 Nano indentation instrumentée.....31

Chapitre III _ Résultats et interprétations

III.1 Identification du métal de base.....34

 III.1.1 Analyse chimique34

 III.1.2 Matériau à l'état de réception.....34

III.2 Traitement thermique :35

 III.2.1 Traitement de mise en solution35

 III.2.2 Traitement de vieillissement.....36

III.3 Effet du vieillissement sur les proportions des phases α/γ et la répartition de l'élément d'alliage entre les phases.41

 III.3.1) Analyse par traitement d'image.....41

 III.3.2) Analyse par DRX.42

III.4 Effet du vieillissement sur les caractéristiques mécaniques 43

III.5 Essai de nano indentation.....44

Conclusion générale51

Référence52

Liste des figures

Figure 1.1 : Microstructures des aciers inoxydables ferritiques (a), martensitiques (b), austénitiques (c), et austéno-ferritiques (d).....	2
Figure 1.2. Microstructure d'aciers austéno-ferritiques moulé (a), laminé (b), et forgé (c). (Ferrite en sombre, austénite en clair).	8
Figure 1.3 a) coefficient de partage des aciers hypereux à l'eau. b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température.	9
Figure 1.4 Histoire thermique d'une plaque d'acier inoxydable duplex	10
Figure 1.5 Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni	11
Figure 1.6 effet de la température d'hyperreux et de la composition chimique sur les fractions volumiques des phases γ/δ	12
Figure 1.7 : Influence de certains éléments d'alliage sur les précipitations dans les aciers austéno-ferritiques.....	12
Figure 1.8 micrographies montrant la morphologie des précipités aux joints de grains γ/δ . dans le DSS 2101 vieilli à 690 ° C pendant 15 min	15
Figure 1.9 : a) diffusion des atomes d'éléments alpha-gènes du grain ferritique vers un germe σ b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite	15
Figure 1.10. Morphologie de phase Sigma à différentes températures de vieillissement	16
Figure 1.11 Formation de la phase σ et de l'austénite secondaire dans l'acier duplex 25 07, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes.....	11
Figure 1.12 Formation de la phase χ et croissance de la phase σ dans un DSS moulé.....	18
Figure 1.13 Courbes de fragilisation de différents aciers duplex, correspondant à une diminution de 50 % de la résilience par rapport aux valeurs après traitement d'hyperreux	20
Figure 2.1 Four et séquences du traitement thermique	22
Figure 2.2 Schématisation des éprouvettes et dimensions des échantillons	22
Figure 2.3 Enrobeuse à chaud STRVERS LABO-PRESS-1 et la résine utilisée	23
Figure 2.4 La polisseuse utilisée	24
Figure 2.5 Schématisation du dispositif d'attaque électrolytique	24
Figure 2.6 Le microscope optique NIKON ECLIPSE LV100NO.....	25
Figure 2.7 interface du logiciel ImageJ	26
Figure 2.8 Schéma descriptif de la diffraction EDX	27
Figure 2.9 Microscopie électronique à balayage équipé d'un détecteur de rayons X "EDS"(à dispersion d'énergie).	28
Figure 2.10 Microscope électronique à balayage.	29

Figure 2.11 Micro-Dureté Vickers	30
Figure 2.12 Microduromètre utilisé « WILSON VH 3300 »	30
Figure 2.13 Nano-indentation instrumenté et principe et représentation schématique de la courbe charge-déplacement.....	31
Figure 2.14 Géométrie d'un indenteur type Berkovich	32
Figure 3.1 Micrographie de la structure de l'acier LDX 2101 a l'état reçu sur la direction DL.....	35
Figure 3.2 Microstructure après traitement de mise en solution (hypertrempe).....	36
Figure 3.3 micrographie montrant les festons d'austénite secondaire Aux interfaces γ/α : vieillissement 10h à 720°C	37
Figure 3.4 Evolution microstructurale avec traitement de vieillissement pendant différents temps de maintiens.....	38
Figures 3.5 vieillissement 24heures.....	39
Figure 3.6. (a) Micrographie MEB d'un échantillon vieilli à 240h.....	39
Figure 3.6 (b) Micrographie MEB d'un échantillon vieilli à 720h.....	40
Figure 3.7 Spectre d'analyse EDS (spot.3 précipités) de l'échantillon vieilli pendant 10h	40
Figure 3.8 indexation DRX	42

Liste des tableaux

Tableau 1.1 Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables.....	1
Tableau 1.2 Composition chimique (% massique) des différentes nuances d'aciers inoxydables duplex.....	5
Tableau I.3 les différentes phases, intermétalliques, et précipités dans les aciers duplex et domaines d'existence.....	13
Tableau 1.4 Composition chimique des carbures M ₂₃ C en fonction du traitement thermique.....	14
Tableau 2.1 Caractéristiques des solutions d'attaque chimique.	25
Tableau 3.1 Composition chimique de l'acier inoxydable Lean duplex 2101.....	34
Tableau 3.2 Effet du vieillissement sur les proportions des phases.....	41
Tableau 3.3 Composition chimique des différentes phases.....	41
Tableau 3.4 : résultats de la micro dureté.....	43
Tableau 3.5 : résultats nano indentation pour l'acier 2101.	50

I.1 Introduction :

Les aciers inoxydables duplex sont des alliages Fe-Cr-Ni-Mo dont l'utilisation s'est fortement accrue depuis ces dix dernières années et de ce fait, ceux-ci ont été intensément étudiés, en particulier vis-à-vis de la stabilité microstructurale [4-40].

En effet, lors de maintiens en température, cette famille d'aciers est sensible à des phénomènes de précipitation et de transformation de phases, comme tout acier inoxydable fortement allié. Mais la microstructure des aciers duplex, composée d'austénite et de ferrite, dont les comportements sont différents, rend l'évolution microstructurale particulièrement complexe.

Dans ce chapitre est présenté le positionnement des aciers duplex dans la famille des aciers inoxydables, suivi d'une description des bases de la métallurgie des aciers duplex, telles que leur élaboration et les caractéristiques des différents éléments d'alliages. Les principaux mécanismes de précipitation et de transformation de phases rencontrés lors du vieillissement des duplex seront ensuite abordés, et une dernière partie traitera de l'état de l'art de la nuance étudiée dans le cadre cette étude, le lean duplex 2101.

I.2 Les familles des 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 (Figure 1.1.a), les aciers martensitiques (Figure 1.1.b), les aciers austénitiques (Figure 1.1.c) et les aciers austéno-ferritiques (Figure 1.1.d). Le (Tableau I1.a) résume les principaux composants chimiques et les fourchettes de composition de ces différentes familles d'aciers inoxydables.

Tableau 1.1 : Fourchettes de compositions chimiques des différentes familles d'aciers inoxydables. [3]

Catégorie d'acier	Composition (% pds)				
	C	Cr	Ni	Mo	Autres
Ferritique	< 0.1	11 - 28	0 - 5	< 5	Ti
Martensitique	0,05 - 1.2	12 - 18	1- 7	-	-
Austénitique	< 0,2	16 - 35	7 - 26	< 6	N, Cu, Ti
Austéno-ferritique	< 0,05	22 - 25	1- 9	< 4	N (<0.3)

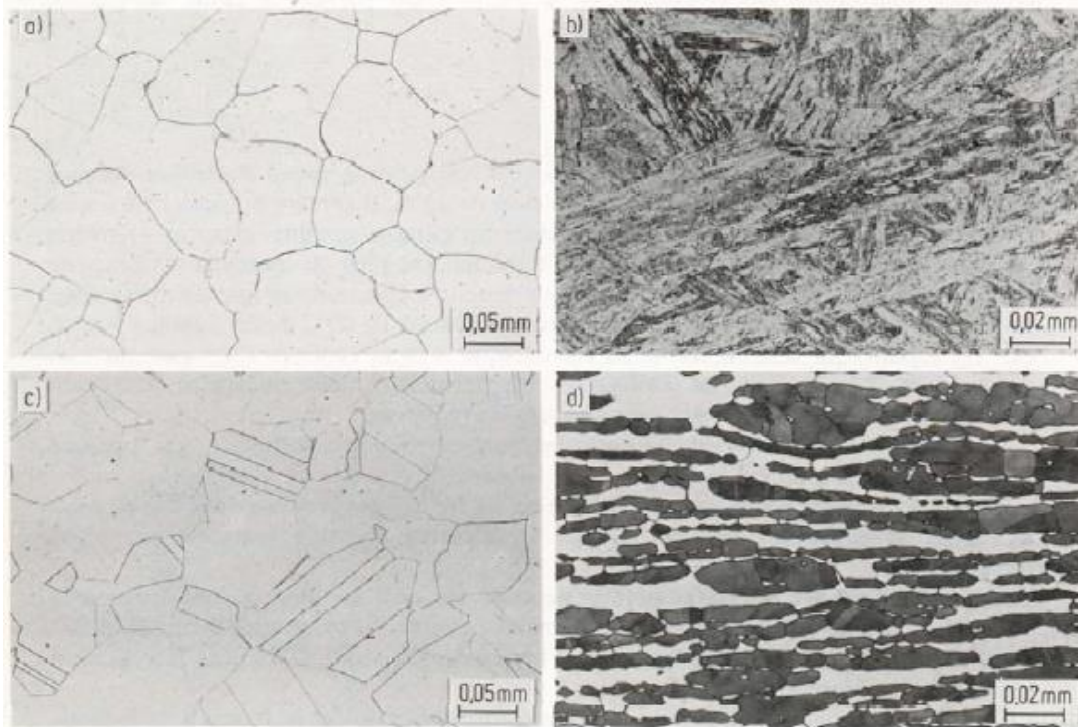


Figure 1.1 : Microstructures des aciers inoxydables ferritiques (a), martensitiques (b), austénitiques (c), et austéno-ferritiques (d).

I.2.1 Aciers inoxydables ferritiques :

La proportion de chrome dans ces alliages varie de 11 à 17 % et peut atteindre jusqu'à 24 à 28 %. On parle alors d'aciers ferritiques à haute teneur en chrome ou encore d'aciers super-ferritiques. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses en milieux riches en chlorures.

Les aciers ferritiques ont généralement une limite d'élasticité supérieure aux aciers austénitiques, mais leurs propriétés de résistance à la corrosion sont plus faibles et ils sont plus fragiles à basses températures [1, 3, 7,15]. Dans le cas où la résistance à la corrosion requise n'est pas élevée, cette famille d'aciers inoxydables est cependant intéressante de par son moindre coût.

I.2.2 Aciers inoxydables martensitiques :

Ces alliages comprennent de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone pouvant atteindre environ 1% et ils peuvent contenir jusqu'à 7% de nickel, et jusqu'à 3% de molybdène. Ils présentent des propriétés intéressantes en termes de limite d'élasticité, de résistance à la corrosion et de dureté. Ils possèdent une structure martensitique (quadratique, notée α') obtenue après trempe de la phase austénitique. Cette transformation homogène se produit avec une augmentation de volume, responsable de fortes contraintes de compression et qui tend à stabiliser de l'austénite résiduelle [1-3]. Ces aciers sont utilisés pour leur résistance mécanique élevée. Ils sont utilisés comme matériaux de construction, outillage à main, coutellerie.

I.2.3 Aciers inoxydables austénitiques :

Les nuances les plus utilisées sont caractérisées par des teneurs en chrome et en nickel respectivement de 17 à 18 % et 8 à 14 %. L'addition de molybdène (de 2 à 3 %) leur confère une bonne tenue dans les milieux acides et ceux générateurs de piqûres ou de corrosion caverneuse.

La forte proportion de nickel sert à donner et à conserver la structure austénitique (γ) à ces aciers même à température ambiante, en plus d'augmenter leur résistance à la corrosion.

Cette structure est thermodynamiquement instable à température ambiante. Elle est obtenue grâce à des trempes depuis 1000 ou 1150 °C. Les aciers austénitiques associent une bonne résistance à la corrosion à une résistance mécanique élevée, ils sont ductiles, résistants au choc et non-magnétiques ; ils ne se trempent pas, mais peuvent acquérir une certaine dureté par déformation à froid. A l'état recuit, ils possèdent à ce moment une plus grande ductilité et une meilleure ténacité que les aciers ordinaires [1,2].

Même si leur teneur en carbone est relativement faible, ces aciers sont très sensibles à la corrosion intergranulaire due à la précipitation de carbures. Ils sont utilisés dans les domaines de l'agro-alimentaire, du nucléaire, du bâtiment, des transports, de l'industrie chimique, de l'électroménager, ... etc.

I.2.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques :

Les aciers austéno-ferritiques ont une microstructure mixte, d'où leur nom anglais de duplex, Dans les alliages, les volumes équivalents de ferrite et d'austénite sont atteints par un équilibre entre composition chimique et traitements thermiques. Du fait de leur caractère biphasé, cette famille d'aciers possède globalement de meilleures propriétés de résistance mécanique et de résistance à la corrosion que les aciers inoxydables austénitiques standards [1].

En effet, d'un point de vue mécanique, les aciers duplex combinent la ductilité de l'austénite et la résistance mécanique de la ferrite. Mais de ce fait, leurs propriétés de mise en œuvre sont inférieures à celles des autres aciers inoxydables, en particulier vis-à-vis des risques de fissuration à chaud, à cause des différents comportements de déformation de ces deux phases [1-3, 12,14]. D'un point de vue corrosion, les aciers duplex ont une résistance élevée à la corrosion localisée, en particulier en milieu oxydant et en milieu chloré, à la corrosion sous contrainte et à la corrosion intergranulaire [1, 3,7]. Enfin, l'ensemble de ces propriétés ne peut pas uniquement s'expliquer par la contribution relative de chacune des phases et certaines caractéristiques des duplex proviennent donc de phénomènes interactifs entre l'austénite et la ferrite [9, 12,13].

Il existe différentes nuances d'aciers duplex, de plus en plus nombreuses compte tenu de l'intérêt actuel porté à cette famille d'acier inoxydables. En fonction de leurs teneurs en alliages, ils peuvent être divisés en 4 groupes (Tableau I.2.) :

1-Le duplex standard tels l'acier EN (2205) ou numéro 1.4462, un acier à toute épreuve, qui représente plus de 80 % des usages. Les aciers duplex standards ont une teneur en chrome de plus de 20%, en nickel de 5% et en molybdène de 3%. De plus, ces alliages ont un PREN¹ compris entre 30 et 40.

2- Les superduplex (PREN = 40 à 45), présentent une résistance à la corrosion par piqûres très élevée grâce aux hautes teneurs en chrome, en molybdène, en tungstène et en azote. Exemple EN (2507) ;

3-Les Lean duplex : présentent une plus faible teneur d'alliage de nickel et de molybdène. Ils sont donc moins couteux et plus légers. De plus, le Lean duplex offre une plus grande résistance à la traction. Les principales nuances de cette branche d'aciers sont le 2101, 2202 2304.

4- Les hyperduplex : définis comme des aciers duplex fortement alliés, avec un PREN supérieur à 45.

I.3-Effet des principaux éléments d'alliage :

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

Le carbone C :

Le carbone est un élément inhérent aux aciers. Il permet d'améliorer la résistance mécanique du fer, en se plaçant dans les sites interstitiels des mailles cristallographiques. Le carbone est plus soluble dans l'austénite que dans la ferrite et par conséquent, il stabilise le domaine austénitique des aciers et est dit gammagène (γ -gene) (Figure A.2, annexe A). Le carbone est susceptible de former des précipités de type carbures de chrome, en particulier aux joints de grains, favorisant la corrosion intergranulaire [1-3].

¹ PREN = indice de résistance à la corrosion par piqûres = % Cr + 3,3 (% Mo + 0,5 % W) + 16 % N

Tableau 1.2 : Composition Chimique (% Massique) Des Differentes Nuances D'aciers Inoxydables Duplex [29]

Nuance	N° UNS	N° EN	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Cu	W
Standard										
	S32003		0,03	19,5–22,5	3,0–4,0	1,5–2,0	0,14–0,20	2,00	–	–
2205	S31803	1.4462	0,03	21,0–23,0	4,5–6,5	2,5–3,5	0,08–0,20	2,00	–	–
2205	S32205	1.4462	0,03	22,0–23,0	4,5–6,5	3,0–3,5	0,14–0,20	2,00	–	–
Lean										
	S32001	1.4482	0,03	19,5–21,5	1,0–3,0	0,6	0,05–0,17	4,0–6,0	1,0	–
	S32101	1.4162	0,04	21,0–22,0	1,35–1,7	0,1–0,8	0,20–0,25	4,0–6,0	0,1–0,8	–
	S32202	1.4062	0,03	21,5–24,0	1,0–2,8	0,45	0,18–0,26	2,00	–	–
	S82011		0,03	20,5–23,5	1,0–2,0	0,1–1,0	0,15–0,27	2,0–3,0	0,5	–
2304	S32304	1.4362	0,03	21,5–24,5	3,0–5,5	0,05–0,6	0,05–0,20	2,50	0,05–0,60	–
		1.4655	0,03	22,0–24,0	3,5–5,5	0,1–0,6	0,05–0,20	2,00	1,0–3,0	–
Superduplex										
2507	S32750	1.4410	0,03	24,0–26,0	6,0–8,0	3,0–5,0	0,24–0,32	1,20	0,5	–
	S32760	1.4501	0,03	24,0–26,0	6,0–8,0	3,0–4,0	0,20–0,30	1,00	0,5–1,0	0,5–1,0
	S32808		0,03	27,0–27,9	7,0–8,2	0,8–1,2	0,30–0,40	1,10	–	2,1–2,5
	S32906		0,03	28,0–30,0	5,8–7,5	1,5–2,6	0,30–0,40	0,80–1,5	0,8	–
	S32950		0,03	26,0–29,0	3,5–5,2	1,0–2,5	0,15–0,35	2,00	–	–
	S39274		0,03	24,0–26,0	6,8–8,0	2,5–3,5	0,24–0,32	1,0	0,2–0,8	1,5–2,5
	S39277		0,025	24,0–26,0	6,5–8,0	3,0–4,0	0,23–0,33	0,80	1,2–2,0	0,8–1,2
		1.4477	0,03	28,0–30,0	5,8–7,5	1,5–2,6	0,30–0,40	0,80–1,50	≤0,8	–
Hyperduplex										
	S32707		0,03	26,0–29,0	5,5–9,5	4,0–5,0	0,30–0,50	1,50	1,0	–
	S33207		0,03	29,0–33,0	6,0–9,0	3,0–5,0	0,40–0,60	1,50	1,0	–

Le chrome Cr :

Le chrome est un élément inhérent aux aciers inoxydables puisqu'il permet la formation d'une couche de passivation qui leur confère leurs propriétés de résistance à la corrosion, en particulier à la corrosion uniforme et à la corrosion localisée. Le chrome a une structure cubique centrée (c.c), comme la ferrite et stabilise donc cette dernière ; il est l'élément alphasène (α -gène) de base. La couche de passivation est d'autant plus efficace que les teneurs en chrome de l'acier inoxydable sont élevées.

Cependant plus les teneurs en chrome sont élevées et plus le risque de formation d'intermétalliques lors de maintiens en température est élevé, entraînant la détérioration des propriétés mécaniques de l'acier. C'est par exemple le cas de la phase, intermétallique riche en chrome (phase σ) présent sur le diagramme d'équilibre de l'alliage Fe-Cr (voir figure A1 Annexe.A).

Le nickel Ni :

Le nickel est l'élément γ -gène de base à structure cubique faces centrées (c.f.c.). C'est donc un élément stabilisant fortement l'austénite (Figure A2- Annexe A). L'addition de nickel en quantité suffisante dans un acier Fe-Cr permet l'obtention d'un acier austénitique tandis que des aciers duplex peuvent être obtenus en équilibrant les proportions de chrome et de nickel. Le nickel est aussi connu pour améliorer la résistance à la corrosion caverneuse en milieu chloruré [1-3]

Le molybdène Mo :

Le molybdène améliore la résistance à la corrosion uniforme, ainsi que la résistance à la corrosion par piqûre. Il est d'ailleurs pris en compte par les industriels dans le calcul du PREN (Pitting Résistance Equivalence Number). Cet élément est α -gène et comme le chrome, le molybdène favorise la précipitation de phases intermétalliques nocives. C'est pourquoi sa teneur est limitée à 4% dans les aciers inoxydables duplex et à environ 7.5 % dans les aciers austénitiques [1-3, 12,29].

L'azote N :

L'azote est sans conteste l'élément qui a permis le développement des aciers duplex modernes. C'est un élément γ -gène puissant (favorise la forme austénitique). L'azote est un élément qui se place dans les sites interstitiels des mailles de fer, comme le carbone, mais dont le pouvoir durcissant en solution solide est supérieur. Une des raisons avancée pour expliquer les meilleures propriétés mécaniques des aciers contenant de l'azote est que cet élément augmente la probabilité de maillage de l'austénite en diminuant l'énergie de faute d'empilement, en particulier pour des aciers à faible taux de nickel. De plus, l'azote est plus soluble que le carbone en solution solide dans l'austénite et la ferrite, ce qui diminue les risques de précipitation de nitrures par rapport aux carbures, à teneurs équivalentes. En fait, l'azote n'empêche pas la formation de ces phases mais retarde suffisamment leur formation pour permettre le travail des nuances duplex.

L'azote augmente aussi la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable, en particulier vis-à-vis de la corrosion par piqûres [1-3, 8, 12,15, 17, 19,29]

Le manganèse Mn :

Récemment, l'addition de manganèse dans les aciers inoxydables et dans les aciers duplex en particulier, a retrouvé un fort intérêt car le manganèse augmente la solubilité de l'azote dans la solution solide de fer. Les hautes teneurs en manganèse dans les aciers Lean duplex permettent aussi de diminuer la formation de porosités et de nitrures lors des différents traitements thermiques. Cet élément est particulièrement utilisé avec des teneurs élevées dans les nouveaux aciers austénitiques à hautes teneurs en éléments interstitiels. [15, 17, 19]

Autres éléments :

Les éléments comme le chrome et le manganèse sont connus pour augmenter la solubilité de l'azote dans le fer, alors que le nickel la diminue. C'est aussi le cas des éléments comme le **titane**, le **vanadium** ou le **niobium**, mais ces éléments augmentent aussi la stabilité des nitrures de type MN, pour le titane et le niobium ou de type M₂N pour le vanadium et le chrome [9,15, 17, 19,24].

I.4. La microstructure des aciers duplex :

La structure biphasée des duplex dépend non seulement de sa composition chimique, mais aussi du mode d'élaboration et de l'historique des températures de traitement. Dans la pratique, les aciers inoxydables duplex se présentent sous plusieurs formes : Les aciers inoxydables duplex moulés et les aciers inoxydables laminés ou forgés.

- Dans les aciers duplex moulés la proportion de la ferrite est minoritaire, elle excède rarement 30% en volume, et présentent une structure particulière (structure de Widmanstätten²) (Figure 1.2a).
- La microstructure des aciers laminés (Figure 1.2b) et forgés (Figure 1.2c) se présente sous forme d'îlots d'austénite allongés dans le sens du laminage ou du forgeage, noyés dans la matrice ferritique. Les proportions des phases austénitique et ferritique sont généralement équivalentes (50% - 50%) pour les aciers laminés et forgés ,mais dépendra aussi de la répartition des éléments α -gène et γ -gène dans les deux phases .

