



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

Evolution microstructurale dans les aciers Duplex après les
traitements thermiques de vieillissement

Proposé et encadré par :

Mme. Tahar Chaouch K.

Réalisé par :

Khelouf Salim
Abdellaoui Zohir

Remerciement

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Nos vifs remerciements et notre gratitude vont à l'égard de notre directrice de ce mémoire, Madame Tahar Chaouch Karima, pour nous avoir aidé et fait profiter de ses compétences et connaissances afin de réaliser ce travail et aussi pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter notre recherche et réflexions.

Nos remerciements les plus chaleureux vont aux profits de nos amis et collègues, spécialement Abdelraouf Ferah, Yodess Djoudar, Arous Abd Elhamid, Anissa Mohammedi et toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin et qui nous ont apporté leur soutien tout au long de notre travail.

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

Résumé :

L'objectif de ce mémoire est d'élaborer une synthèse bibliographique sur les aciers inoxydables duplex, et le rôle des éléments d'alliage sur les phénomènes de précipitation et les phases intermétalliques qui se forment durant un traitement thermique de vieillissement, et leur influence sur le comportement mécanique et à la corrosion.

Abstract:

The objective of this thesis is to elaborate a bibliographical synthesis on duplex stainless steels, and the role of alloying elements on precipitation phenomena and intermetallic phases that form during an ageing heat treatment, and their influence on mechanical and corrosion behaviour.

ملخص:

الهدف من هذه الأطروحة هو تطوير بحث ببليوغرافي على الفولاذ المقاوم للصدأ، ودراسة ظواهر الترسيب و ظهور الأطوار المعدنية اثناء عمليات المعالجة الحرارية و آثارها على الخصائص الميكانيكية و مقاومة الأكسدة



TABLE DES MATIERES

Sommaire

Chapitre 1 Histoire de développement des aciers inoxydables

1.1 Définition d'un acier inoxydable duplex (ou austéno-ferritique)	1
1.2 Historique de développement des aciers inoxydables duplex	1
1.2.1 Evolution historique (1930-1960)	1
1.2.2 Développement moderne (1960-2000)	2
1.2.3 Nouveaux développements dans les aciers Duplex	3
1.2 Elaboration et état microstructural	4
1.2 Les familles des aciers duplex	6
1.2.1 les duplex standard à 22% Cr	6
1.2.2 les super Duplex	6
1.2.3 hyperduplex	6
1.2.4 Les alliages inoxydables allégés (Lean duplex)	6

Chapitre. 2 Métallurgie des aciers inoxydables duplex

II.1 Introduction.....	8
II.2. La Composition chimique et rôle des éléments d'alliage.....	8
2.1 La Composition chimique	8
2.2 Effets des principaux éléments d'alliages	9
II.3. Transformations consécutives à un traitement thermique.....	13
3.1 Partage des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite.....	14
3.2 Les transformations de phases et précipitations.....	16
3.2.1 Transformations isothermes à hautes températures ($T > 1050^{\circ}\text{C}$)	16
3.2.2 Transformations à températures ($600^{\circ}\text{C} < T \leq 1050^{\circ}\text{C}$)	19
❖ Les précipitation.....	19
Les carbures	19
Les nitrure.....	20
❖ Les phase intermétalliques	21
phase σ	22
austénite secondaire γ_2	24
phases χ	25
Phases laves.....	26
Phases R	26

Phases π	27
Phases τ	28
3.2.3 Transformations à basse température ($T < 600^{\circ}\text{C}$)	28
Phases α'	28
(1) La décomposition spinodale	29
(2) La décomposition par germination et croissance	29
3.2.4 Conséquence de la démixtion de la ferrite	29
a) sur la microstructure	29
b) sur la propriétés mécaniques	29
❖ Conclusion générale.....	30