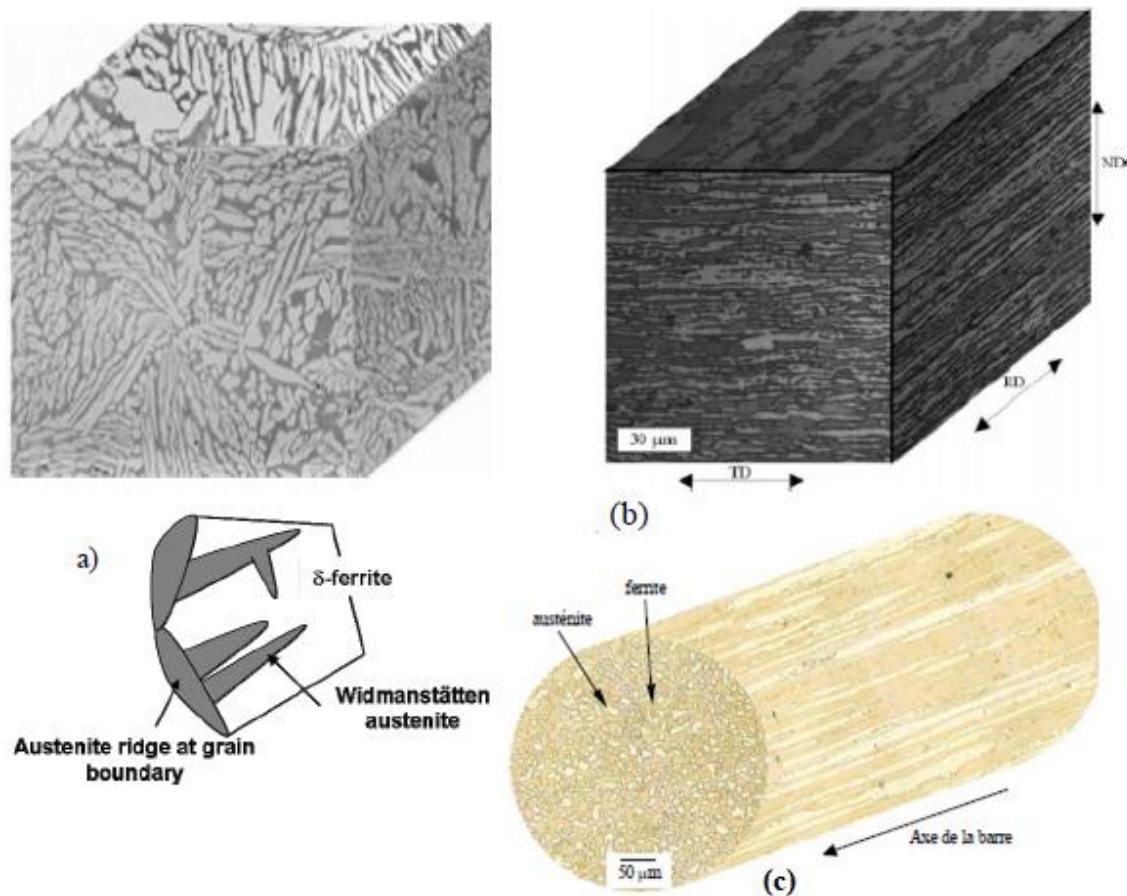


Figure 1.2. Microstructure d'aciers austéno-ferritiques moulé (a), laminé (b), et forgé (c). (Ferrite en sombre, austénite en clair).

²structure aciculaire résultant de la formation d'une nouvelle phase dans certains plans cristallographiques d'une solution solide mère

I.5 Partage des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite

Les éléments d'alliage ne se répartissent pas de façon homogène dans les deux phases α et γ [30]. Les éléments α -gènes se retrouvent préférentiellement dans la phase ferritique tandis que les éléments γ -gènes sont préférentiellement dans la phase austénitique. Le coefficient K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité dans la phase austénitique tel que : $K = \frac{X_i^\delta}{X_i^\gamma}$ (Où : X_i^δ et X_i^γ correspondent aux teneurs de l'élément i respectivement dans la ferrite et l'austénite), ce coefficient dit de partage des éléments d'alliage varie entre 0.1 et 2.5 pour les aciers duplex hypertrempés (Figure 1.3a).

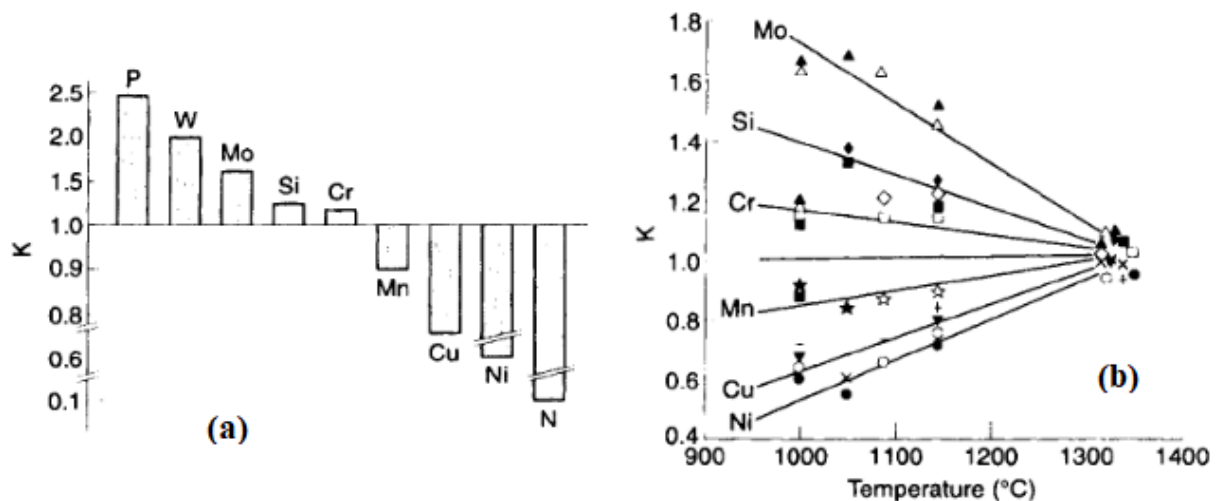


Figure 1.3 a) coefficient de partage des aciers hypertrempés à l'eau.

b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température. [1]

La figure 1.3.b montre l'évolution des coefficients de partage de différents éléments d'addition avec la température. On remarque qu'aux hautes températures les coefficients de partage tendent vers l'unité ; ce qui signifie une répartition identique de la teneur de chaque élément entre l'austénite et la ferrite à ces températures.

Les différents travaux de recherche, réalisés pour étudier la composition des phases et les coefficients de partage des éléments constituant l'acier après mise en solution [1,3,8,13,15,17,20,21,23], ont montré qu'à l'exception de l'Azote le coefficient de partage d'un élément K_i donné ne varie pas de manière significative avec la composition de l'acier. Ceci est dû au fait que les teneurs de ces éléments n'excèdent pas leur limite de solubilité prévue par les diagrammes d'équilibre aux températures et concentrations utilisées. Il a été démontré aussi que la ferrite est riche en P, W, Mo, Si et Cr et l'austénite est riche en N, Ni, Cu et Mn.

I.6 Les transformations de phases :

La microstructure particulière des aciers duplex, comme il a été mentionné ci-dessus, est aussi le fruit du processus de solidification, de l'histoire thermomécanique et thermique de cette famille d'acier tel que schématisée par la figure 1.4.

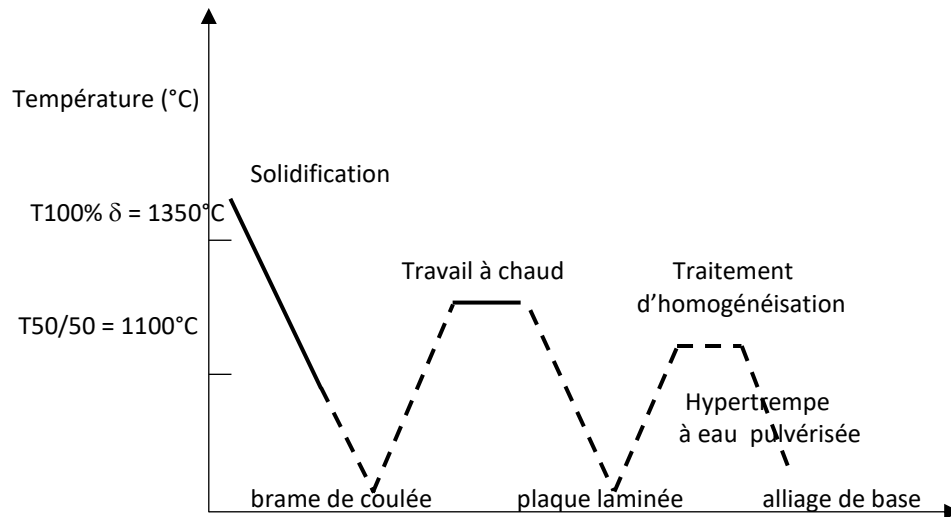


Figure 1.4 Histoire Thermique D'une Plaque D'acier Inoxydable Duplex

Les aciers duplex commerciaux sont généralement à l'état liquide pour des températures supérieures à 1 450 °C et se solidifient complètement en phase ferrite δ aux alentours de 1350 °C. La figure 1.5 représente un diagramme de phases sur lequel sont indiquées les gammes de températures des différentes transformations de phases. On peut donc regrouper les évolutions structurales subies par les aciers austénoferritiques en trois catégories :

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

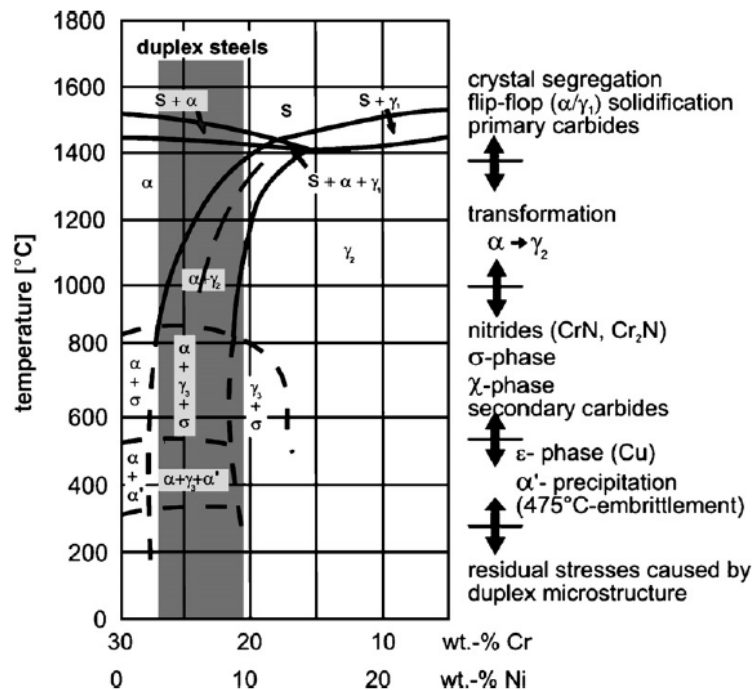


Figure 1.5 Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni [10]

I.6.1 Transformations isothermes à hautes températures ($T > 1050^{\circ}\text{C}$) :

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

A partir de la température de fusion les aciers inoxydables austéno-ferritiques se solidifient en mode ferritique appelée alors la ferrite- δ , puis il se produit la transformation d'une partie de cette ferrite en austénite $\delta \rightarrow \gamma$. Cette transformation est réversible ($\gamma \rightarrow \delta$) car une augmentation de la température au-dessus de 1050°C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite dans l'acier (Figure 1.6). La réduction des coefficients de partage des éléments de substitution se produit lorsque la température augmente au-dessus de 1050°C , c'est-à-dire que K tend vers l'unité. De plus, la ferrite s'enrichit en éléments interstitiels tels que C et N. Une teneur élevée en azote (0,25 à 0,40% en poids) peut augmenter la stabilité de la structure duplex. Pour ces teneurs en N, le rapport de phase est plus ou moins égal à 1, tandis que les nuances contenant moins 0,2% en poids de N, ont une teneur en ferrite d'environ 80 à 85% [1].

Comme pour les autres nuances d'aciers, les grains dans les DSS peuvent devenir équiaxes par traitement thermique prolongé entre $1100\text{-}1200^{\circ}\text{C}$, ou peuvent devenir aciculaires avec une structure de type Widmanstätten lorsqu'ils sont soumis à une vitesse de refroidissement intermédiaire à partir de la température de recuit. Un mélange de grains d'austénite grossiers et fins peut être obtenu après l'étape de trempe [1].

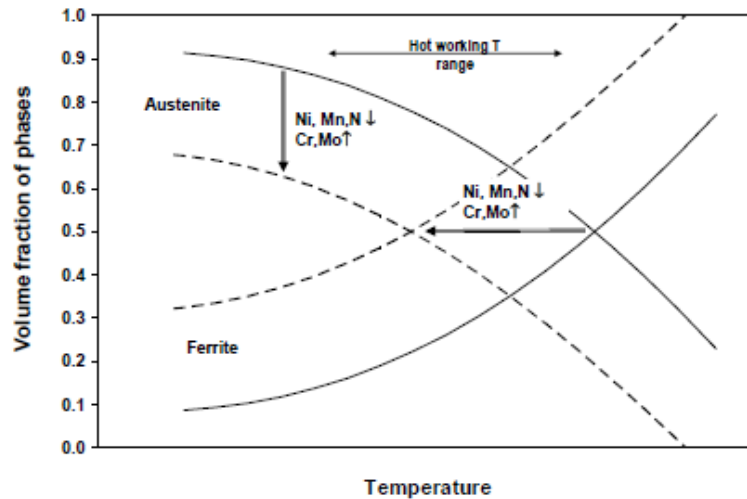


Figure 1.6 Effet De La Temperature D'hypertrempe Et De La Composition Chimique Sur Les Fractions Volumique Des Phases γ/δ [1]

Les transformations de phases qui interviennent dans les deux domaines de températures suivants (entre 1 050°C et 600°C et en dessous de 600°C) peuvent être discutées à partir des diagrammes T.T.T. des aciers austéno-ferritiques (Figure 1.7). De ce diagramme ressort, entre autre, l'influence des éléments d'alliage sur les précipitations. L'augmentation de la teneur en Mo, en Cr, en W et en Si dans les aciers duplex a pour effet d'augmenter la vitesse de précipitation et d'agrandir le domaine de température relative à la précipitation [1].

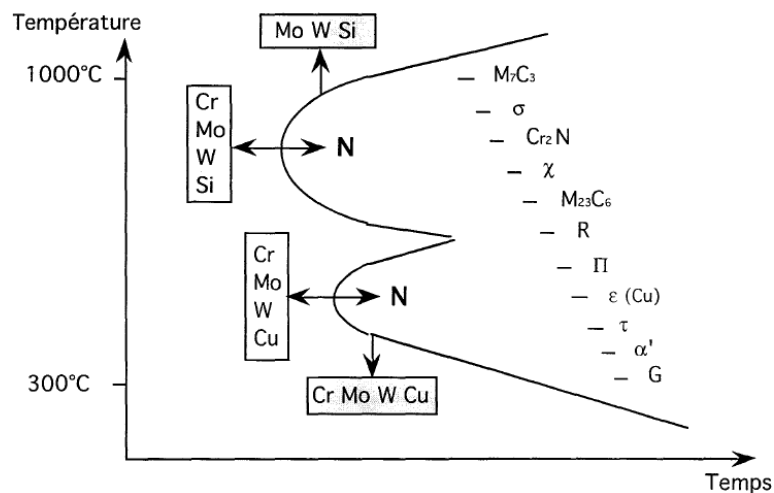


Figure 1.7 : Influence de certains éléments d'alliage sur les précipitations dans les aciers austénoferritiques[1]

I.6.2 Transformations à températures ($600^{\circ}\text{C} < T \leq 1050^{\circ}\text{C}$)

Le maintien isotherme des aciers inoxydables duplex dans cette gamme de température provoque des réactions métallurgiques complexes dans la ferrite donnant lieu à la formation d'un certain nombre de précipités et phases intermétalliques (Tableau 1.3). La plupart de ces précipités fragilisent l'acier et leur formation est donc à l'éviter.

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

Type de précipité	Formule chimique	Cr	Ni	Mo	Structure	Domaine de précipitation •C	Localisation préférentielle
Carbures	M_7C_3				orthorhombique	950-1050 jusqu'à 1100	Inter δ/γ
	M_{23}C_6	58	2.5	12	FCC	950-950	Inter δ/γ
Nitrures	Cr_2N	72	6	15	Trigonal	700-950	Intra δ , δ/δ , δ/γ ,
	CrN				CFC		
σ	Fe-Cr-Mo (30Cr 4Ni 4-7Mo)	30	4	7	Tétragonal	600-1000	Inter δ/γ
χ	$\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$	25	3	14	BCC- αMn	700-950	Inter δ/γ
R (laves)	Fe_2Mo	25	6	35	Trigonal, rhomboédrique et hexagonal	550-650	Inter δ/γ ou δ
Phase-Pi (π)	28%Fe 35%Cr 3%Ni, 34%Mo	35	3	34	cubique	550-600	Intra δ
Phase-epsilon ϵ	Rich en Cu					Non définit	Intra δ
Taux (τ)					orthorhombique	550-650	
α'	Riche en Cr	65	2.5	13	BCC	300-525	Intra δ
Ferrite δ		27.4	8.7	4	BCC		Matrice
Phase-G	(Ni, Fe, Mo) ₁₆ Si ₇ (Mn, Cr) ₆	25	25	4	CFC	300-500	
Austénite secondaires (γ_2)	Type 1	Même que la ferrite			FCC	< 650	Intra δ
	Type 2	24.3	11	3.4	FCC	650-800	Inter δ/γ et δ
	Type 3				FCC	700-1000	Avec σ

i. Les précipitations :

Les carbures de chrome : la précipitation de ces carbures type $M_{23}C_6$ ou M_7C_3 ($M = Cr, Ni, Mo, Fe$) intervient généralement aux joints de grains γ/γ et α/α dès quelques minutes de traitement à une température comprise entre 600 et 900°C, notamment aux interfaces α/γ et sur les défauts cristallins [15]. Ces carbures à structure cubique face centrée sont très riches en chrome (Tableau 1.4). De ce fait lors de leur formation ils appauvrissent les régions adjacentes en cet élément qui est essentiel pour la résistance à la corrosion. Par conséquent, la précipitation des carbures a un effet néfaste sur la résistance à la corrosion, les zones déchromisées devenant des sites préférentiels d'attaque.

L'une des caractéristiques des aciers inoxydables austénoferritiques est que la précipitation des carbures de Chrome observée dans les joints de grains est discontinue, de morphologie triangulaire (Figure 1.8) et est accompagnée de la formation de la phase γ_2 dans les zones déchromées, ce qui génère le déplacement des joints de grains [1,15,38,40 ,41].

Tableau 1.4 Composition Chimique Des Carbures $M_{23}C_6$ En Fonction Du Traitement Thermique [11]

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

Les nitrures : les nitrures les plus observée dans les aciers duplex sont de type Cr_2N . la précipitation des nitrures intervient dans les matériaux avec addition d'azote, dans la même gamme de température que les carbures de type $M_{23}C_6$ et la précipitation simultanée de ces précipités est possible.

Ces précipités à structure hexagonale apparaissent généralement sous forme transgranulaire n'entraînant pas, contrairement aux carbures, de déchromisation intergranulaire et donc de baisse de résistance à la corrosion intergranulaire. Les nitrures de types inter et intragranulaire ont une morphologie en forme de bâtonnet et sont couramment observés dans les duplex (Figure 1.8) [15].

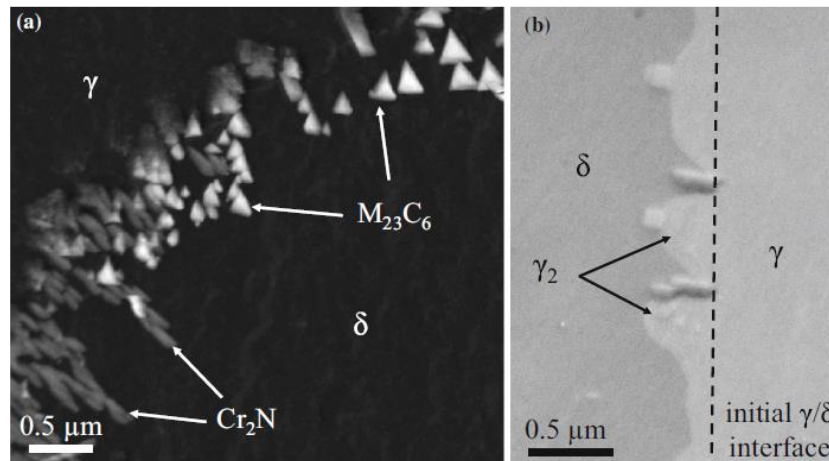


Figure 1.8 Micrographies Montrant La Morphologie Des Précipités Aux Joint De Grains γ/δ . Dans Le Dss 2101 Vieilli A $690^\circ C$ Pendant 15 Min [15]

ii. Les phases intermétalliques :

La phase σ : La phase σ est sans conteste le plus étudié des intermétalliques répertoriés lors du vieillissement des aciers inoxydables. Elle est connue pour être dure et fragile, riche en chrome et en molybdène, entraînant une diminution drastique des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion du matériau [1,4,14-18]. Il ressort clairement de la composition typique de la phase sigma (Tableau 1.3) que les teneurs plus élevées en Cr et Mo (par rapport à la matrice) indiquent que la matrice entourant la phase sigma est épuisée à la fois en Cr et en Mo, ce qui réduit la résistance du film d'oxyde protecteur de ces régions et le rendre plus susceptible à la corrosion.

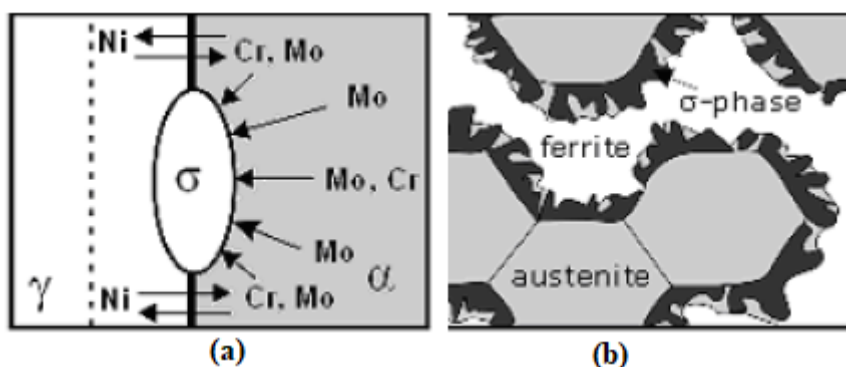


Figure 1.9 : a) diffusion des atomes d'éléments alphas du grain ferritique vers un germe σ ;

b) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [18]

La précipitation de la phase sigma ne dépend pas seulement de la composition chimique de l'acier. En effet, d'autres facteurs influencent sa formation telle que la taille des grains car plus petite est la taille des grains, plus grande sera la probabilité de formation de la phase sigma. Aussi, la phase sigma se

forme plus facilement dans les régions de grande énergie telles que les joints de grains et les interfaces. La température de mise en solution influe aussi sur la précipitation, à savoir :

1. Les températures de mise en solution élevées induisent le grossissement des grains, ce qui réduit le taux de la phase sigma formée.
2. D'un autre côté, aux hautes températures, on assiste à une croissance de la teneur en ferrite, ce qui encourage la précipitation de la phase sigma durant les traitements de vieillissement.

A 850 °C, la formation de la phase sigma débute après seulement deux minutes, une précipitation lente comparée à celle des carbures et des nitrures qui eux précipitent après quelques secondes. La phase sigma apparaît préférentiellement dans les joints de grains des phases γ/δ , mais elle peut aussi apparaître dans les joints de grains δ/δ et γ/γ et aux joints triples : par exemple $\delta/\delta/\gamma$ (Figure 1.9.b). Après germination, cette phase croît sous différentes formes : plaquettes, forme eutectoïde $\sigma + \gamma_2$ ou agrégat lamellaire $\sigma + \delta$.

La formation de la phase sigma dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques peut être décrite par la transformation eutectoïde de la ferrite en $\sigma + \gamma_2$ (Figure 1.10). Elle germe dans les interfaces δ/γ , puis croît préférentiellement à l'intérieur des grains ferritiques: ce phénomène serait dû à la diffusion du chrome et du molybdène plus rapide dans la ferrite que dans l'austénite.

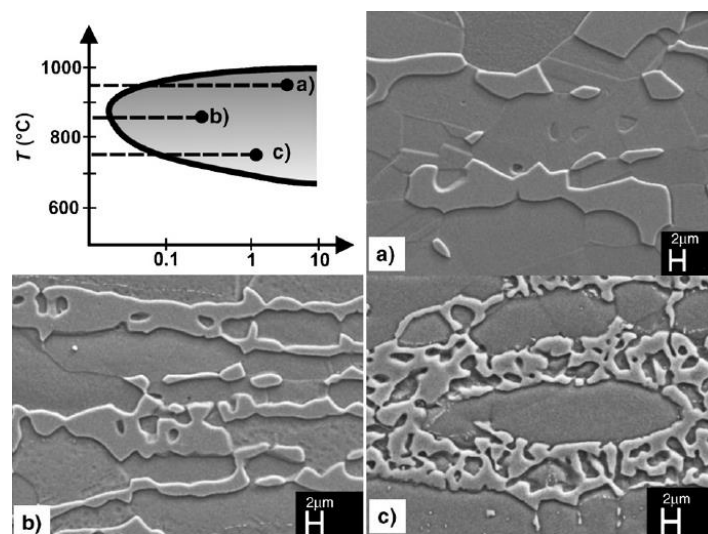


Figure 1.10. Morphologie De Phase Sigma A Differentes Temperatures De Vieillissement
A) 950°C , B) 850°C (Forme De Plaquettes), C) 750°C (σ Eutectoïde En Forme De Corail Ou Dentelle) [16].

L'austénite secondaire γ_2 : L'austénite secondaire est généralement identifiée aux limites de phase austénite / ferrite ou à l'intérieur des grains de ferrite (Figure. 1.11). Il est possible d'obtenir cette phase

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

- 1) par la réaction eutectoïde $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$; Cette réaction se produit entre 700 et 900 °C où la phase δ est moins stable que la phase σ , due à la réduction de la quantité de chrome et de molybdène ; encourageant ainsi la précipitation des phases riches en ces deux éléments, tels que les carbures de Chrome et la phase sigma. Comme montré sur la figure.1.11.
- 2) Par formation des structures de Widmanstaetten, à des températures supérieures à 650°C, là où la vitesse de diffusion est très grande, et l'austénite est plus pauvre en chrome, surtout s'il y a précipitation simultanée de Cr_2N . La précipitation d'austénite de Widmanstätten peut être observée lors d'une trempe à haute température, lorsque l'acier inoxydable austéno-ferritique duplex est majoritairement ferritique.

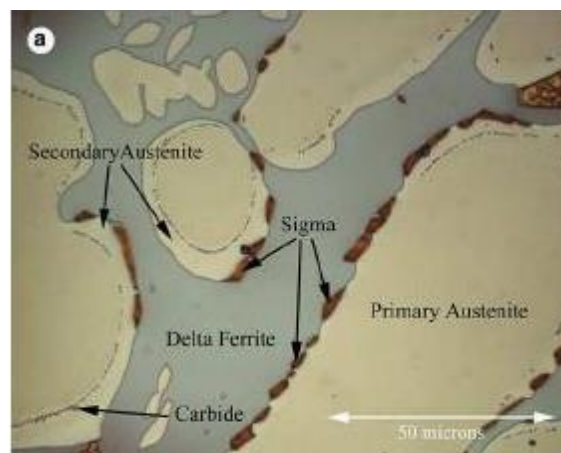


Figure 1.11 Formation de la phase σ et de l'austénite secondaire dans l'acier duplex 25 07, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes. remarquez la différence de contraste entre austénite primaire et secondaire (SEM) [20].

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

- **La phase χ** : Cette phase précipite entre 700°C et 900°C, plus rapidement que la phase σ mais en quantité plus faible mais elle est tout aussi nocive que la phase sigma.

Cette phase est plus riche en molybdène que la phase sigma et sa formation est facilitée par l'augmentation des teneurs en molybdène (Fe - 25 % Cr -3 % Ni – 14-20 % Mo) [15].

Comme la phase sigma, la phase χ se forme souvent à l'interface δ/γ et se développe dans la ferrite (Figure 1.12), cependant moins stable que la phase σ et est absorbée par cette dernière pour des temps de vieillissement plus longs.

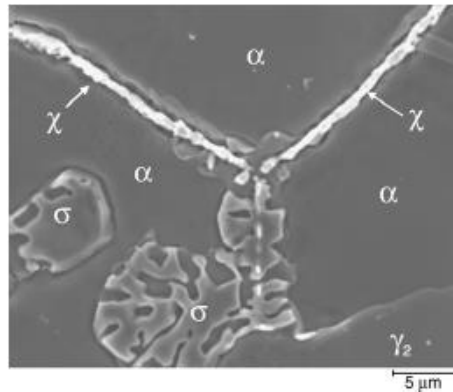


Figure 1.12 Formation de la phase χ et croissance de la phase σ dans un DSS moulé [16].

- Phase laves, R, π , τ

D'autres phases secondaires de fractions volumiques bien inférieures à celles des phases σ ou χ ont été observées dans les duplex après vieillissement, en particulier dans les superduplex.

La phase de Laves Fe_2Mo , Fe_2Nb , et Fe_2Ti précipite de manière hétérogène, mais sa localisation évolue au cours du temps dans le sens suivant pour des temps de traitements thermiques croissants : joints de grains, joints de macles incohérents, joints de macles cohérents, et à l'intérieur des grains [1,15].

La phase R est un intermétallique riche en molybdène qui germe aux joints de grains ou dans la ferrite à basse température (500-650°C) [1,15].

La phase π qui est un nitrure riche en molybdène et chrome, germe intragranulairement à des températures de l'ordre de 600 °C.

La phase τ Un traitement thermique de plusieurs heures dans une plage de températures allant de 550 à 650 °C peut entraîner la formation d'une phase τ (qui est un siliciure) en forme d'aiguille, au l'interface δ/δ et dans la ferrite.

Les phases de Laves, la phase R et la phase π sont néfastes pour les propriétés mécaniques, notamment la ténacité [1,16, 21, 24]. Ces phases sont riches en chrome, elles vont donc dégrader la résistance à la corrosion des aciers inoxydables.

Enfin, d'autres phases secondaires moins communes ont aussi été référencées (voir le tableau 1.3)

I.6.3 Transformations à basse température ($T < 600^{\circ}\text{C}$)

La ferrite des aciers duplex peut être durcie par traitement entre 300 et 550°C . Ce durcissement peut être causé par différentes transformations : formation de phase α' , précipitations de carbures, nitrures, précipités riches en cuivre (Tableau 1.3)..

Le durcissement de la ferrite est généralement attribué à la formation de phase α' par décomposition spinodale (la ferrite se sépare spontanément en zones alternativement enrichies ou appauvries en chrome) ou par germination et croissance selon la teneur en chrome et la température [15]. Sa marge de température est 300°C à 550°C . La cinétique de précipitation de la phase α' est plus faible que celle de la phase sigma. Les aciers inoxydables duplex peuvent être sévèrement fragilisés par cette phase pendant le service. Pour cela la température maximale d'utilisation de ces nuances est limitée à 300°C [1-3].

I.7 Vieillissement des aciers Lean duplex.

Les aciers inoxydables Lean duplex sont principalement allégés en chrome, nickel et molybdène par rapport aux aciers duplex classiques, et enrichis en azote et en manganèse afin de conserver des fractions volumiques de la ferrite et d'austénite à peu près équivalentes. Le chrome et le molybdène favorisant la formation de phases secondaires, de même que le nickel à des températures intermédiaires ($650^{\circ}\text{C} \leq T \leq 950^{\circ}\text{C}$), les Lean duplex sont donc théoriquement moins sensibles à des phénomènes de précipitation que les aciers duplex classiques.

La figure 1.13, où sont représentées les courbes de fragilisation de différents aciers duplex, illustre ce postulat. En effet, les deux nez de fragilisation des aciers Lean duplex 2101 sont décalés vers des temps de vieillissement plus longs par rapport aux aciers duplex 2205 et 2507. Cependant, la fragilisation des Lean duplex peut se produire par formation des précipités de carbures ou nitrures dans le domaine de température $650^{\circ}\text{C} \leq T < 800^{\circ}\text{C}$ et non par la phase intermétallique σ comme c'est le cas pour 2205 ou 2507. En effet, la teneur en molybdène de l'acier lean duplex 2101 est relativement faible, de l'ordre de $0,3\%m$, et n'est pas favorable à une cinétique de précipitation de phase σ rapide [1,15,37]. La précipitation de la phase σ dans les aciers Lean duplex a été observée par certains auteurs pour des temps de vieillissement supérieur à 100h à une température de 700°C [37,38,39]. Cependant, les carbures et les nitrures sont observés dès les premières minutes du vieillissement. Zhang *et al* [40] ont observé de petits précipités intragranulaires dans la ferrite dès 6 min de vieillissement à 700°C et des précipités intergranulaires dès 15 min de vieillissement, aux interfaces γ/δ et δ/δ . Aux joints de phases la précipitation s'accompagne de la formation d'austénite secondaire γ_2 par décomposition de la ferrite δ . Les précipités sont indexés comme des nitrures de type Cr_2N et des carbures de type M_2C par diffraction des rayons X.

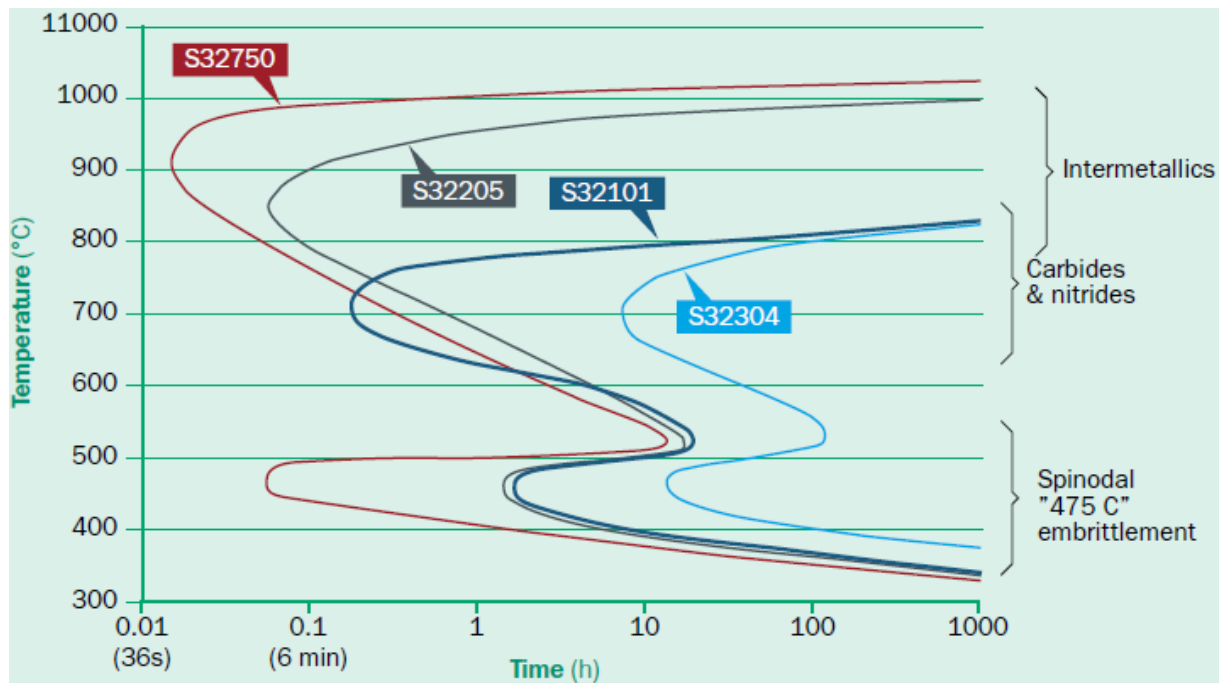


Figure 1.13 Courbes de fragilisation de différents aciers duplex, correspondant à une diminution de 50 % de la résilience par rapport aux valeurs après traitement d’hypertrempe [36]

CHAPITRE II

PROCEDURES EXPERIMENTALES

Dans cette partie nous faisons le point sur les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons, en acier inoxydable Lean duplex, vieillis thermiquement. Tout d'abord nous présentons cette nuance duplex utilisée, par la suite et par ordre chronologique les différentes techniques de caractérisation métallurgique et mécanique utilisées.

Toute cette étude expérimentale a été réalisée au niveau du centre de recherche CRTI-Chéraga.

II.1 Le matériau étudié :

Le matériau étudié dans ce travail est l'acier inoxydable austéno-ferritique type Lean duplex 2101. Il a été reçu sous forme de tôles de 6.5 mm d'épaisseur.

Cet alliage l'un des aciers duplex résistant à la corrosion, avec une faible teneur en nickel. Comme tous les aciers duplex, le LDX 2101 a une résistance mécanique élevée et une bonne ténacité [1-3] qui sont dues à une microstructure Austéno-ferritique mixte équilibrée. La résistance à la corrosion du LDX 2101 est de niveau similaire à celle de la plupart des aciers inoxydables (PREN \cong 26) [1-2]. La combinaison de ces propriétés lui permet ainsi une grande variété d'applications en termes de résistance, de résistance à la corrosion, d'entretien, de durabilité et d'optimisation des coûts.

Cette nuance duplex est largement utilisée dans la chaudronnerie, les équipements sous pression (chaudières, réacteurs), dessalement de l'eau de mer, et dans le transport (carrosserie de véhicules, chemin de fer.).

II.2 Traitement thermique :

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four à résistance électrique de marque THERMCONCEPT $T_{max} = 1600^{\circ}C$ au centre de recherche (CRTI) de Chéraga. (Figure.2.1 (a)).

Le traitement thermique consiste en deux étapes : mise en solution à une température $1050^{\circ}C$ pendant une heure puis trempe à eau, suivie d'un traitement de vieillissement à $720^{\circ}C$ à des différents temps de maintien ($T = 10min, 40min, 60min, 10h, 24h, 72h, 120h, 240h$) suivi d'une trempe à eau (Figure.2.1(b)).

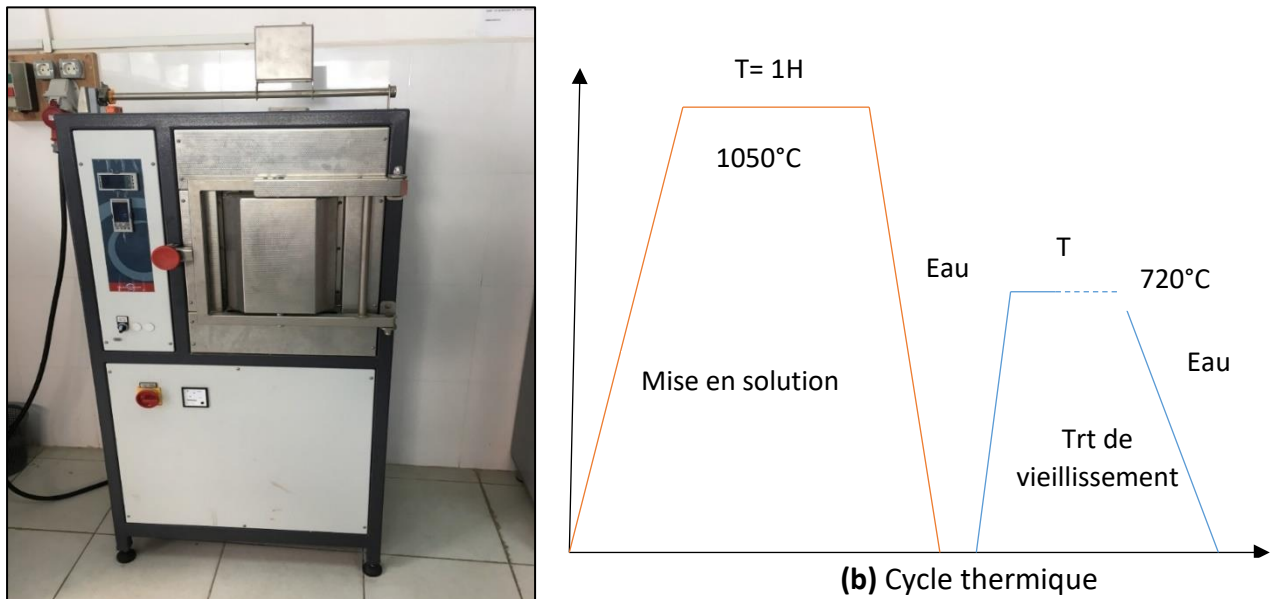


Figure 2.1 Four et séquences du traitement thermique.

II.3 Méthodes de caractérisation :

Les méthodes de caractérisation adoptées dans cette étude sont :

- a) Les techniques métallographiques
 - L'observation de la microstructure en utilisant la microscopie optique (MO) et la microscopie électronique à balayage (MEB).
 - Traitement d'image par le logiciel ImageJ
 - DRX.
- b) Les techniques mécaniques :
 - L'essai de micro-dureté.
 - Nano-indentation.

II.4 Prélèvement des éprouvettes :

Plusieurs éprouvettes de forme rectangulaire ont été découpées de la tôle Lean duplex pour leur subir les traitements thermiques schématisés dans la figure 2.2.

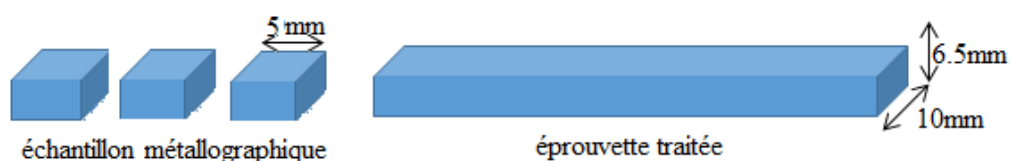


Figure 2.2 Schematisation Des Eprouvettes Et Dimensions Des Echantillons

Par la suite, de petits échantillons 5mm x10mm ont été prélevés (Figure.2.2) pour une préparation métallographique.

II.5 Préparation métallographique de l'échantillon :

Les différents échantillons traités ont subi différentes préparations de surface pour analyse micrographique.

A. Enrobage :

Pour une bonne manipulation au cours du polissage les échantillons sont enrobés à chaud avec une résine thermodurcissable à l'aide d'une enrobeuse marque Struers type STRVERS LABO-PRESS-1 (Figure.2.3).



Figure 2.3 Enrobeuse A Chaud Struers Labo-Press-1 Et La Resine Utilisee

B. Préparation de la surface d'examen :

L'observation des microstructures nécessite une préparation préalable des échantillons.

Le polissage se fait généralement en deux étapes :

- Pré polissage.
- Polissage de finition

Pré polissage :

Il se fait par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Le polissage se fait habituellement sous eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon. En allant des papiers abrasifs de granulométrie : 80-120-180-220-300-400-500-600-800-1000-1200-1600-2000-4000.

Polissage de finition (polissage à l'alumine) :

Ce polissage consiste à frotter l'échantillon sur des disques de feutre, imbibés d'une suspension d'alumine. La granulométrie de l'alumine est $0.3 \mu\text{m}$. Le polissage est effectué au moyen d'une polisseuse montrée sur la figure 2.4.



Figure 2.4 La polisseuse utilisée

C. Attaque métallographique :

Deux types d'attaque avec trois solutions différentes sont utilisés dans le but de révéler la microstructure des échantillons traités.

- i) Attaque par tampon (immersion) : les solutions utilisées sont *Biraha*, *Glyceresia*.
- ii) Attaque électrolytique : la solution employée est l'*hydroxyde de potassium KOH*. Le schéma descriptif du système est représenté en figure. 2.5. L'appareillage se compose d'un Becher contenant l'électrolyte (KOH) et l'échantillon (Anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable. (304L), un voltmètre et un ampèremètre permettant de suivre les caractéristiques électriques indiquées pour la solution appropriée.

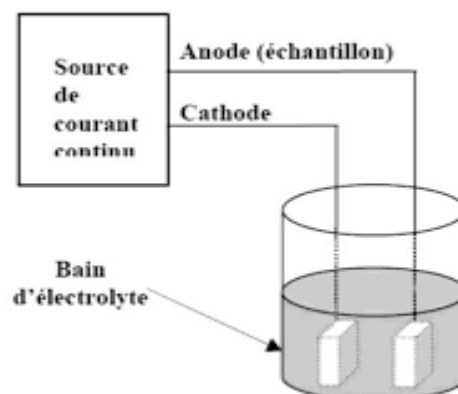


Figure 2.5 Schématisation du dispositif d'attaque électrolytique

Les compositions chimiques des différentes solutions sont données dans le tableau.2.1 suivant :

Tableau 2.1 Caractéristiques des solutions d'attaque chimique.

<i>Type de solution</i>		<i>Compositions et paramètres</i>
<i>Classique</i>	<i>Glycereria révèle l'austénite en blanc, la ferrite grise et les précipitations en noir)</i>	10 ml HNO ₃ 20 ml Hcl 30 ml glycérol
	<i>Biraha (révèle l'austénite en blanc, la ferrite gris et les phase-σ en blanc claire et précipitations en noir)</i>	0.7 ml K ₂ S ₂ O ₅ 20 ml Hcl 80 ml H ₂ O
<i>Électrolytique</i>	<i>KOH (microstructure en couleur : l'austénite en bleu ou bleu gris et la ferrite jaune à jaune orangé ou marron et la phase-σ en blanc, les précipitations en noir)</i>	Concentrations 10N Tension 3 à 5 V Temps 5 à 10 S

II.6 Méthode d'examens métallographique :

II.6.1 Observation par microscopie optique :

L'examen micrographique a pour but principal la mise en évidence de la structure de l'échantillon et des inclusions non métallique lors de l'observation au microscope optique.

Le Type de microscope optique utilisée est Nikon éclipse (LV100 ND), dotée d'une caméra numérique avec logiciel (Nikon DS-Fi2). (Figure. 2.6)

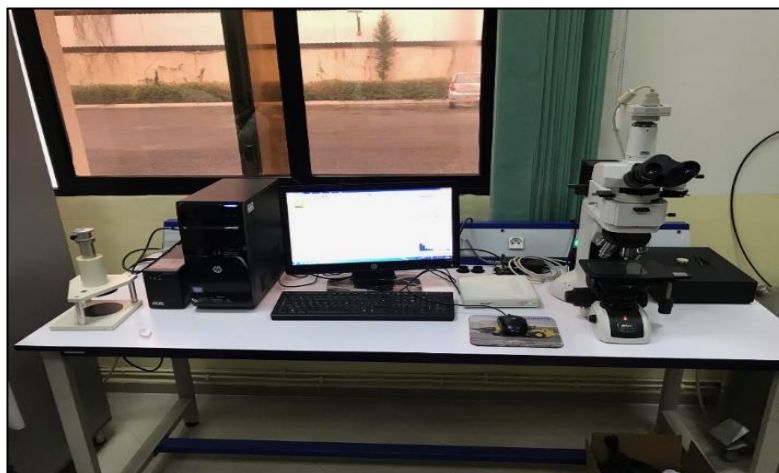


Figure 2.6 Le microscope optique NIKON ECLIPSE LV100NO

II.6.2 Méthodes d'analyse des phases

a) Analyse par traitement d'image

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

La technique de traitement d'image a pour but de quantifier la phase sigma qui précipite. Pour cela nous avons prélevé aléatoirement cinq micrographies de chaque échantillon traité. Nous avons utilisé pour cela les micrographies obtenues à partir de l'attaque électrolytique car cette attaque permet d'avoir différents contrastes entre les phases existantes. Le logiciel que nous avons utilisé dans notre étude est le logiciel ImageJ (Figure 2.7). Ainsi, dans l'image initiale les trois phases (α , γ) apparaissent en couleurs différentes, ensuite, après transformations, elles apparaissent en nuances de gris, enfin et en ajustant la luminosité et le contraste de l'image transformée, on obtient une image finale binaire. Toutes ces étapes sont illustrées en annexe A. Nous avons calculé le taux des différentes phases en fonction du temps de traitement.