Liste des figures

Figure 1.1 microstructure d'un acier duplex 2205 élaboré par laminage.....	1
Figure 1.2 les étapes d'élaboration des aciers inoxydables duplex.....	4
Figure 1.3 microstructure typiques des aciers duplex.....	5
Figure I.4 processus de fabrication de l'acier inoxydable duplex 2205 par laminage à chaud.....	5
Figure II.1 a) diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions	10
Figure II.1b) projection sur le plan température/teneur en chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone	10
Figure II.2 Coupe du diagramme de phase ternaire Fe-Cr-Ni montrant l'évolution du domaine austénitiques γ en fonction de la teneur en nickel.....	11
Figure II.3 a) coefficient de partage des aciers hypereutectiques à l'eau	13
Figure II.3 b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température	13
Figure II.4 effet des éléments d'alliages sur la solubilité de l'azote dans un alliage Fe-18%Cr-8%Ni liquide à 1600°C sous une pression de 1 ATM.....	15
Figure II.5 diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni.....	16
Figure II.6 effet de la température d'hypertrempe et la composition chimique sur la fraction volumique des phases γ/α	17
Figure II.7 un schéma qui résume l'influence des éléments d'alliages sur les précipitations	17
Figure II.8 micrographie MO LDX 2101 après vieillissement à 720°C pendant 120 heures	20
Figure II.9 morphologies des carbures et des nitrures dans le Lean duplex 2101 vieilli 15 min à 690°C.....	21
Figure II.10 micrographie MEB d'un échantillon LDX 2101 vieilli pendant 240h à 720°C	21
Figure II.11 a) schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface $\alpha/\alpha/\alpha$ et γ/α	21
Figure II.11 b) croissance à l'intérieur de la phase α	21
Figure II.12-1 micrographie MEB de SAF 2507 vieilli 72h à 700°C montrant la décomposition de la ferrite en structure eutectoïde de $\sigma+\gamma_2$	23
Figure II.12-2 micrographie MO de σ phase grossière à l'interface α/α dans un acier super duplex 2507 après traitement de 10 min à 1000°C	23
Figure II.13 (a) formation de la phase σ et de l'austénite secondaire dans l'acier duplex	24
Figure II.13 (b) le Lean duplex 2101 vieilli pendant 120h à 720°C γ_2 apparaît en forme de festons autour de l'austénite	24

Figure II.14 formations de la phase χ et croissance de la phase σ dans un dds moulé	25
Figure II.15 diagrammes d'équilibre Fe-Cr	27
Figure II.16 diagrammes Fe-Cr qui schématise la décomposition de la ferrite décomposition spinodale et décomposition par germination et croissance	27
Figure II.17 évolutions des propriétés mécaniques en fonction du temps de vieillissement pour un acier austéno-ferritique vieilli à 325°C	29

Liste des tableaux

Tableau I.1 composition chimique des aciers inoxydable duplex	7
Tableau II.1 Coefficient de partage entre de la ferrite et l'austénite dans les aciers Austéno-ferritiques.....	15
Tableau II.2 les différentes phases, intermétalliques, et précipités dans les aciers duplex et domaines d'existence.....	18
Tableau II.3 Composition chimique des carbures M ₂₃ C en fonction du traitement thermique.....	19

Introduction générale :

Les applications industrielles des aciers inoxydables duplex, caractérisés par une structure biphasée austénite–ferrite, ont augmenté progressivement depuis la conception de la nuance standard 2205 (N1.4462), dans les années 70. Dans un marché mondial des aciers inoxydables avec une croissance d'environ 6% depuis 30ans, la production des aciers duplex a connu une augmentation supérieure à 100% dans la dernière décennie. Cet essor paraît évident si l'on considère que les aciers duplex présentent une combinaison unique de bonnes propriétés mécaniques, excellente résistance à la corrosion et un rapport qualité/prix avantageux (balance optimale des éléments d'alliage). Aujourd'hui, les aciers duplex sont largement utilisés pour des applications en milieux très corrosifs (industrie chimique et pétrochimique, cuves de stockage, échangeurs de chaleur, valves de pression...). [1,2].

Les propriétés de ces aciers dépendent principalement du ratio austénite/ferrite [3,4]. Les travaux récents de Guo et al. [5] montrent que le taux d'austénite dépend de la vitesse de refroidissement dans l'intervalle de température 1350-800°C. Cependant, lorsque les aciers inoxydables duplex sont soumis à des traitements thermiques, des phases intermétalliques riches en chrome (telles que la phase χ , les carbures type $Cr_{23}C_6$, les nitrures type Cr_2N , etc.) se forment, particulièrement la phase σ qui précipite entre 600 et 900 °C. Cette phase dure et fragilisante cause une chute considérable de la résistance à la corrosion et la ténacité de ces aciers [6,7]. Yang et al. [8] ont montré que la précipitation de la phase σ s'accompagne par la formation de l'austénite secondaire γ_2 suite à une décomposition eutectoïdes de la ferrite δ . Pohl et al. [09] ont rapporté que les cinétiques de précipitation de la phase σ les plus rapides sont obtenues dans l'intervalle de température 800-900 °C.