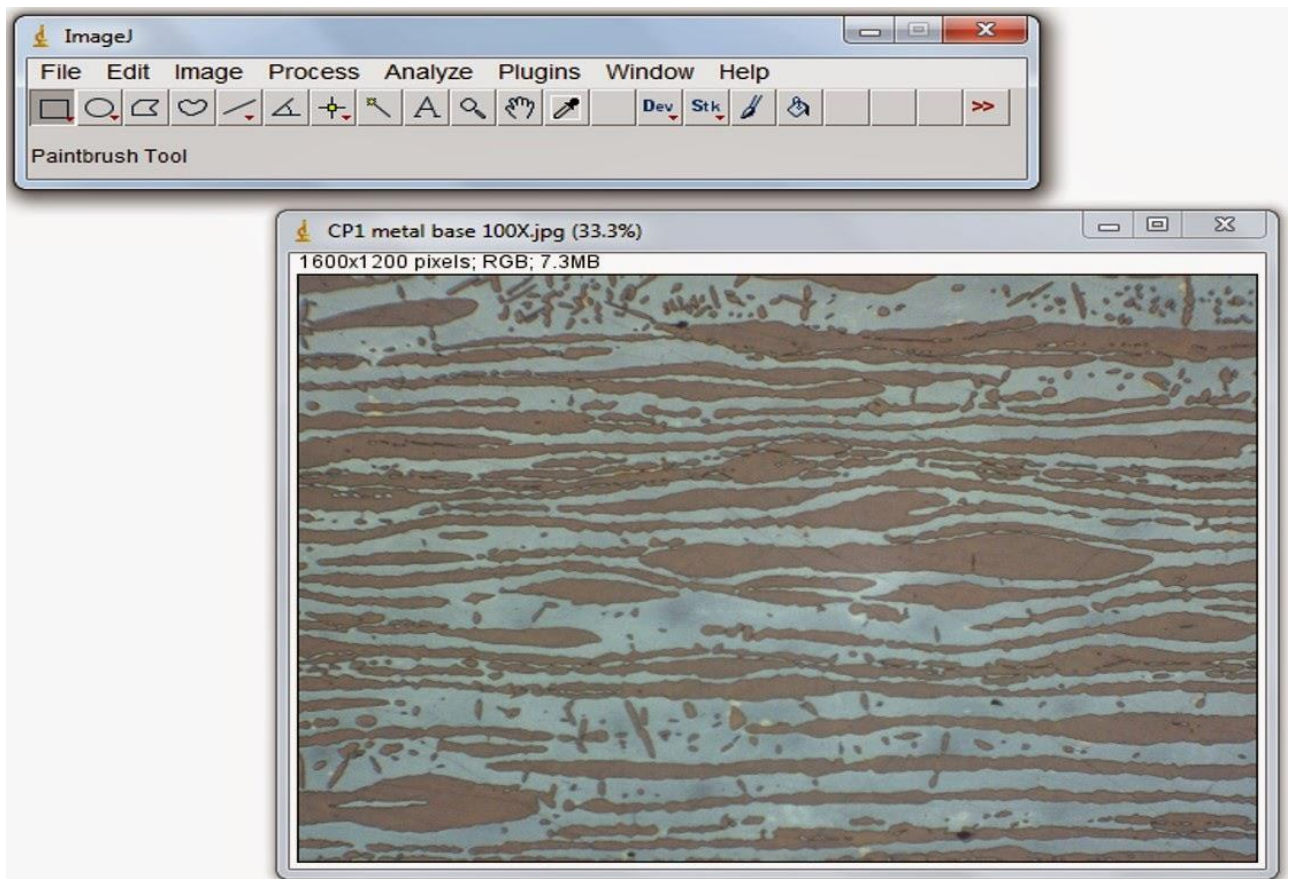


Figure 2.7 interface du logiciel ImageJ

b) Analyse par diffraction des rayons X (EDX)

Pour identifier les différentes phases existantes, nous avons utilisé l'analyse ponctuelle par EDX. Le principe de la méthode de diffraction des rayons X est de faire tourner un échantillon devant un faisceau de RX monochromatique afin de ramener les plans cristallographiques des petits cristaux composant le matériau en position de Bragg. Ainsi, successivement les plans réticulaires diffractent le rayonnement incident puis se traduit par des pics sur le diagramme de diffraction (Figure 2.8.).

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

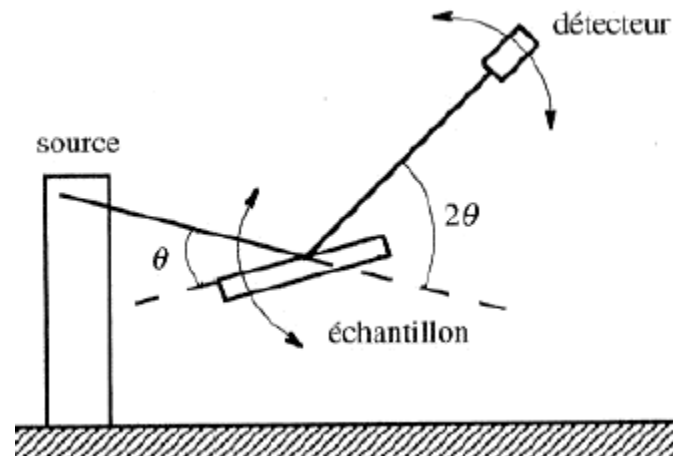


Figure 2.8 Schema Descriptif De La Diffraction Edx

Avec

λ : Longueur d'onde du faisceau incident.

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

2θ : angle de déviation du faisceau incident.

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

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

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

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

II.6.3 Observation au MEB avec microanalyse :

Fonctionnement :

La microscopie **électronique à balayage** (MEB ou SEM pour scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons matière. Un faisceau d'électrons balais la surface de l'échantillon analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface. Dans la pratique les MEB les plus conventionnels, c'est-à-dire, équipés de détecteurs d'électrons secondaires permettent d'atteindre une résolution de l'ordre de 20 nm et un grossissement (bien que ce facteur soit moins important) qui peut aller jusqu'à 300 000 fois.

La figure 2.9 montre le schéma de principe d'un MEB : une sonde électronique fine est projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaire qui amplifie le signal. A chaque point d'impact correspond ainsi un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée.

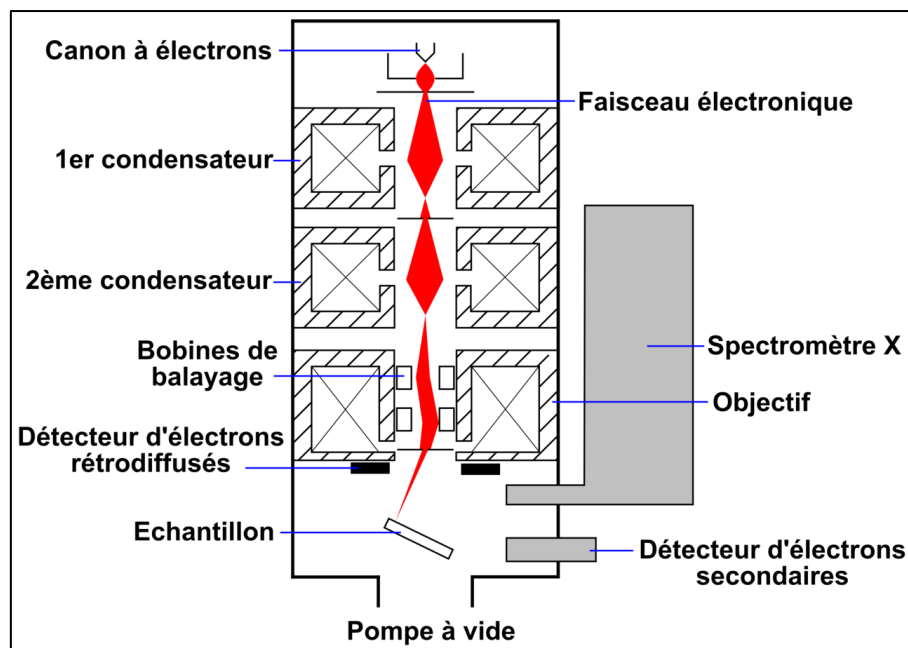


Figure 2.9 Microscopie électronique à balayage équipé d'un détecteur de rayons X "EDS" (à dispersion d'énergie).

Cet essai a été réalisé au niveau du Centre de Recherche (CRTI). Le microscope électronique utilisé est de type (ZEISS Gemini SEM 300) (Figure 2.10).

Pour une composition chimique de chaque phase été analyses individuellement en utilisant la spectrométrie par dispersion d'énergie (EDS).



Figure 2.10 Microscope électronique à balayage.

II.7 Caractérisation mécanique

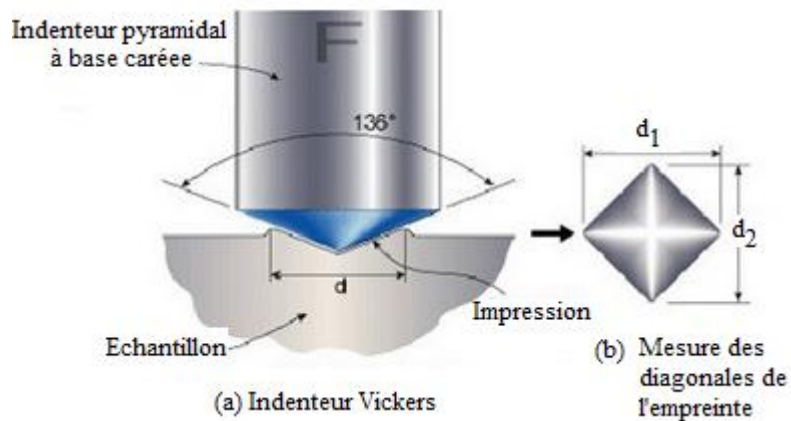
Le but de cette caractérisation est d'évaluer l'effet du traitement de vieillissement sur le comportement mécanique de l'alliage et sur le comportement local des phases existantes.

II.7.1 Essais de microdureté.

L'essai consiste à imprimer dans l'échantillon un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet 136° sous une charge F , et à mesurer les diagonales d_1 et d_2 sur la surface après enlèvement de la charge (Figure.2.11). La microdureté Vickers est proportionnelle au rapport (F/S) . S = surface de l'empreinte.

$$H_V = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} = 0.189 \frac{F}{d^2}$$

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



Figure

Dureté Vickers [28].

2.11 Micro-

- Le microduromètre utilisé est de type WILSON MK3300, la charge utilisée est de 25g (Figure 2.13)

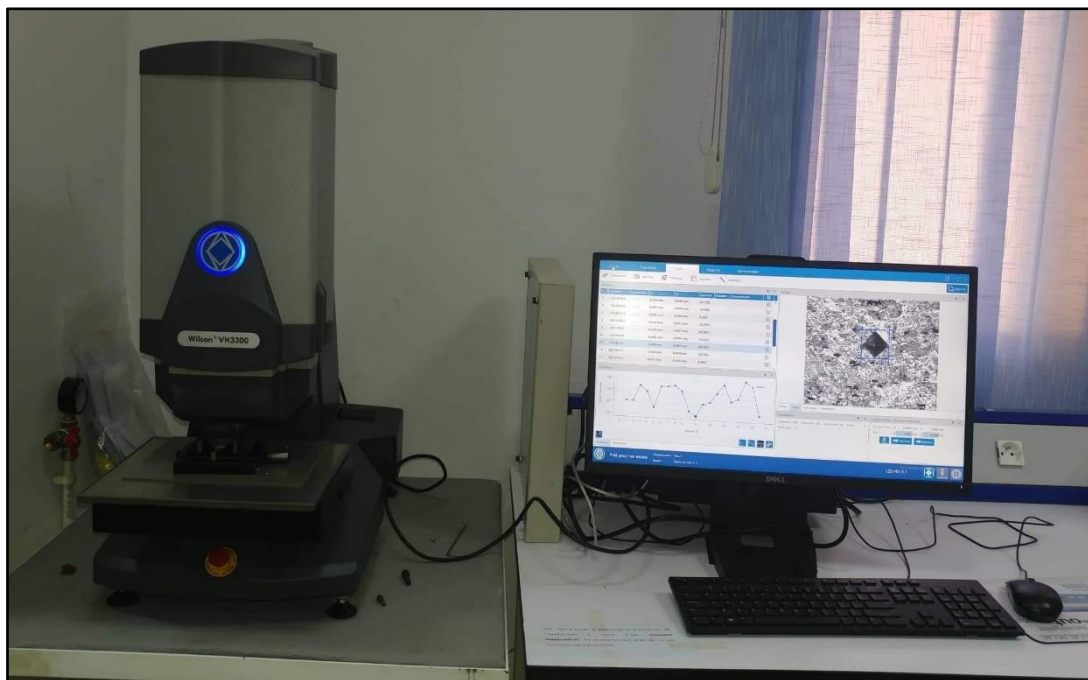


Figure 2.12 Microduromètre utilisé « WILSON VH 3300 ».

II.7.2 Nano indentation instrumentée :

➤ Principe de l'indentation instrumentée :

Le principe de la nano-indentation est basé sur celui des essais de dureté usuels dans le sens où l'on vient enfoncer un indenteur dans la surface de l'échantillon avant de le retirer. Les différences majeures entre essais de dureté et de nano-indentation, sont que la nano-indentation présente des gammes d'effort et de profondeur de pénétration inférieures à un essai de dureté ou de microdureté (pouvant atteindre la dizaine de micro-newtons pour l'effort et l'ordre du nanomètre pour la profondeur de pénétration).

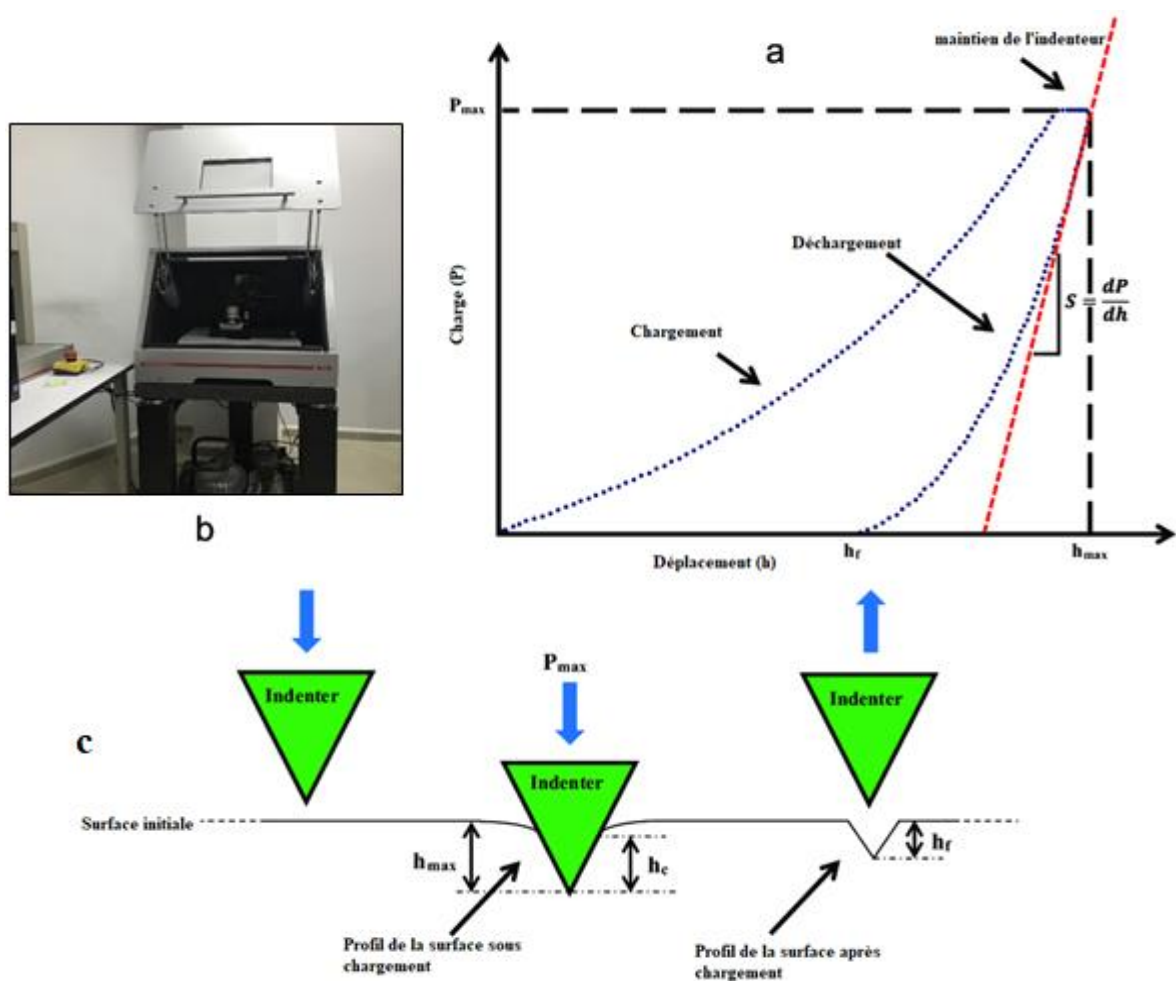


Figure 2.13 Nano-indentation instrumentée et principe et représentation schématique de la courbe charge-déplacement [27]

De plus, lors d'un essai de nano-indentation, la profondeur de pénétration h et l'effort F sont mesurées dynamiquement lors d'un cycle de charge-décharge ce qui permet de tracer la courbe force-déplacement résultante, généralement appelée courbe d'indentation (Figure 2.13(a)).

➤ **Indent utilisé en nano-indentation.**

Un indent de type Berkovich est une pyramide à base triangulaire ayant la particularité d'avoir la même fonction d'aire, soit la même relation entre l'aire de contact projetée A_p et la profondeur de contact h_c , qu'un Vickers (figure 2.14).

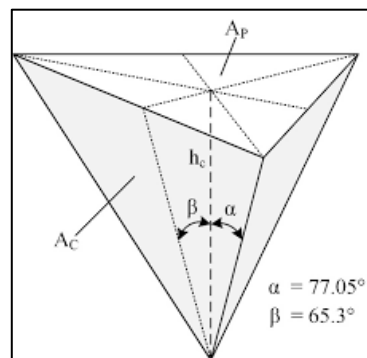


Figure 2.14 Géométrie d'un indenteur type Berkovich

➤ **Les propriétés mesurées :**

Les deux principales propriétés mesurées sont **le module élastique (E) et la dureté (H)** (selon la norme NF EN ISO 14577). Le modèle utilisé pour le calcul du module et de la dureté est celle développée par Oliver et Pharr [27]. Il s'agit du modèle le plus largement utilisé dans le domaine de la nano-indentation.

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

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

La profondeur de contact h_c dépend de la profondeur de pénétration maximale de l'indenteur h_t , de la rigidité S du contact et d'un facteur ϵ valant 0.75 dans le cas d'un indenteur de type Berkovich :

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

La Figure 2.14C permet la visualisation des notions de profondeur de contact h_c et de profondeur de pénétration de l'indenteur h_t .

- **Module d'élasticité :**

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

E_r = module réduit, E_i = module de l'indenteur, E = module de l'échantillon, ν = coefficient de Poisson

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

Il est aussi possible de déterminer :

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

CHAPITRE III

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

III.1 Identification du métal de base :

III.1.1 Analyse chimique :

Le tableau 3.1 montre les résultats de l'analyse chimique de l'acier Lean duplex 2101. La composition chimique de l'alliage.

Tableau 3.1 Composition chimique de l'acier inoxydable Lean duplex 2101.

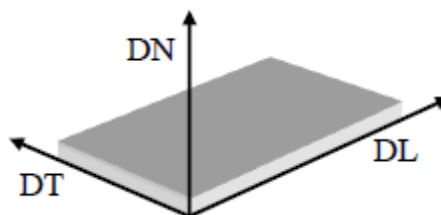
Eléments	C	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	P	S	Cu	N
% en masse	0.043	0.702	4.72	1.74	0.297	21.2	0.024	0.003	0.246	0.253

Cette composition correspond bien à la celle de l'acier Lean duplex avec une faible teneur en nickel, molybdène et une importante teneur en azote comparé aux autres nuances duplex (voir le chapitre I, tableau I.1).

III.1.2 Matériau à l'état de réception :

A l'État de réception la microstructure de l'acier LDX 2101 est constituée par une mixture de deux phases : la ferrite et l'austénite (Figure.3.1). L'austénite est présente sous forme d'îles allongées à l'intérieure de la matrice ferritique. Ceci est dû au laminage à chaud.

La direction de la micrographie est vers la direction de DL.



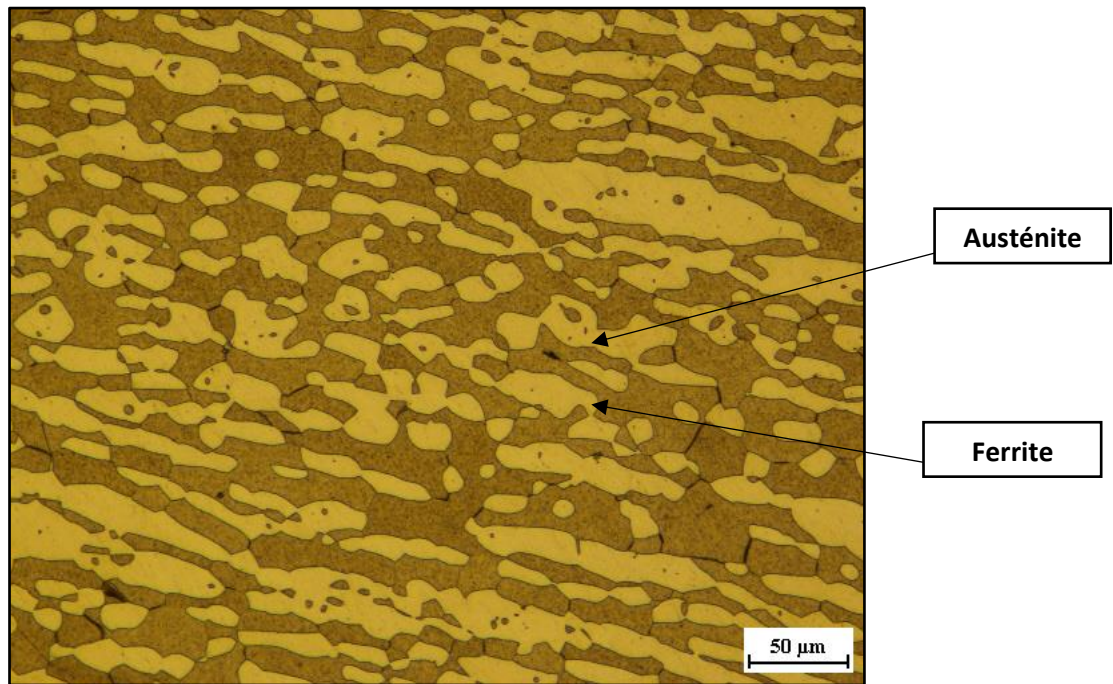


Figure 3.1 Micrographie de la structure de l'acier LDX 2101 à l'état reçu sur la direction DL.

III.2 Traitement thermique :

L'acier étudié étant une nuance commerciale, l'histoire thermique du matériau n'est pas connue précisément. Les étapes d'élaboration et de travail à chaud des aciers duplex ont cependant été décrites de façon générale dans la littérature [1-3]. Westin *et al* [26] ont montré que malgré le traitement d'homogénéisation à 1050 °C, les concentrations en éléments d'alliages ne sont pas parfaitement homogènes dans les plaques de nuance LDX 2101 commercialisées, mais présentent de la microségrégation dans les grains. Par conséquent, un traitement d'homogénéisation à une température de 1050°C (selon la composition chimique 1050-1150°C) du matériau de base est important.

III.2.1 Traitement de mise en solution :

Ce traitement permet un bon équilibrage de la fraction volumique des phases avec une répartition homogène des éléments d'alliage tout en éliminant les précipitations préalables.

La micrographie de la figure 3.2, présente la microstructure de l'acier Lean duplex 2101 après un traitement de mise en solution à 1050°C pendant 60 min suivie d'une trempe à eau.

Cette micrographie a été obtenue par microscopie optique, après avoir poli l'échantillon jusqu'à l'état miroir suivi d'une attaque électrochimique au KOH. L'austénite γ apparaît avec un contraste plus sombre que la ferrite α , et le pourcentage de phases est déterminé par analyse d'images, avec le logiciel Image J. Ainsi, la microstructure de cet alliage est constituée d'environ 45 % γ et 55 % α .



Figure 3.2 Microstructure après traitement de mise en solution (hypertrempe) (attaque électrolytique).

III.2.2 Traitement de vieillissement :

Les figures 3.4 (1-8) montrent l'évolution microstructurale et formation des précipitations au cours du traitement de vieillissement à une température à 720°C pendant des temps de maintiens de : 10min, 40min, 1h, 10h, 24h, 72h, 120h, 240h.

Sur ces micrographies, on observe deux phénomènes microstructuraux : formation des précipitations et de phases secondaires, ainsi que l'évolution de la morphologie des phases γ/α .

- a) Formation de phases secondaires :** le premier changement microstructural observé est la croissance de l'austénite γ dans la ferrite δ aux joints de phases γ/α , il s'agit de l'austénite secondaire γ_2 . Celle-ci apparaît dès les premiers instants du vieillissement et croît avec le temps de vieillissement sous forme de festons autour des joints γ/α . La Figure 3.3 montre la microstructure d'un échantillon vieilli à 720°C pendant 10h. A l'interface α/γ la

croissance de l'austénite secondaire γ_2 dans la ferrite α s'effectue conjointement à la croissance des précipités (Figure.3.3).

En outre, aucune phase σ n'a été détectée à cette température de traitement.

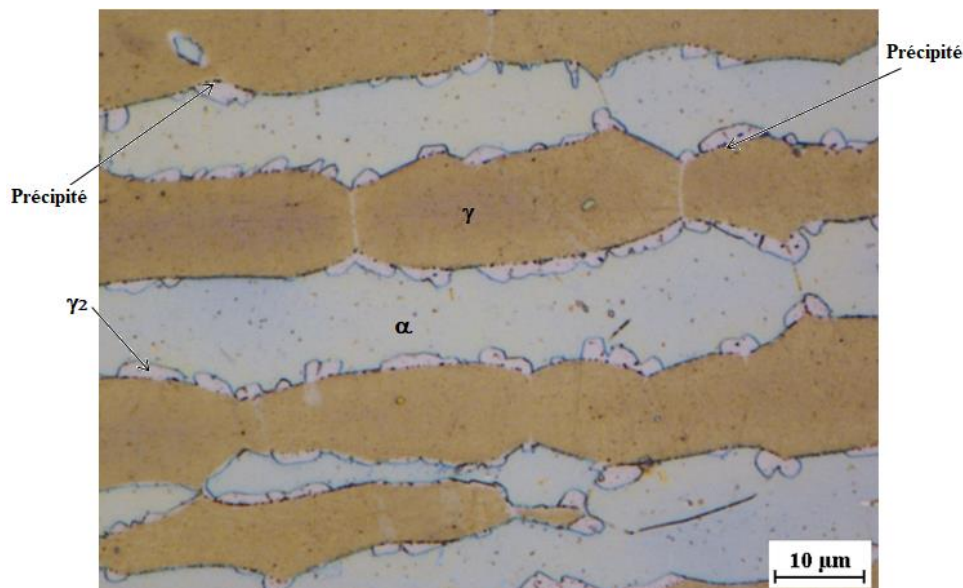


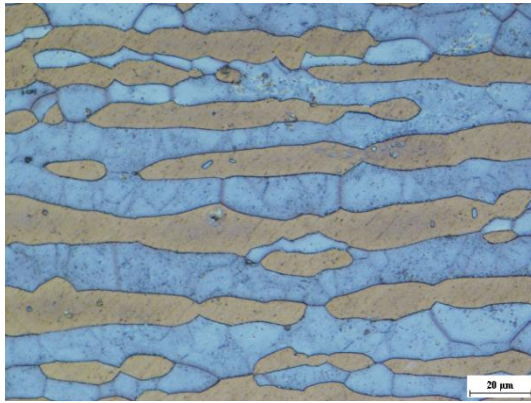
Figure 3.3 Micrographie Montrant Les Festons D'austenite Secondaire Aux Interfaces γ/α : Vieillessement 10h A 720°C

b) Les précipitations :

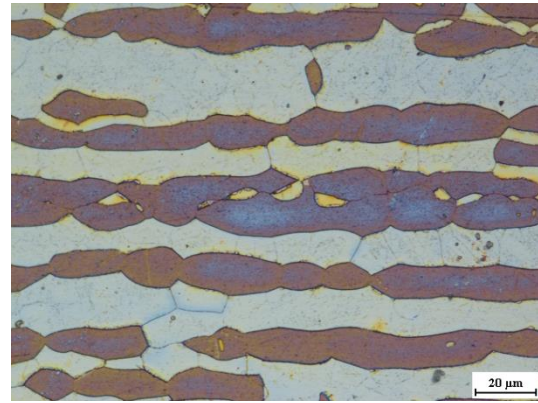
Les précipités sont observés dès les premiers instants du vieillissement. Ceux-ci ont une forme de particules fines dispersées le long des joints α/γ et α/α . L'échantillon vieilli pendant 24h présente une densité élevée de précipitations (Figure.3.4(d)). Sur cette micrographie, on observe également des précipitations sous forme de lattes enchevêtrées et désorientées les unes par rapport aux autres à l'intérieure des grains de ferrite. Ces lattes présentant des centres "*de germination*" (Nous ne pouvions pas l'identifier car le temps n'était pas suffisant) disparaissent avec le temps de vieillissement (Figure.3.4. (5)).

c) Morphologie des phases

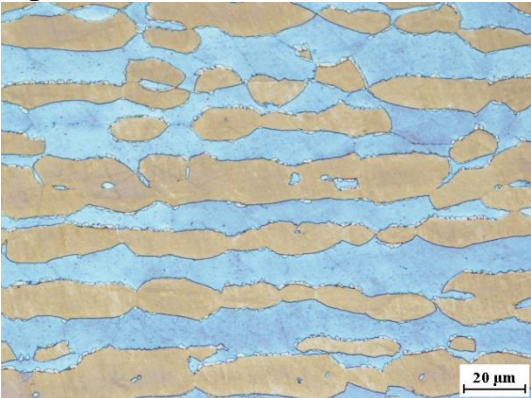
On remarque clairement que lorsque le temps de vieillissement augmente, la quantité de précipitations augmente, la morphologie de la texture laminée à chaud se casse et les grains de la Phase austénitique γ deviennent légèrement équiaxes en particulier pour un temps de vieillissement long (Figure.3.4 (a-g)). La rupture de la texture lamellaire des grains a déjà été observée par Zaid et Bhattacharjee [42].



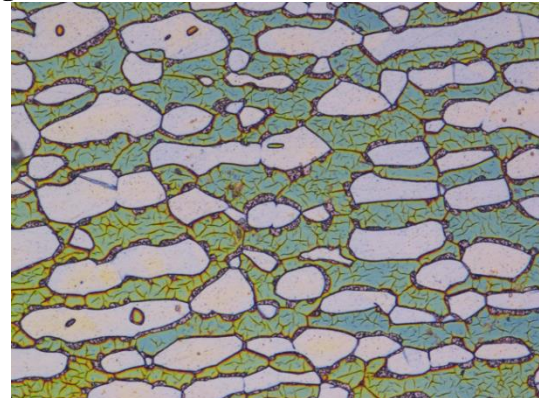
Figures 3.4 (a) : vieillissement 10min



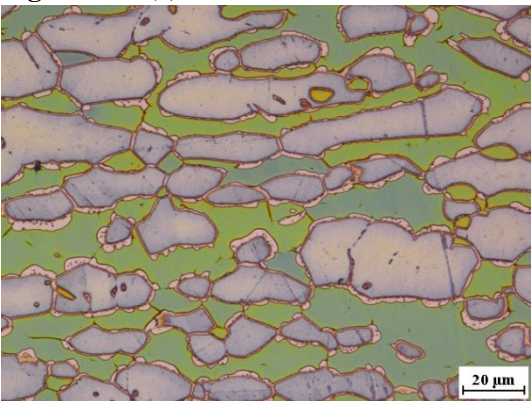
Figures 3.4 (b) : vieillissement 40 min



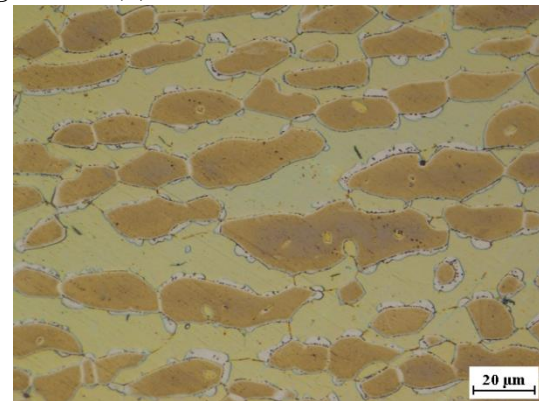
Figures 3.4 (c) : vieillissement 1heures



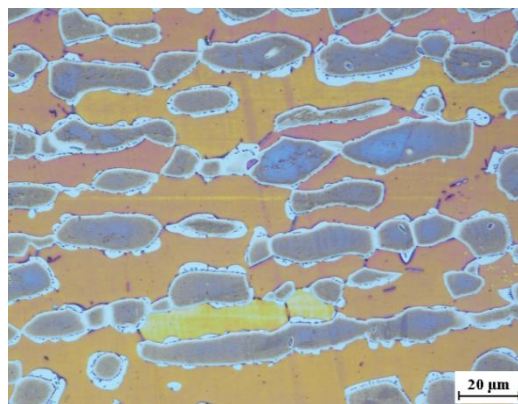
Figures 3.4 (d) : vieillissement 24heures



Figures 3.4 (e) : vieillissement 72 heures

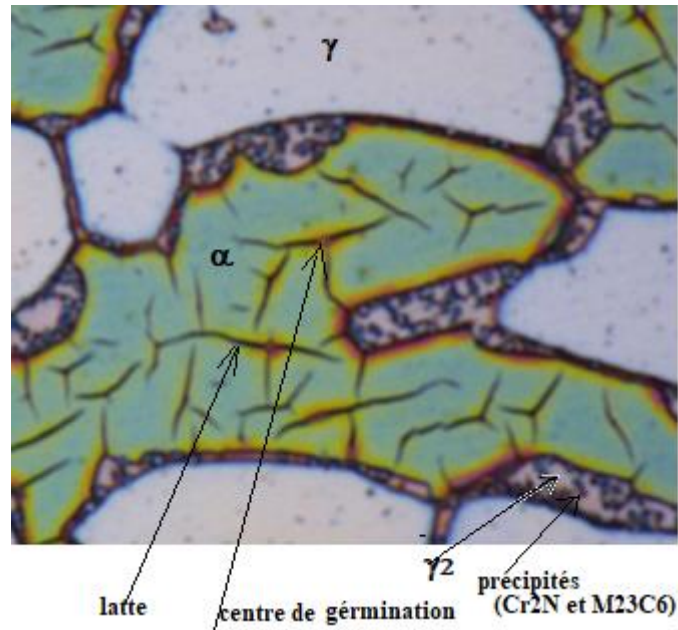


Figures 3.4 (f) : vieillissement 120heures



Figures 3.4 (g) : vieillissement 240heures

Figure 3.4 Evolution microstructurale avec traitement de vieillissement pendant différents temps de maintiens.



Figures 3.5 vieillissement 24heures

d) Morphologie et nature des précipités

Selon la bibliographie présentée dans le chapitre. I sur le vieillissement des aciers austéno-ferritique, les précipités de type les $M_{23}C_6$ sont uniquement observés aux joints de phases α/γ et les M_2N aux interfaces α/γ et α/α . Les nitrures se présentent généralement sous une forme de bâtonnets tandis que les $M_{23}C_6$ ont une morphologie triangulaire très caractéristique [15, 40,41]. En tenant compte de la morphologie des précipités, l'analyse MEB des microstructures révèle en effet la présence de de nitrures et carbures (Figure.3.6.a et b). La micrographie de la figure 3.6. (b) montre une légère différence de contraste entre $M_{23}C_6$ et les M_2N où ces derniers apparaissent légèrement plus sombres que les $M_{23}C_6$.

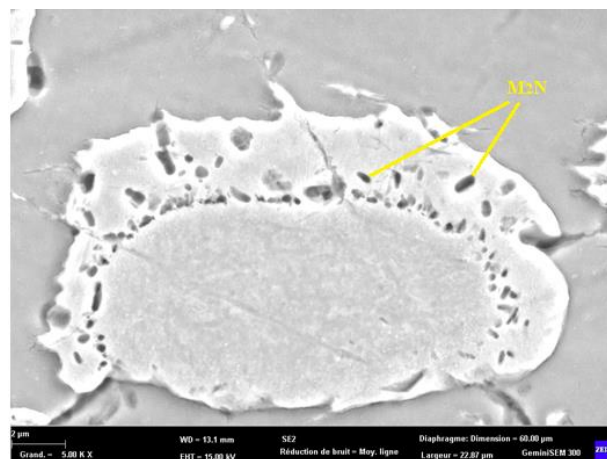


Figure 3.6. (A) Micrographie MEB D'un Echantillon Vieilli A 240h

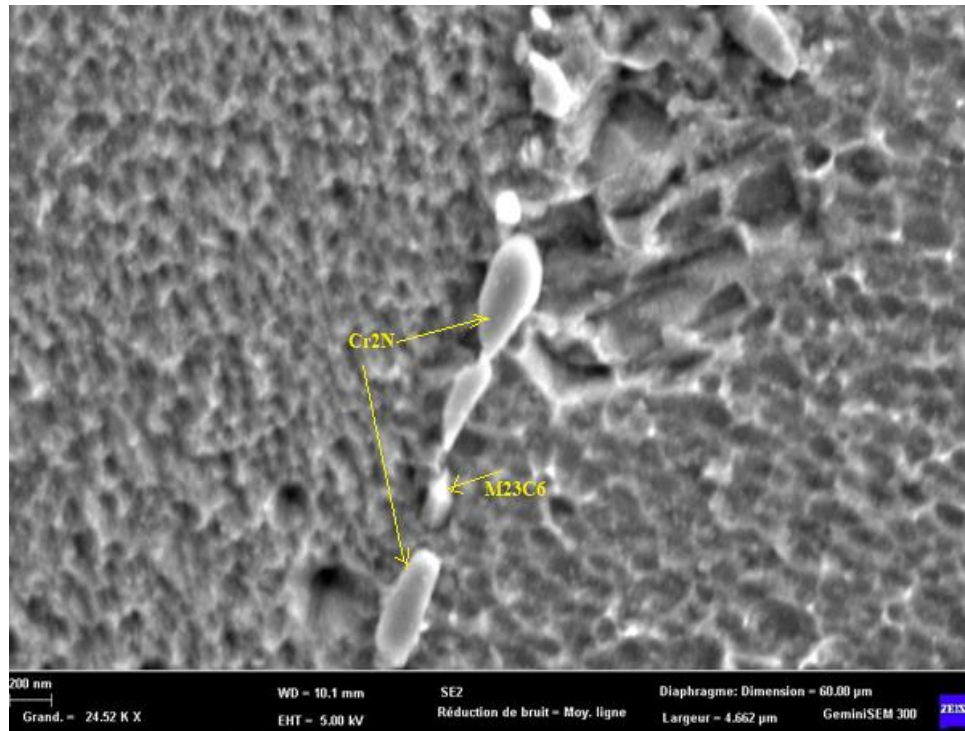
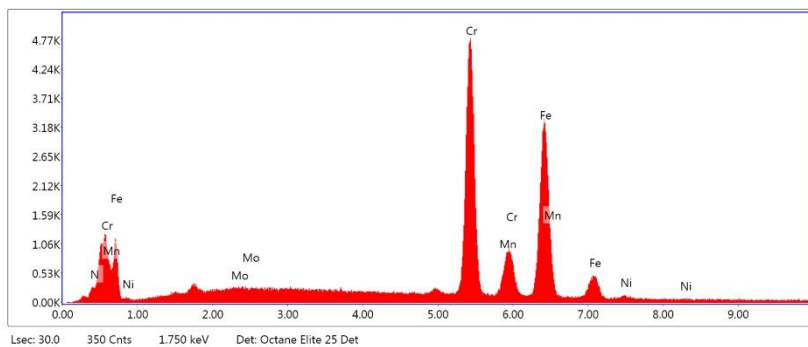
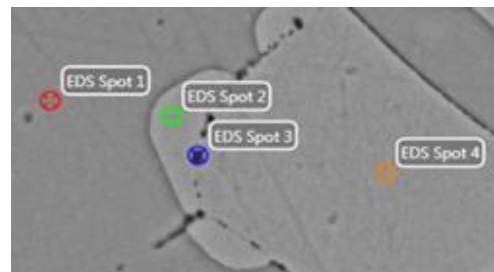


Figure 3.6 (B) Micrographie MEB D'un Echantillon Vieilli A 720°C- 120h

Les nitrures tout comme les carbures sont des précipités très riches en chrome, cependant leur stœchiométrie n'a cependant pas été vérifiée, compte tenu de la difficulté à quantifier les éléments légers en MEB-EDS. En effet, aucun pic de carbone ou d'azote n'a été détecté lors des analyses EDS (Figure 3.7).



Element	Weight %	Atomic %
N K	0.00	0.00
MoL	0.00	0.00
CrK	42.86	44.62
MnK	4.47	4.40
FeK	51.35	49.76
NiK	1.32	1.22

Figure 3.7 Spectre d'analyse EDS (spot.3 précipités) de l'échantillon vieilli pendant 10h (Voir annexe B pour les autres spots)

III.3 Effet du vieillissement sur les proportions des phases α/γ et la répartition de l'élément d'alliage entre les phases.

III.3.1) Analyse par traitement d'image

Les proportions des phases ont été estimées par l'analyse d'image décrite dans le chapitre 2. Les résultats sont résumés dans le tableau 3.2 suivant :

TABLEAU 3.2 : EFFET DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPORTIONS DES PHASES

	1050	10min	40min	60min	10h	24h	72h	120h	240h
% α	55	54.1	53.2	52.2	51.1	48.6	47	42	40.4
% γ	45	44	44.8	45.3	46.1	48	49.3	54.1	55.2
Précipités %	0	1.9	2	2.5	2.8	3.4	3.7	3.9	4.4

Cette dispersion dans les taux de ferrite et d'austénite en fonction du temps de vieillissement est conséquence d'une nouvelle répartition des éléments d'alliage dans les différentes phases (Tableau 3.4).

Les compositions chimiques montrent que la phase secondaire γ_2 présente les plus fortes teneurs en Ni et en Mn, ce qui entraîne l'appauvrissement de ces éléments dans les phases voisines.

Tableau 3.3 : Composition Chimique Des Differentes Phases :

Ferrite :

	Cr	Ni	Mo	Mn	Fe
1h	21.56	1.92	0.11	4.14	71.58
10h	21.08	1.57	0.10	3.84	72.76
240h	21.48	1.73	0.26	4.21	71.56

L'austénite :

	Cr	Ni	Mo	Mn	Fe
1h	18.71	2.47	0.01	4.84	72.87
10h	18.84	1.75	0.01	4.25	74.12
240h	19.35	2.43	0.05	5.30	71.99

Austénite 2 :

	Cr	Ni	Mo	Mn	Fe
1h	17.94	2.64	0.10	5.51	72.61
10h	15.63	2.54	0.07	4.95	75.79
240h	16.05	3.09	0.02	5.90	74.29

III.3.2) Analyse par DRX.

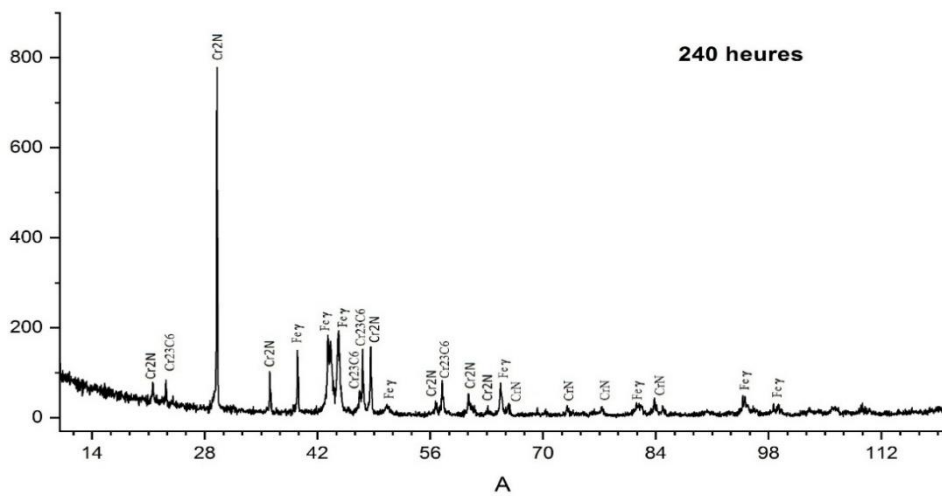
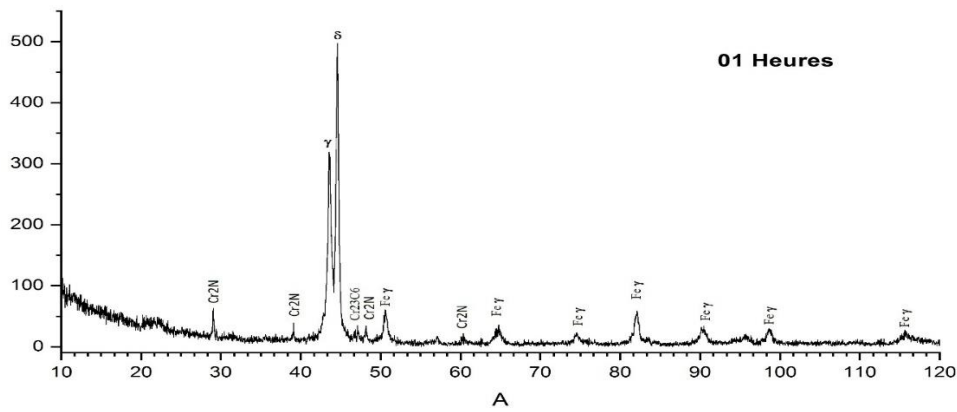
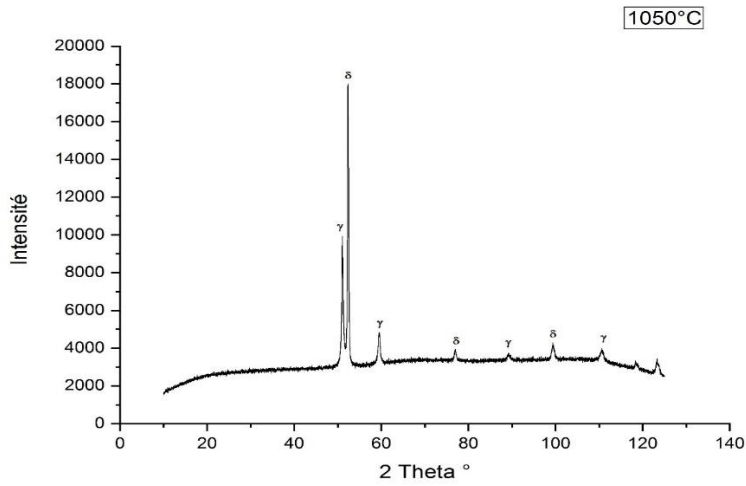


Figure 3.8 indexation DRX

L'indexation sur les graphes DRX confirme la présence des précipités par le temps de vieillissement, l'augmentation de la teneur en austénite.

En d'autres termes, lorsque le temps de vieillissement augmente le taux d'austénite augmente.

On explique la diminution de la ferrite par la germination de la phase γ_2 (figure 3.5)

Les graphes DRX confirme aussi que les proportions des précipitations (Cr_2N et $M_{23}C_6$) augmentent avec le temps (figure 3.8).

III. 4 Effet du vieillissement sur les caractéristiques mécaniques

III. 4. 1 : Essai de micro dureté

Tableau 3.4 : Resultats De La Mico Durete

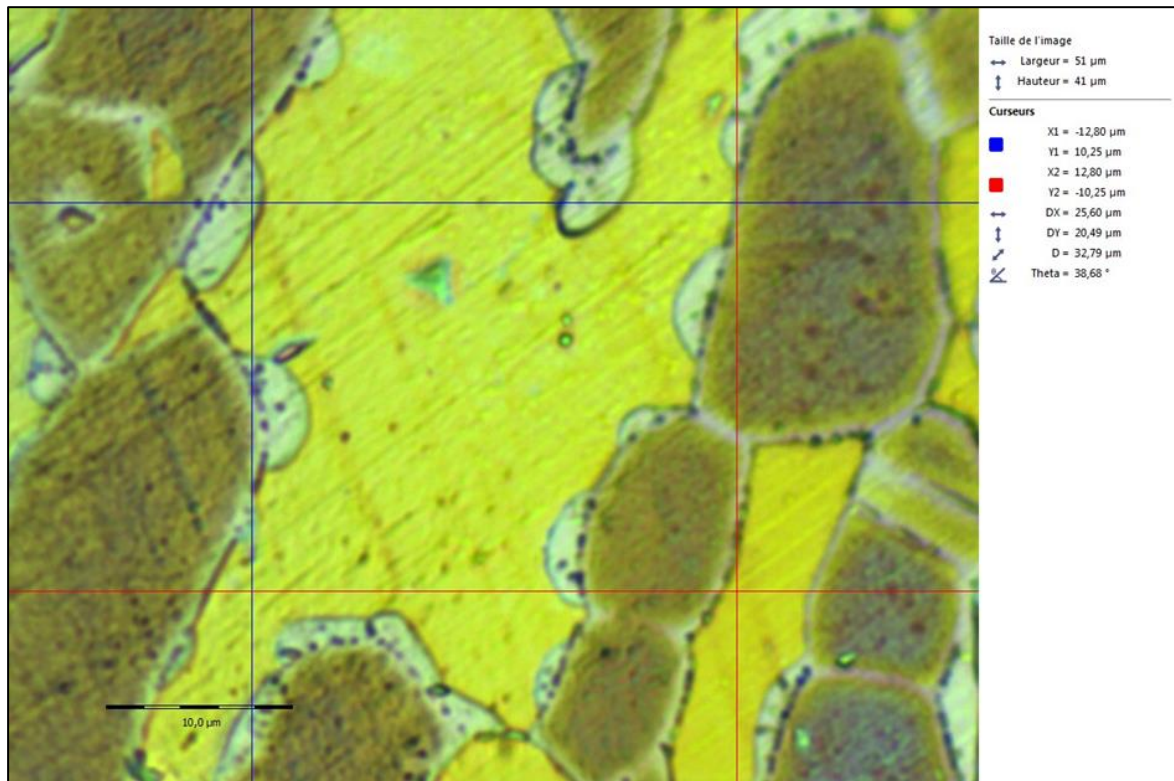
1050 C°	235.4 HV
1 H	230 HV
10H	228.1 HV
24H	232.7 HV
120H	225.3 HV
240H	225.1 HV

Le tableau 3.4 montre la diminution de la micro dureté de l'acier inoxydable lean duplex 2101 par le temps.

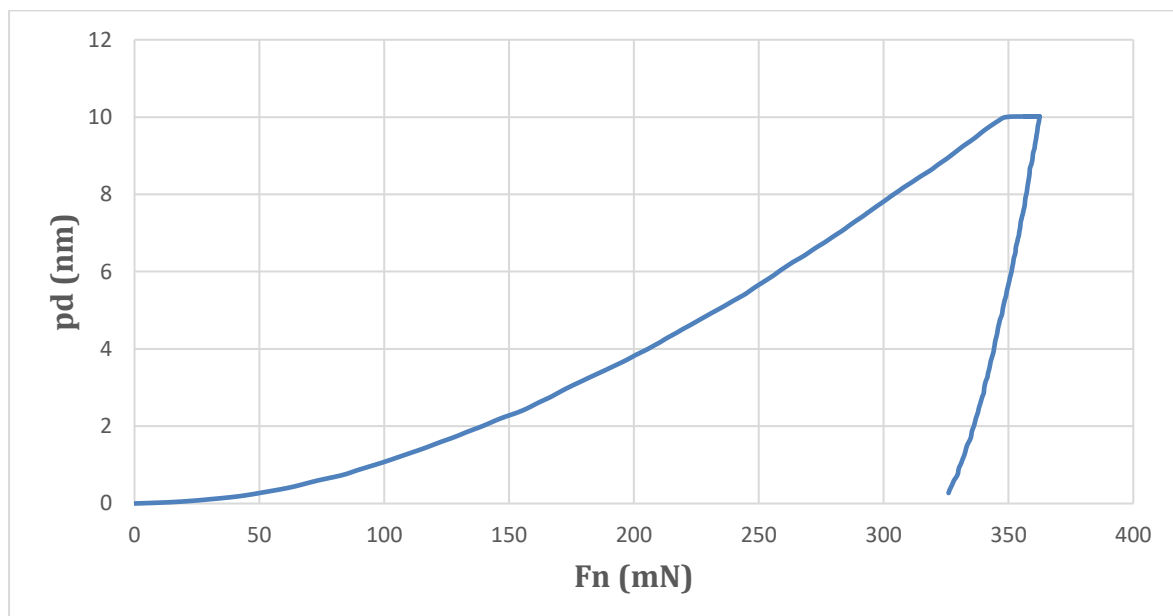
La présence maximale des précipités dans le temps $T=24H$ explique l'augmentation de micro dureté à cause des carbures et nitrures.

III. 5 : Essai de nano indentation :

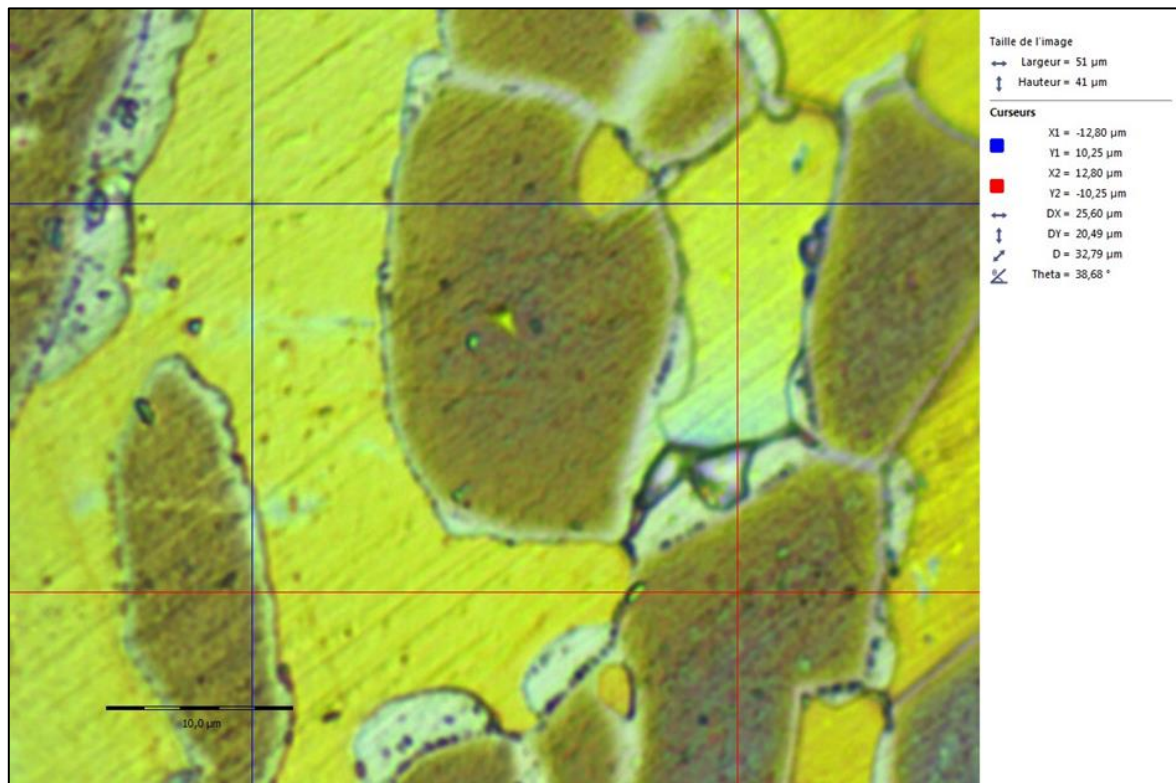
Echantillon 120h :



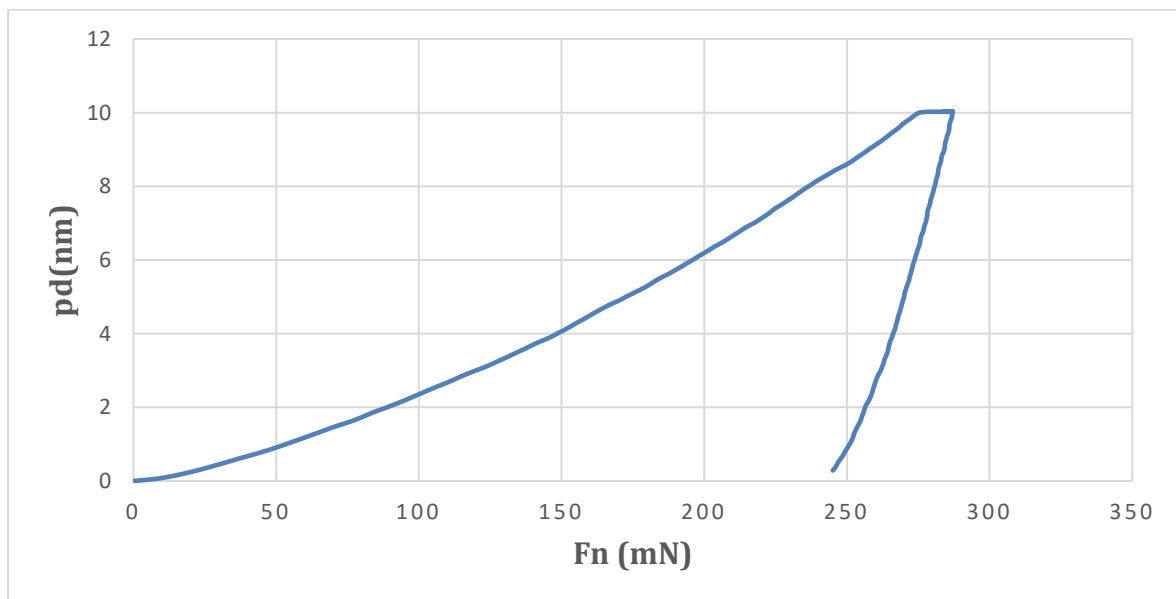
Nano indentation zone austénite 120H.



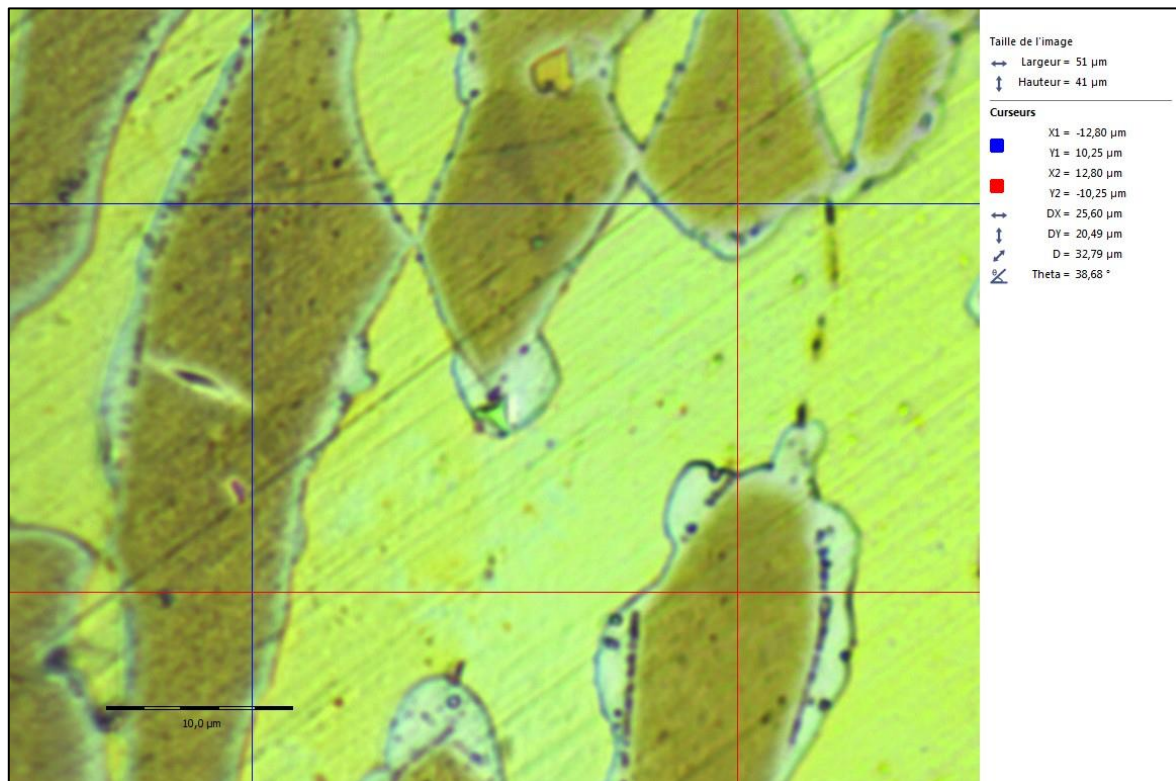
Courbe d'Austénite 120H.



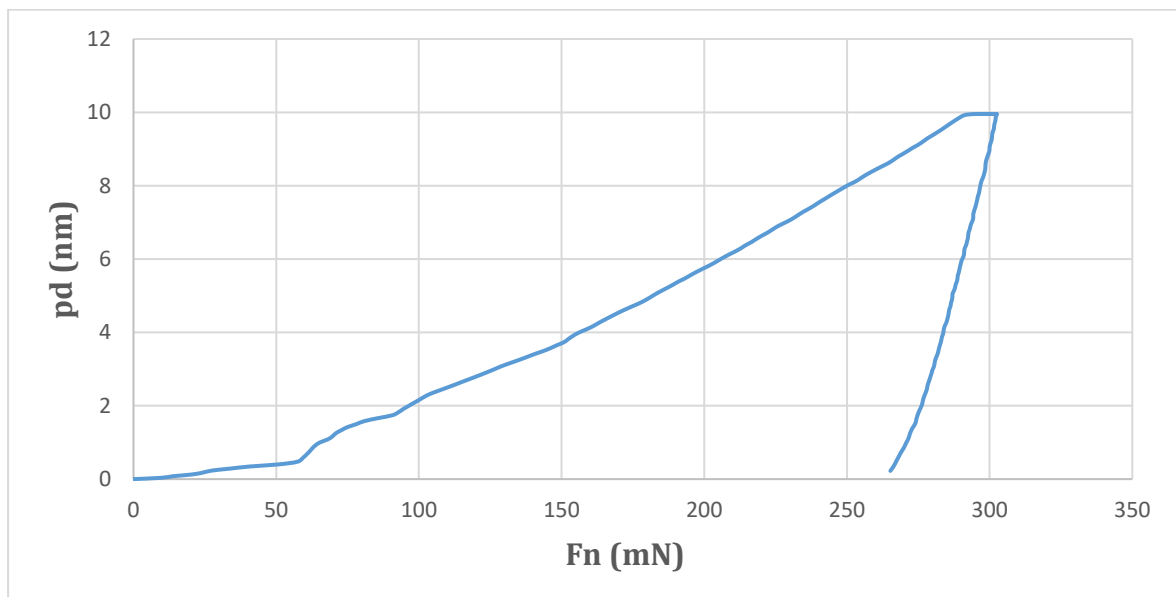
Nano indentation zone Ferrite 120H.



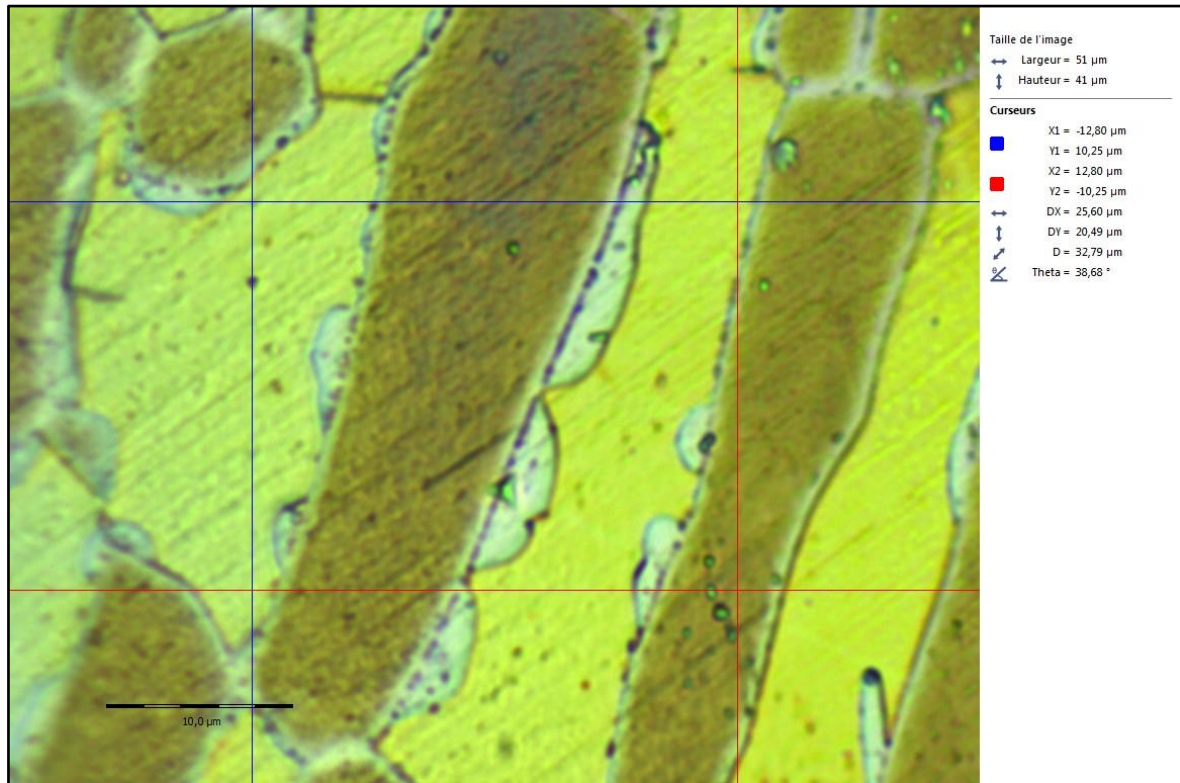
Courbe de Ferrite 120H.



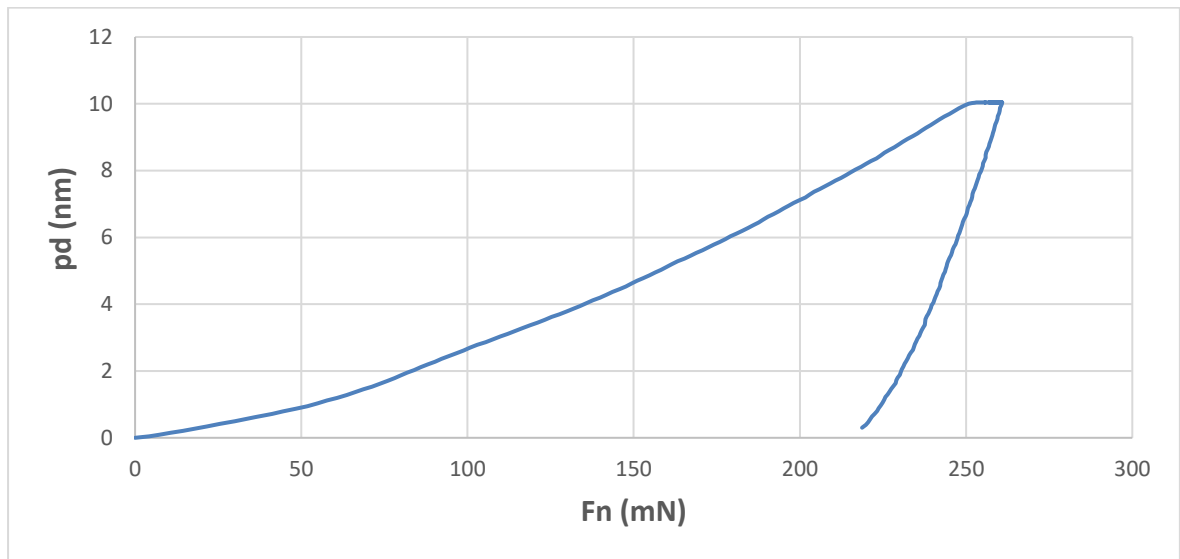
Nano indentation zone phase secondaire 120H



Courbe de phase secondaire 120H.

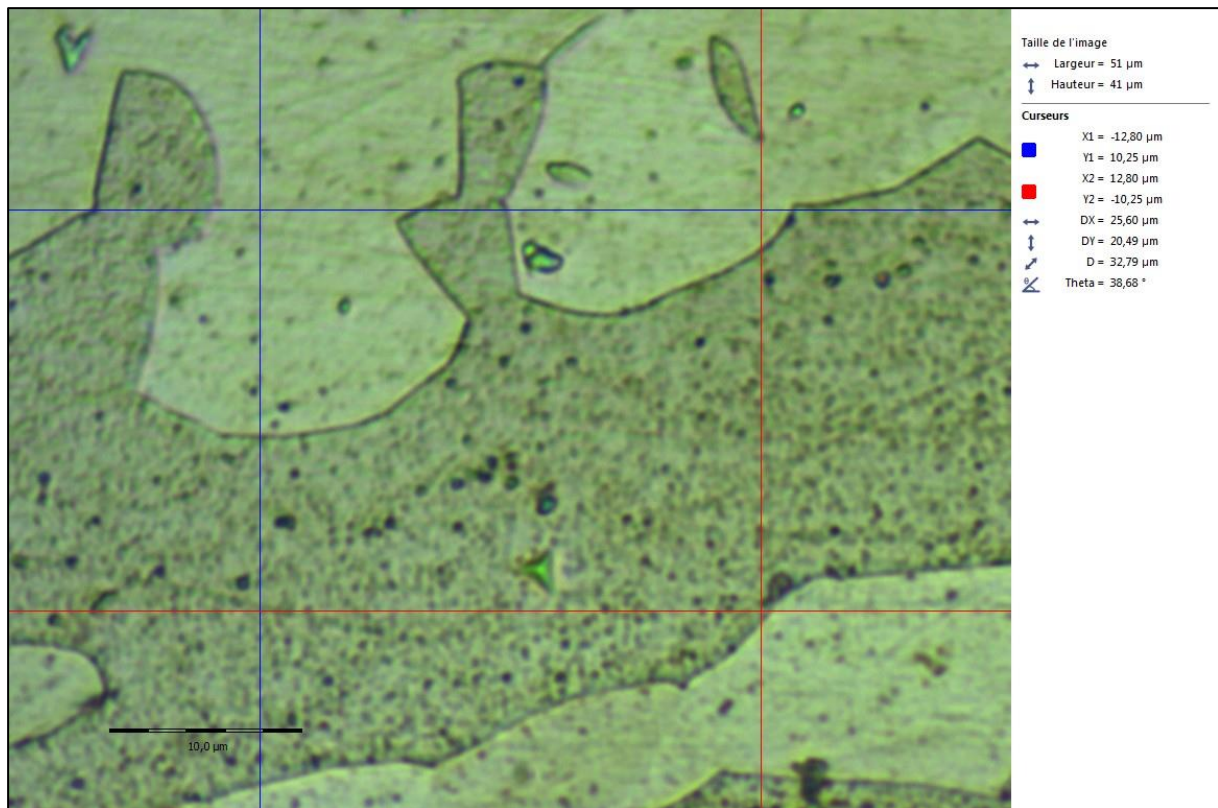


Nano indentation zone Interface 120H.

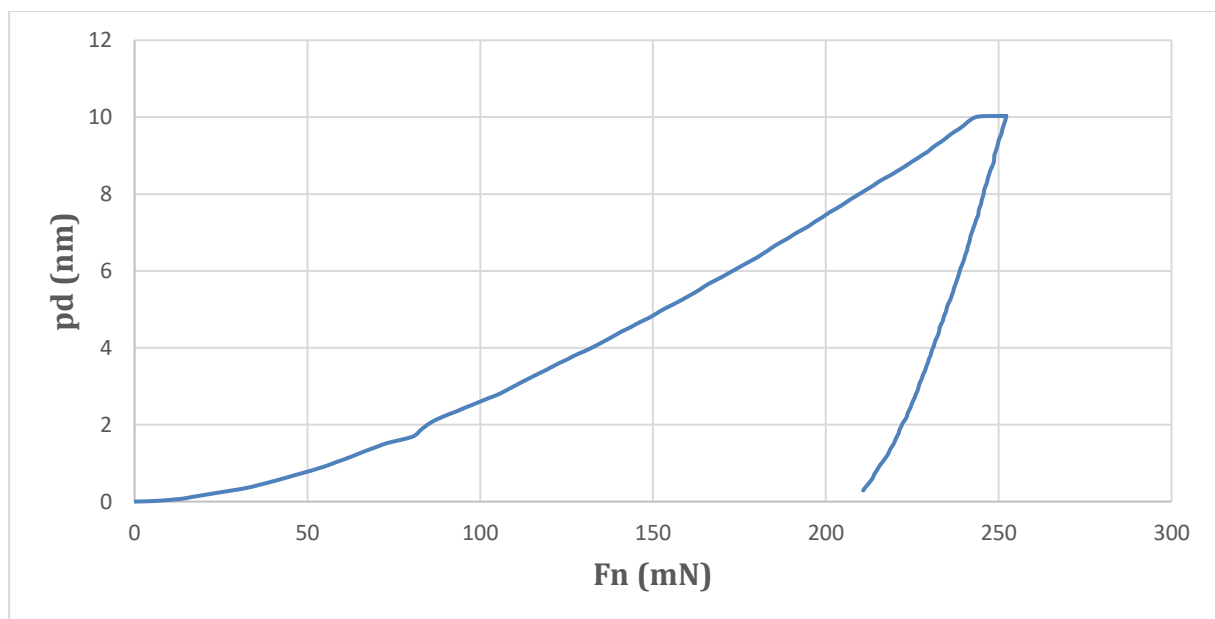


Courbe phase Interface 120H.

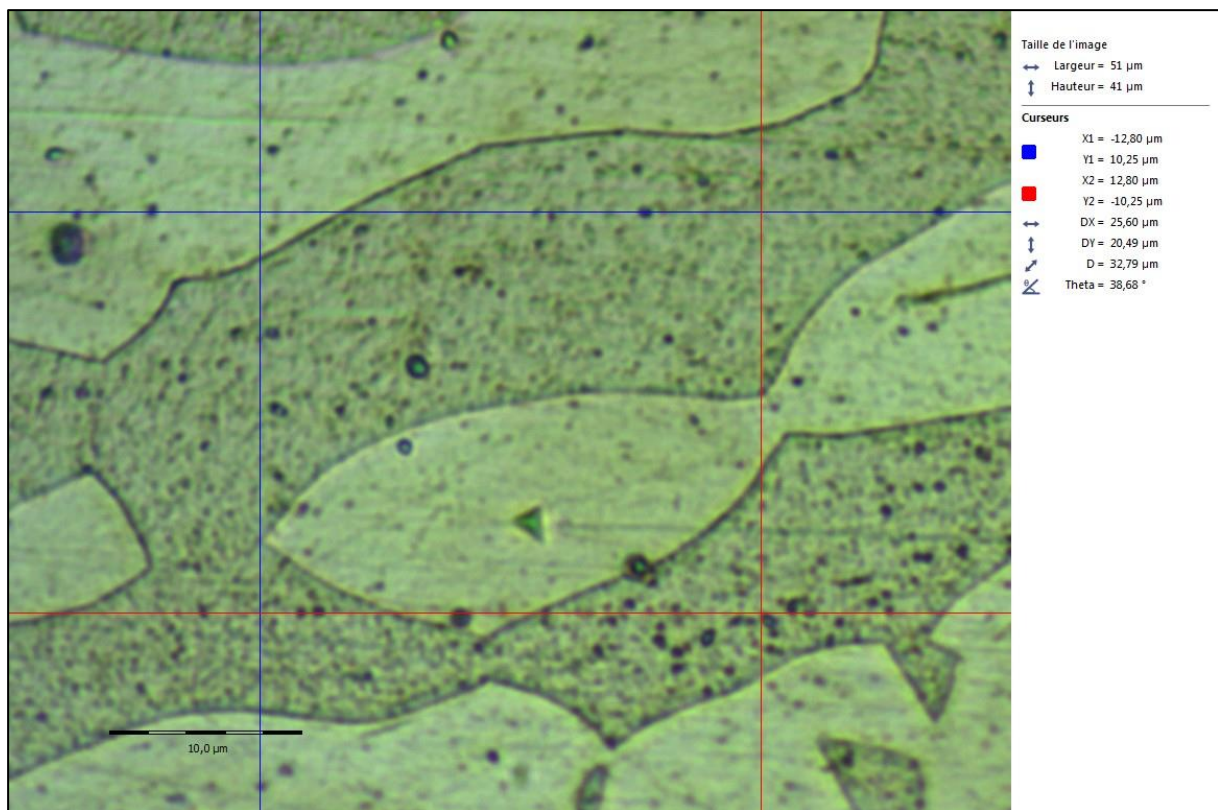
Echantillon 1050°C :



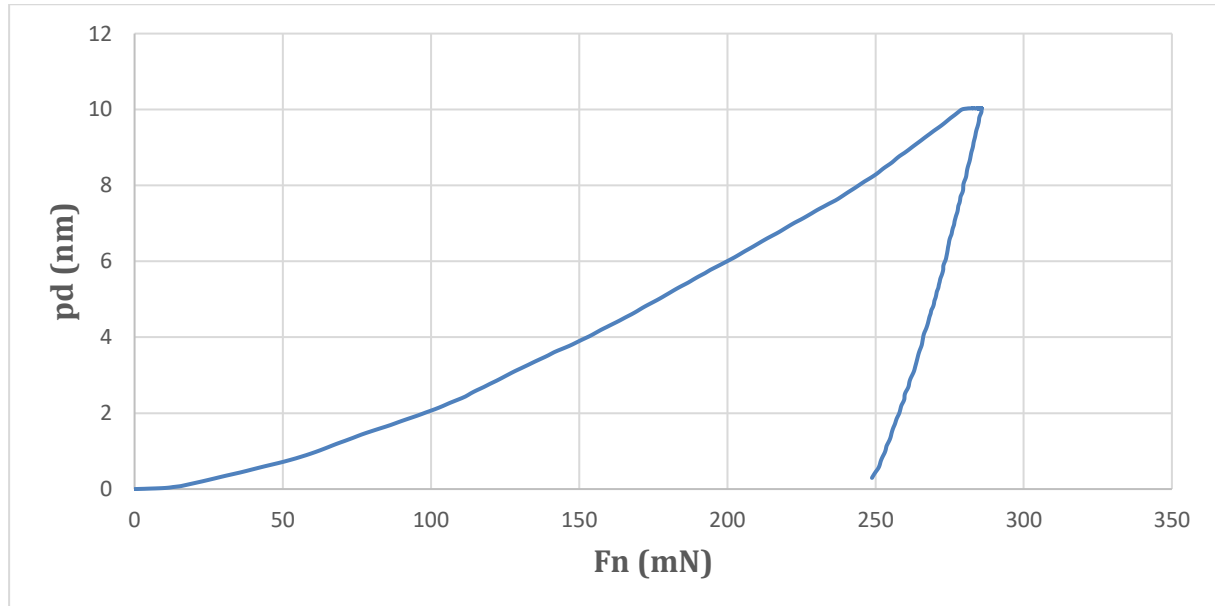
Nano indentation zone Austénite 1050C°.



Courbe d'Austénite 1050C°.



Nano indentation zone Ferrite 1050C°.



Courbe ferrite 1050C°.

Tableau 3.5 : Resultats Nano Indentation Pour L'acier 2101.

Echantillons	Phase	H (Mpa)	E(Gpa)
1050 C°	Ferrite	7122.3	248,15
	Austénite	5432.7	248.1
120 H	Ferrite	5440.5	223.92
	Austénite	3256,1	215,09
	phase secondaire	4801,4	220,87
	Interface α/γ	6685,1	255,35

Le tableau 3.5 montre l'évolution de H et E des phases en fonction de temps.

La disparité dans les résultats peut être expliquée comme suivant : une bonne dureté pour la ferrite est causée par un bon teneur de chrome et molybdène.

La diminution de la dureté du matériau après le traitement de vieillissement, est causée par l'augmentation de la taille l'austénite secondaire formée suite à la formation des précipités.

L'augmentation de la dureté dans l'interface est causée par les précipités (Cr₂N et M₂₃C₆).

❖ Conclusion :

Dans le cadre ce mémoire, nous avons étudié expérimentalement l'effet du traitement thermique de vieillissement sur la microstructure de l'acier inoxydable Lean duplex 2101.

Après un traitement de mise en solution à 1050°C pendant 01 heure, l'acier inoxydable Lean duplex a subi des traitements de vieillissement à 720°C pendant différents temps de maintien (10min. - 240heures).

Les résultats obtenus peuvent nous mener à considérer certaines conclusions qui sont les suivantes :

A 1050°C, l'acier inoxydable Lean duplex présente une structure en bande biphasée formée par la ferrite δ et l'austénite γ , à cet état, aucune forme de précipité n'a été observé.

Le traitement de vieillissement a provoqué un phénomène de précipitation au niveau des joints de grains ferrite/austénite. Ces précipités s'intensifient avec le prolongement du temps du vieillissement. et se propagent à l'intérieur de la ferrite

Les précipités ont été identifiés par DRX comme étant principalement des nitrides (Cr_2N) avec une légère quantité de carbures M_{23}C_6 .

L'absence de la phase intermétallique σ dans l'acier inoxydable Lean duplex peut être attribué à l'augmentation de la teneur en azote N et la diminution du chrome Cr et du molybdène.

Les interfaces δ/γ sont connues comme les sites de nucléation préférentiels pour la précipitation des nitrides et carbures.

A 720°C, plusieurs particules de Cr_2N ont été observés dans l'échantillon traité à pendant 10 minutes, ce qui montre que la précipitation des nitrides est rapide.

La diminution de la dureté du matériau après le traitement de vieillissement, est causée par l'augmentation de la taille l'austénite secondaire formée suite à la formation des précipités.

References:

- [1] **R. N. GUNN**. Duplex Stainless Steels, microstructure, properties and application, 2000.
- [2] **P. J. CUNAT**. Aciers Inoxydables. Fabrication. Traités Des Matériaux. Techniques de l'Ingénieur. M4543. 2002.
- [3] **P. LACOMBE**, B. BAROUX, G. BERANGER. Les aciers inoxydables. Les éditions de physique.1990.
- [4] **M. Pohl**, O. Storz. **Sigma-phase in duplex-stainless steels**. Z. Metallkd. 95 (2004) vol7
- [5] Iris Alvarez-Armas, Suzanne Degallaix-Moreuil. **Duplex Stainless Steels**. John Wiley & Sons, Inc.
- [6] **Aubin, V**. Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel. Thèse de doctorat, Université des Sciences et technologies de Lille, **2001**.
- [7] **J. Charles**, The duplex stainless steels: materials to meet your needs, Duplex Stainless Steels'91, 1991, pp. 3-49.
- [8] **Frédéric PERDRISSET**. Influence de l'azote sur les mécanismes de fissuration en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable austéno-ferritique de type Z3 CND 22 05. Thèse de doctorat en sciences des matériaux, univ.Lille 1994
- [9] **Naseem Issa Abdallah Haddad**. The development of microstructure in duplex stainless steel welds. These de doctorat, univ.Cambridge, 1989
- [10] **M. Pohl**, O. Storz. **Sigma-phase in duplex-stainless steels**. Z. Metallkd. 95 (2004) vol7
- [11] **Che Abdullah bin Hassan**, Transformation of ferrite in duplex stainless steel *University of Wollongong*, Master of Metallurgy (Hons.) thesis, Department of Metallurgy, University of Wollongong, 1984. <http://ro.uow.edu.au/theses/2591>
- [12] **Charles, J**. *Super Duplex Stainless Steel: Structure and Properties*. in *2nd. Duplex Stainless Steels*. 1991.
- [13] **REDJAIMIA A**. *"Etude morphologique et structurale des produits de décomposition de la ferrite delta dans un acier inoxydable austéno ferritique Fe-22Cr-5Ni-3Mo-0,03C"*, Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine (1991).
- [14] **J. O. Nilsson and A. Wilson**, Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of super duplex stainless steel SAF 2507. Materials Science and Technology July 1993 Vol. 9 545
- [15] **J-Y. Maetz**, **Évolution de la microstructure d'un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement**, thèse doctorat Science des matériaux, INSA de Lyon 2014.
- [16] **Michael Pohl**, Oliver Storz, and Thomas Glogowski. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. Materials Characterization, 58(1):65{71, 2007
- [17] **Naseem Issa Abdallah Haddad**. The development of microstructure in duplex stainless steel welds. These de doctorat, univ.Cambridge, 1989

[18] **Kerrouba Nabil**. Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures ioxydables duplex 2205. Thèse de magister, école polytechnique, Alger, **2005/2006**

[19] **Frédéric PERDRISSET**. Influence de l'azote sur les mécanismes de fissuration en fatigue-corrosion d'un acier inoxydable austéno-ferritique de type Z3 CND 22 05. Thèse de doctorat en sciences des matériaux, univ.Lille 1994

[20] **Ouali Naima**, COMPORTEMENT AU VIEILLISSEMENT ET A LA RESTAURATION PAR TRAITEMENT THERMIQUE DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTENO-FERRITIQUE SAF 2205. Mémoire de magistère 2012

[21] **Alfred Akisanya**, Udoka Obi, and Neill C. Rentona. Effect of ageing on phase evolution and mechanical properties of a high tungsten super-duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 535(0):281 – 289, 2012.

[22] **A. F. Padilha** and P. R. Rios. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 42(4) :325–327, 2002.

[23] **J.C. de Lacerda**, **L.C. Candido**, and L.B. Godefroid. Effect of volume fraction of phases and precipitates on the mechanical behavior of {UNS} {S31803} duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 74(0) :81 – 87, 2015.

[24] **Christophe BAUMHAUER**, Influence du niobium sur la microstructure et les propriétés d'usage des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex), thèse de doctorat, université de Grenoble (2006)

[25] **Nilsson, J-O.**, Chai, G., The physical metallurgy of duplex stainless steels, in *Porc. Duplex stainless steels 2010*, 369-390.

[26] **E. M. Westin**, Microstructure and properties of welds in the lean duplex stainless steel LDX 2101®, Thèse de doctorat, Royal Institute of Technology School of Industrial Engineering and Management, 2010.

[27] **Oliver W.C.**, **Pharr G.M.**, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements, *J.Mater.Res.*, 7(6), (1992) 1564-1583

[28] **Mesure de dureté** ; <https://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Hardness-testing/Vickers#application>

[29] **Guide pratique pour le travail des aciers inoxydables duplex** ; édité par International Molybdenum Association (IMOA) , Londres, GB, www.imoa.info

[30] **Desestret A.**, et **Charles J.**, "Les aciers inoxydables austéno-ferritiques", *Les Aciers Inoxydables*, Eds. P. Lacombe, B. Baroux, et G. Beranger, Les Editions de Physique, (les Ulis, France)1990, pp. 631-678.

[31] **Shahriar Sharafi**, MICROSTRUCTURE OF SUPER-DUPLEX STAINLESS STEELS Doctorat thesis, University of Cambridge 1993

[32] **Evandro Armini de Pauli**, Multicomponent Phase Diagram of Lean Duplex Stainless Steel UNS S82441 and Its Application to Evaluate the Microstructure in the Heat Affected Zone, *J. Phase Equilib. Diffus*, 2017

[33] **Deng, B.; Jiang, Y.; Xu, J.; Sun, T.; Gao, J.; Zhang, L.; Zhang, W.; Li, J.** Application of the modified electrochemical potentiodynamic reactivation method to detect susceptibility to intergranular corrosion of a newly developed lean duplex stainless steel LDX2101. *Corros. Sci.* **2010**, *52*, 969–977.

[34] **Romain Badyka**, Influence des éléments d'alliage sur la cinétique de vieillissement de la ferrite d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés, thèse de doctorat, Normandie Université, 2018

[35] **H. I. AARONSON and C. S. PANDE**, A SYNTHESIS OF MECHANISMS FOR INITIATION OF THE CELLULAR (OR DISCONTINUOUS PRECIPITATION) REACTION, *Acta mater.* Vol. 47, No. 1, pp. 175-181, 1999

[36] **Rachel Pettersson**, et al, Corrosion performance of welds in duplex, superduplex and lean duplex stainless steels, NACE International 2013

[37] **P. Johansson, M. Liljas**, A new lean duplex stainless steel for construction purposes, *4th Stainless Steel and Market Congress, PARIS, France, Proceedings*, 2002

[38] **H.-P. Liu, P. Johansson, M. Liljas**, Structural evolution of LDX 2101® (EN 1.4162) during isothermal ageing at 600-850°C, *6th European Stainless Steel Conference : Science and Market, HELSINKI, Finland, Proceedings*, p.555, 2008.

[39] **I. Calliari**, M. Pellizzari, M. Zanellato, E. Ramous, The phase stability in Cr-Ni and Cr-Mn duplex stainless steels, *Journal Materials Science*, vol. 46, 2011, p. 6916-6924.

[40] **W. Zhang, L. Jiang, J. Gao**, Study of precipitation in 2101 Duplex stainless steel, *Materials Science and Technology*, vol. 26, 2010, page 5.

[41] **H. Hong, B. Rho, S. Nam**, Correlation of the M₂₃C₆ precipitation morphology with grain boundary characteristics in austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering*, vol. A318, 2001, page 285–292.

[42] **M.Zaid and P.P.Bhattacharjee**, *Electron Backscatter Diffraction Study of Deformation and Recrystallization Textures of Individual Phases in a Cross-Rolled Duplex Steel*, *Mater. Charact* 96, (2014), 263–272.

Annexe A

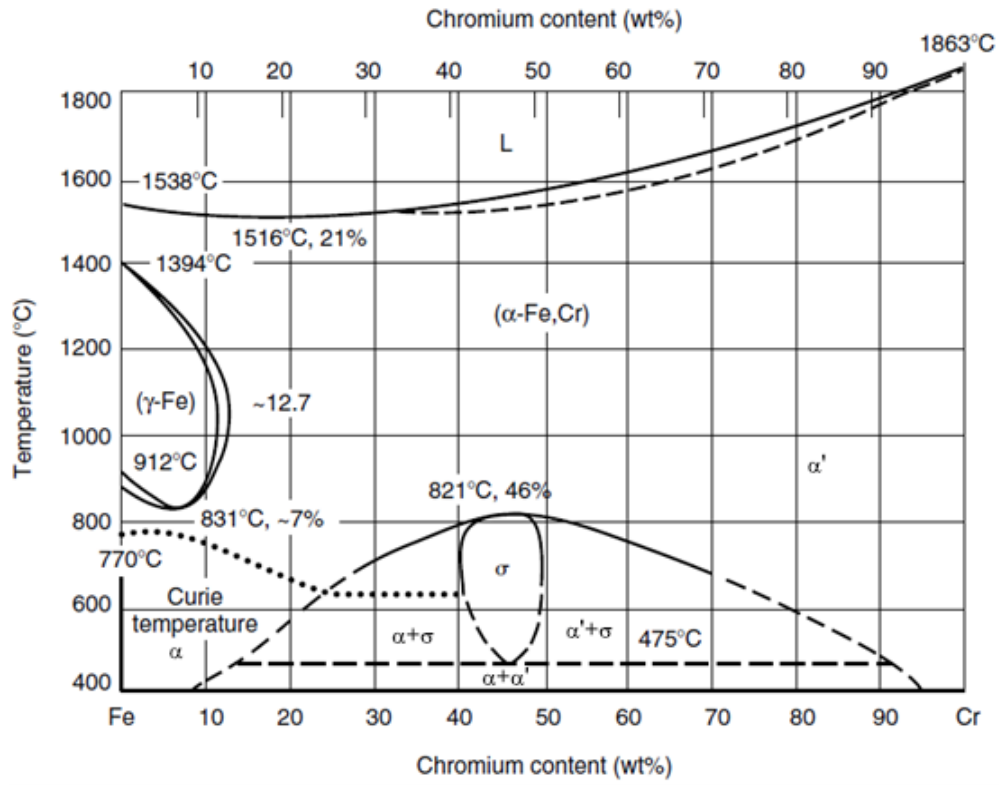


Figure A.1 Diagramme D'équilibre Fe-Cr

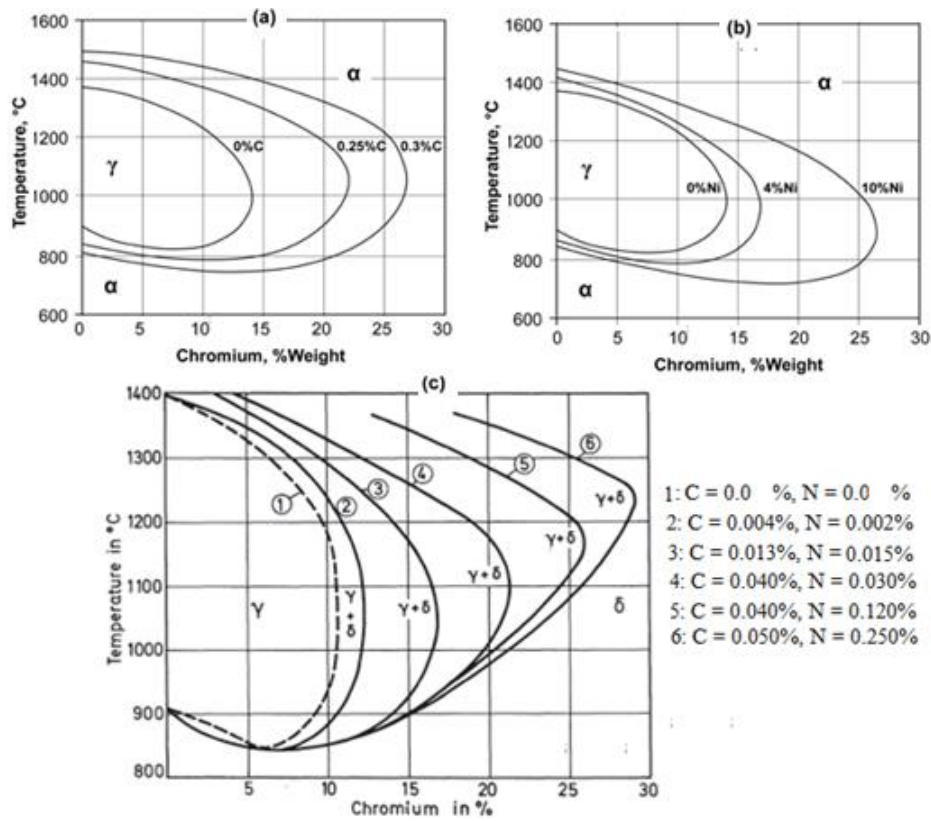


Figure A.2. Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni [1] montrant l'effet C, Ni et C+N sur les limites des domaines γ et $\alpha + \delta$

Annexe B

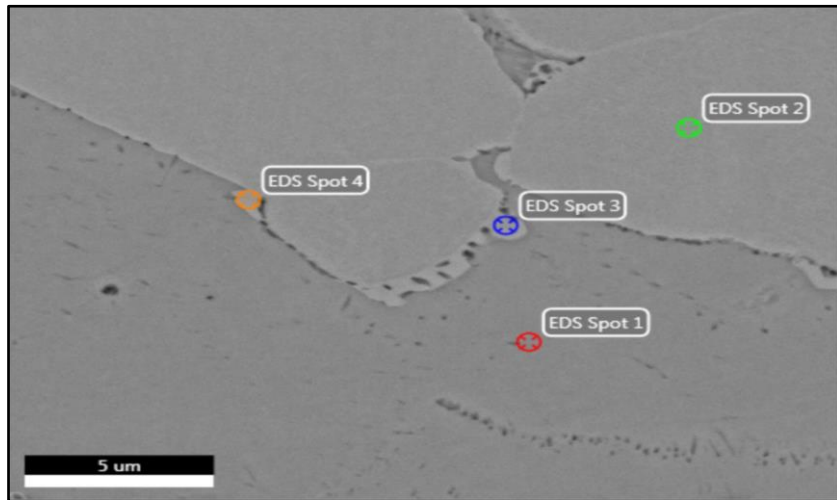
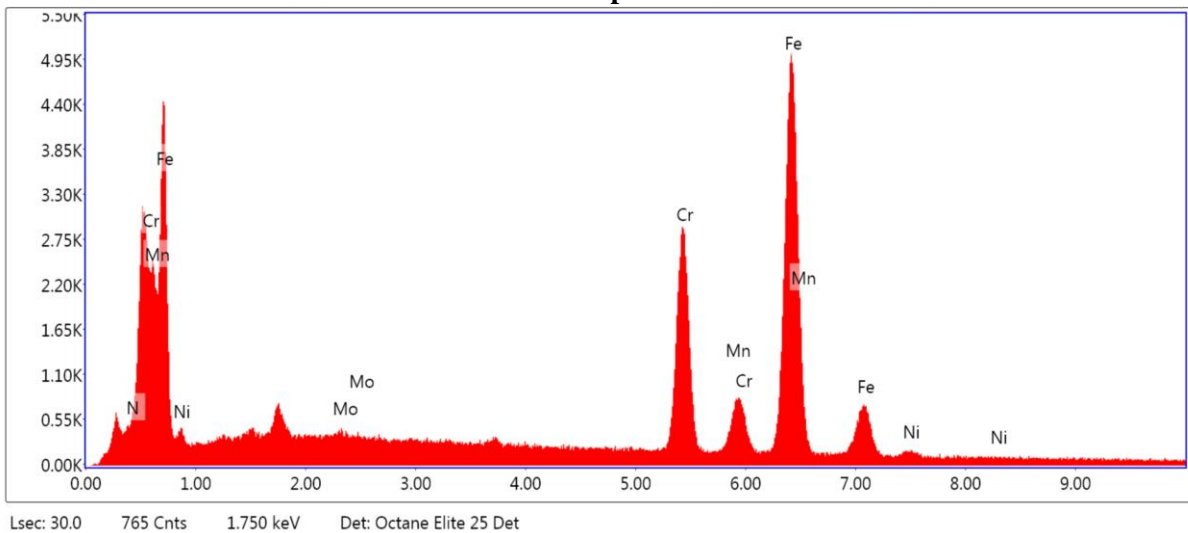
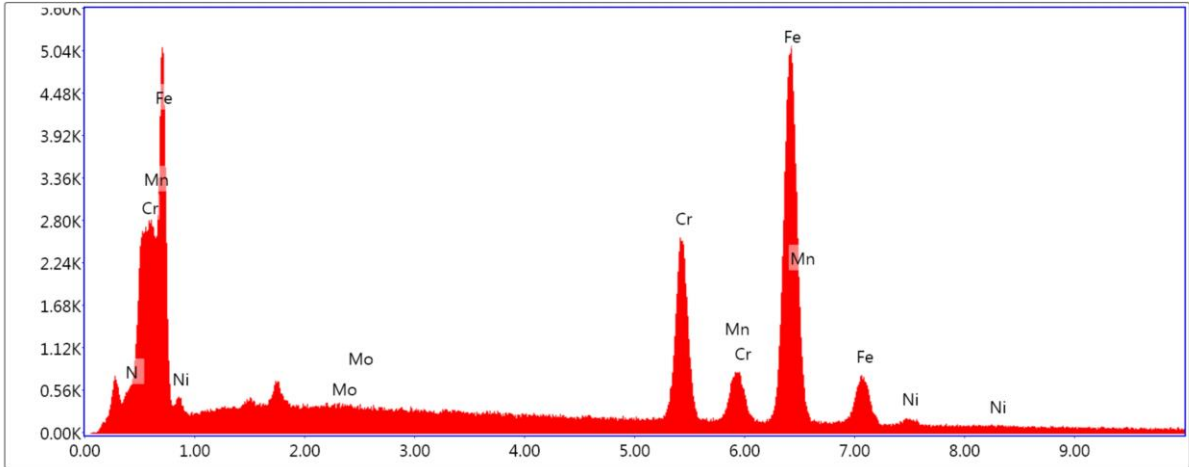


PHOTO MEB EDS SPOTS POUR LES ECHANTILLON : 1H.

EDS Spot 1

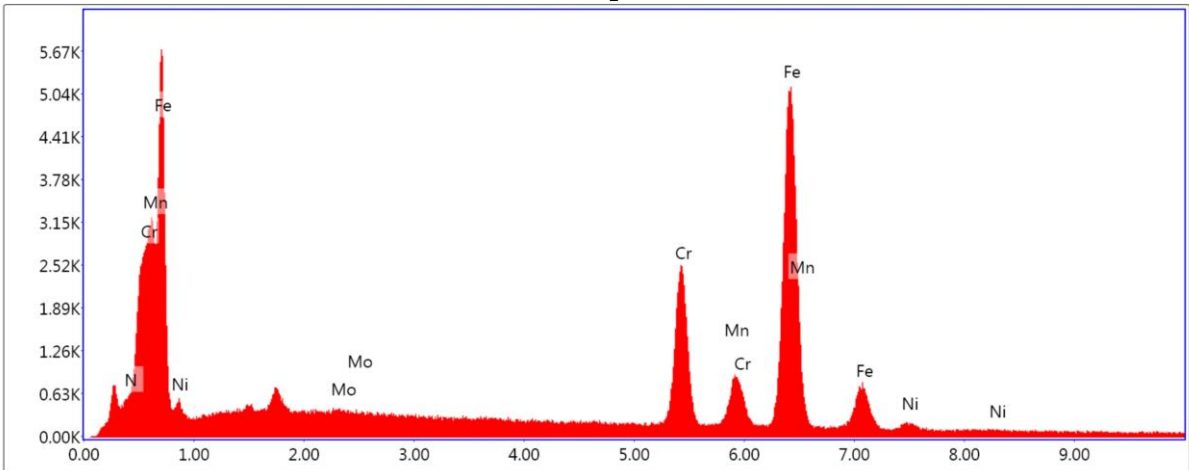


EDS Spot 2



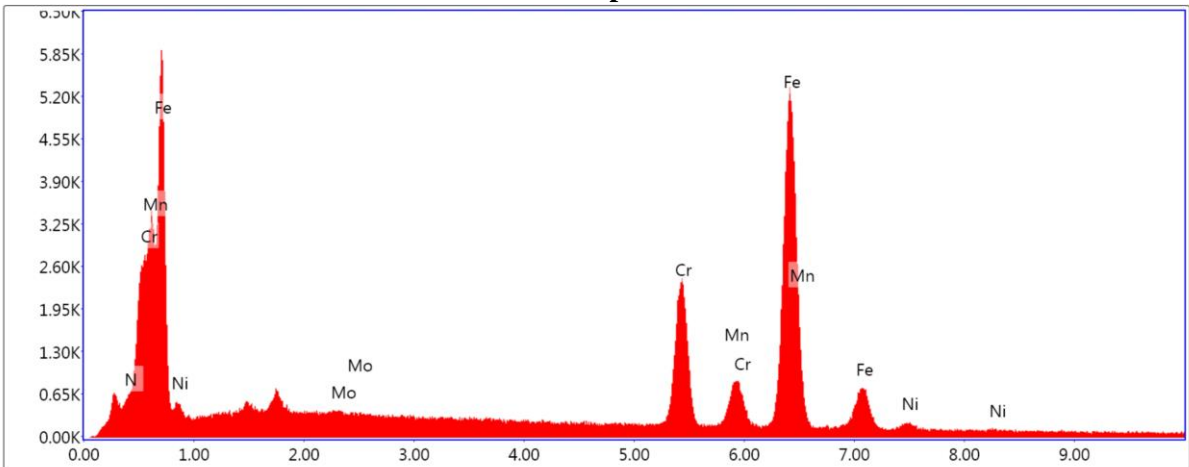
Lsec: 30.0 696 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

EDS Spot 3



Lsec: 30.0 727 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

EDS Spot 4



Lsec: 30.0 721 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

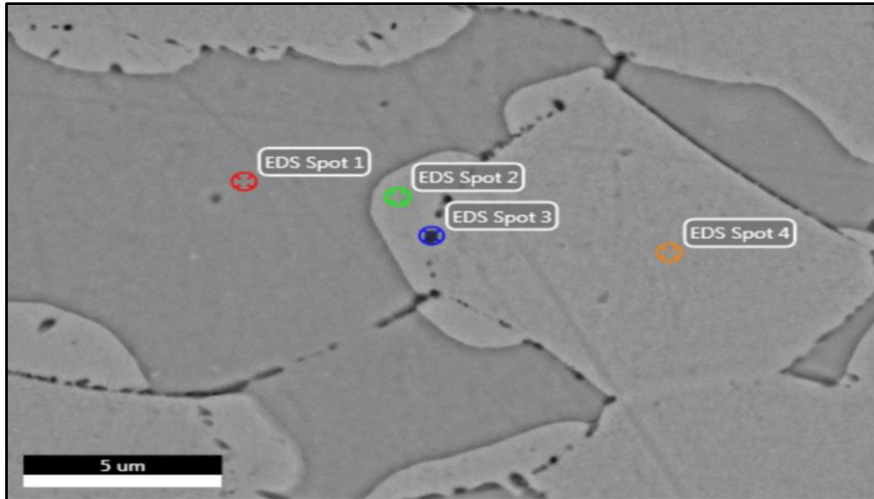
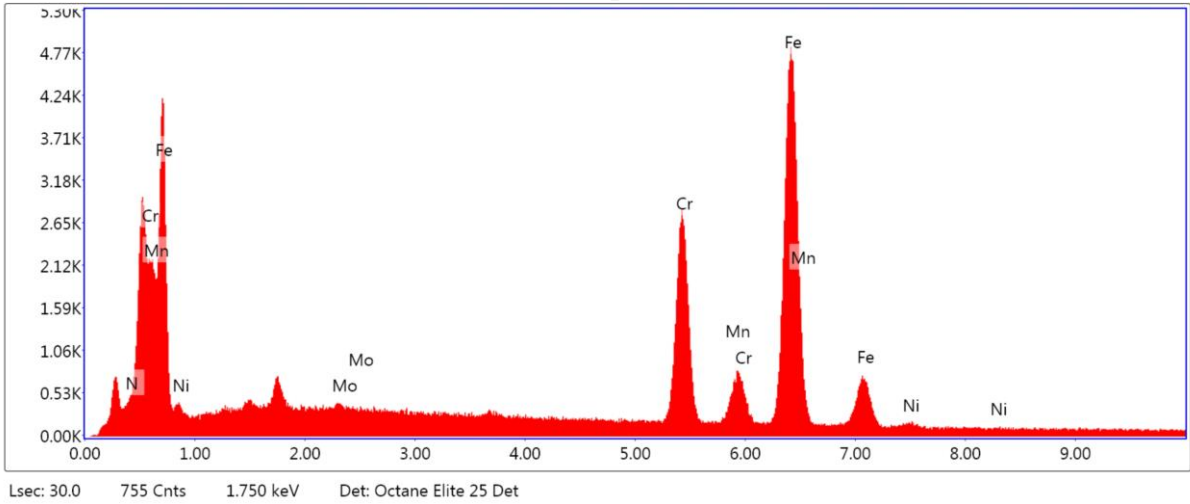
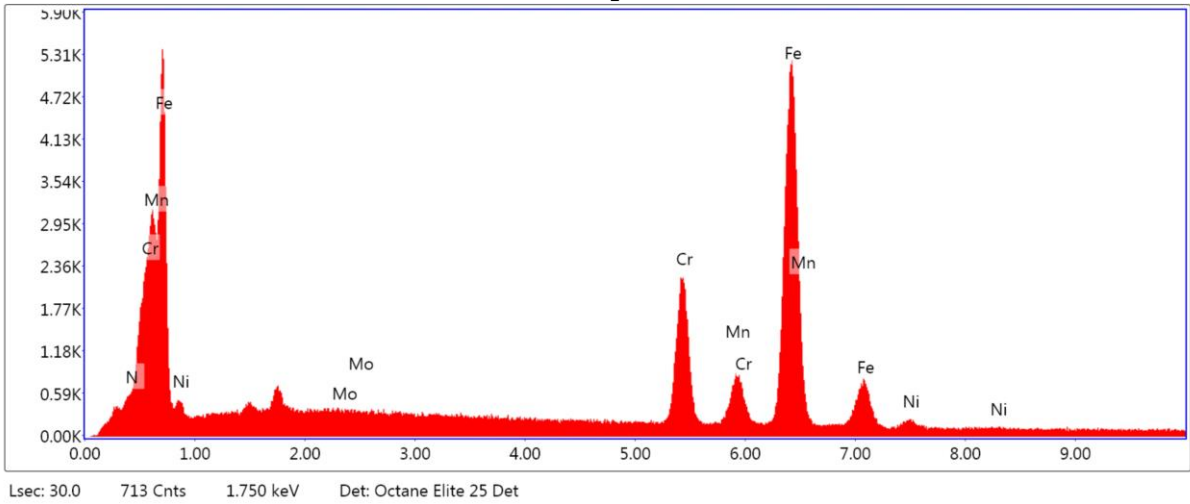


PHOTO MEB EDS SPOTS POUR LES ECHANTILLON : 10H.

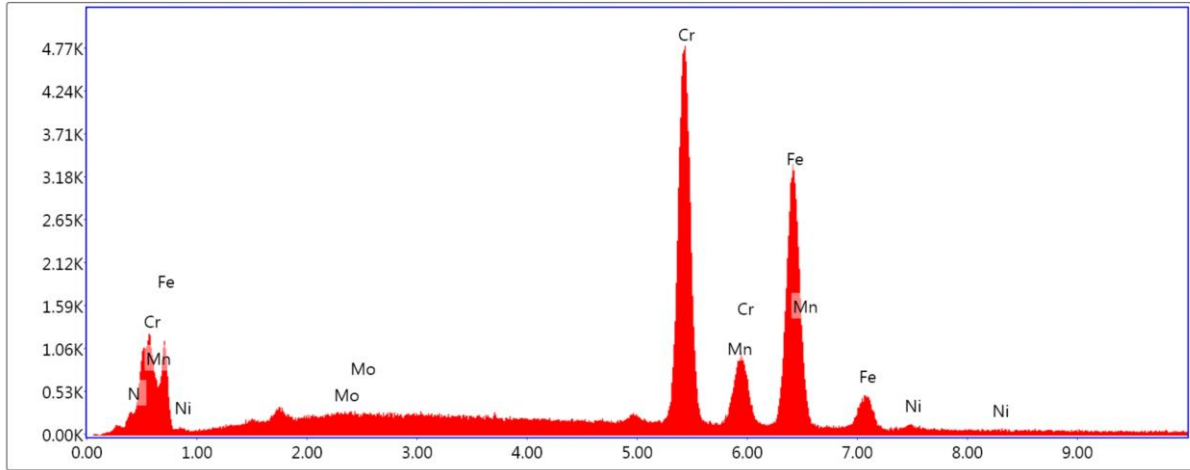
EDS Spot 1



EDS Spot 2

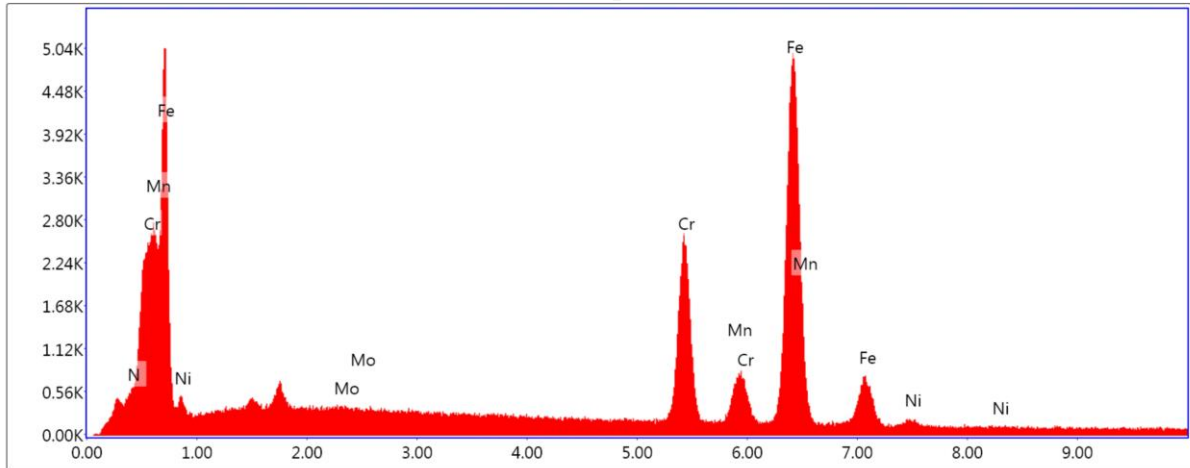


EDS Spot 3



Lsec: 30.0 350 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

EDS Spot 4



Lsec: 30.0 717 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

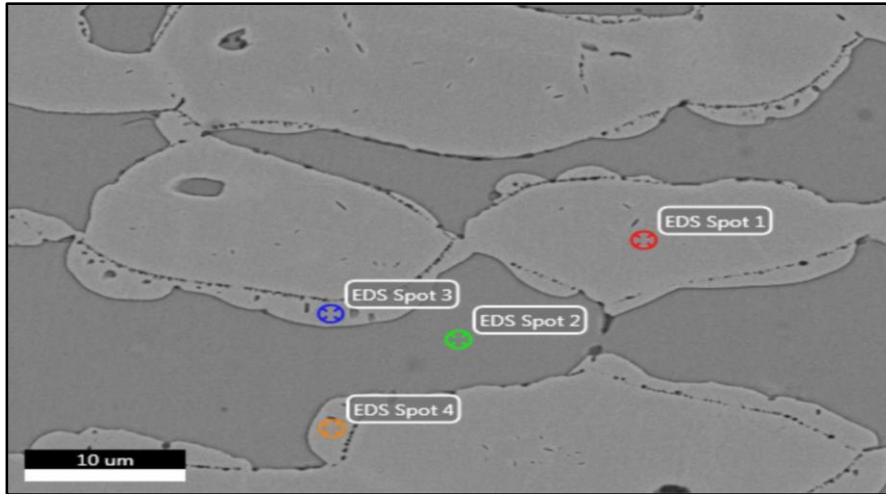
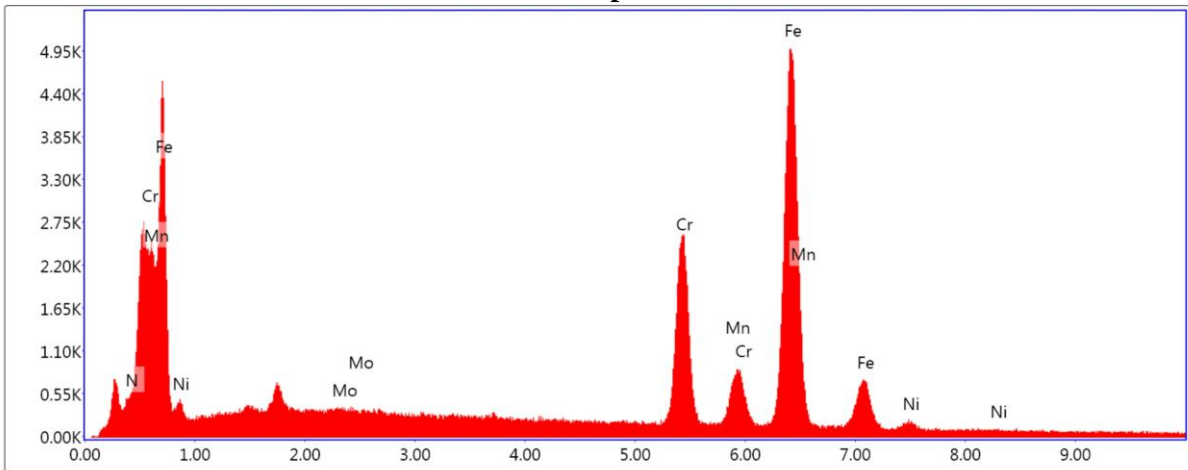


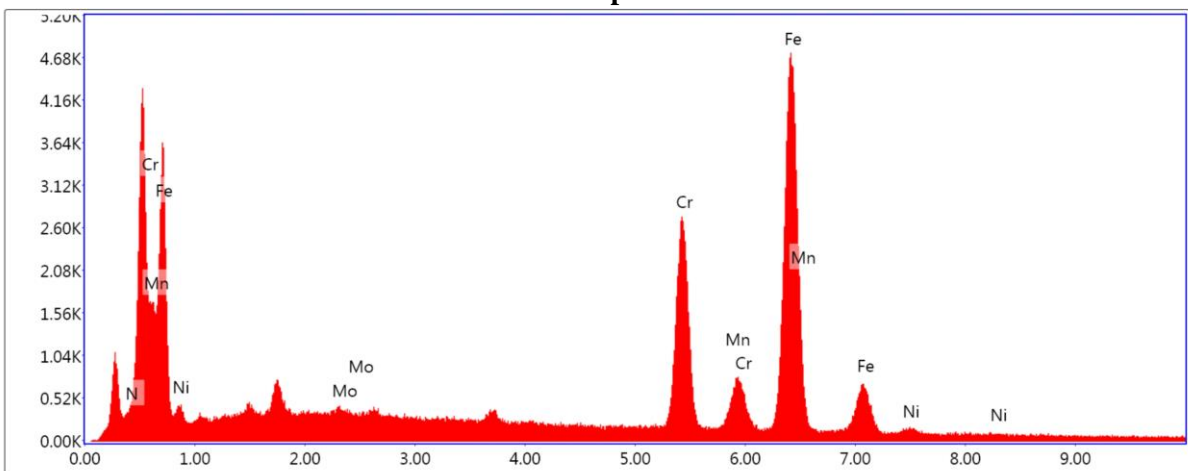
PHOTO MEB EDS SPOTS POUR LES ECHANTILLON : 24H.

EDS Spot 1



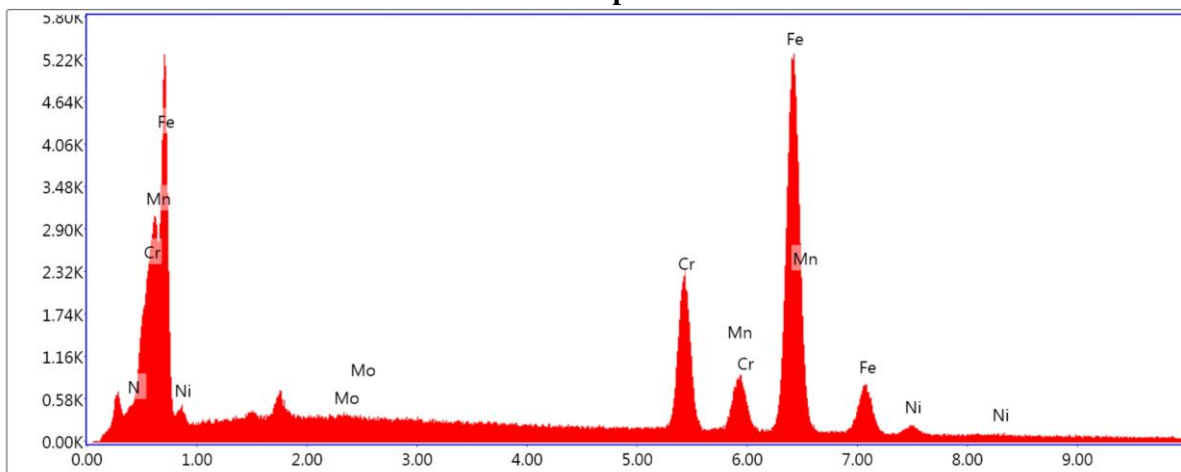
Lsec: 30.0 676 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

EDS Spot 2



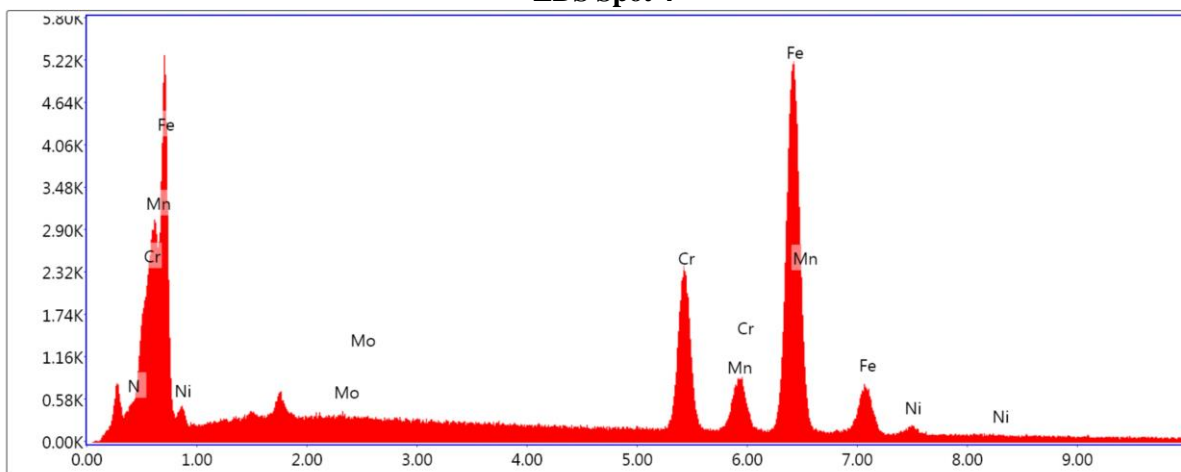
Lsec: 30.0 754 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

EDS Spot 3



Lsec: 30.0 712 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det

EDS Spot 4



Lsec: 30.0 696 Cnts 1.750 keV Det: Octane Elite 25 Det