L'objectif principal de ce mémoire est d'élaborer une synthèse bibliographique sur les phénomènes de précipitation et son influence sur le comportement mécanique et à la corrosion d'un acier inoxydable, lorsqu'il est soumis à des traitements thermiques.

La structure de ce travail est essentiellement basée sur deux chapitres : Le premier chapitre est consacré aux généralités sur les aciers inoxydables duplex à savoir : leur développement caractéristiques, composition chimique et propriétés générales. Dans le second chapitre, on présente une étude théorique sur transformations de phases, dans les aciers duplex, engendrées par des traitements de vieillissement. On termine cette étude par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre 1
Généralités sur aciers inoxydables duplex

1.1 Définition d'un acier inoxydable duplex (ou austéno-ferritique)

Un acier duplex est un acier inoxydable ayant une structure biphasée composée d'austénite de structure CFC et de ferrite de structure CC. Ils sont aussi désignés comme appartenant à la famille des aciers austéno-ferritiques. La catégorie « duplex », en anglais Duplex Stainless Steels (notés SDSS), sera réservée principalement aux aciers, au sein desquels les deux phases sont présentes en fraction volumique équivalente en ferrite et austénite (près de 50% α et 50% γ). La figure 1.1 montre la microstructure caractéristique d'un acier duplex forgé, où les ilots d'austénite sont alignés, à cause du mode d'élaboration, à l'intérieur d'une matrice ferritique.

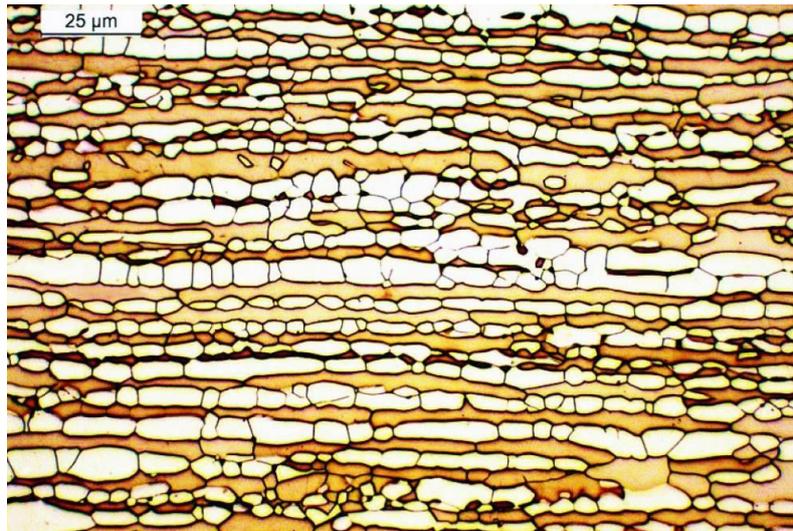


Figure 1.1 Microstructure d'un acier duplex 2205 élaboré par laminage (image MO). [10]

1.2 Histoire de développement des aciers inoxydables duplex :

Les aciers inoxydables duplex existent depuis plus de 80 ans. Les aciers austéno-ferritiques ont été découverts par erreur par Hochmann lors d'essais de corrosion intergranulaire sur des éprouvettes censées être en acier inoxydable austénitique 18-8 [11]. Il remarqua que certaines de ces éprouvettes résistaient mieux que d'autres à la corrosion intergranulaire. Ces éprouvettes étaient de plus magnétiques. Elles révélèrent une teneur en chrome anormalement élevée et une structure métallurgique différente de la structure purement austénitique 18-8. Ce constat constitua le point de départ du développement des différentes nuances d'aciers inoxydables austéno-ferritiques.

➤ Evolution historique (1930-1960) :

La description d'une microstructure austéno-ferritique était réalisée pour la première fois en 1927 par Bain et Griffiths dans leur travaux approfondis sur les alliages fer-chrome-nickel [13], plusieurs fonderies en France, en Allemagne, en Suède et aux États-Unis ont exploré ces aciers.

Le premier produit commercialisé date de 1929 lorsque Avesta Jernverk a produit l'acier 453E avec une composition 25 %Cr-5%Ni. Peu après, en 1932 et 1933, une avec 25% Cr-50%Ni-1 %Mo. [13].

Une autre trace des premiers produits duplex remonte à 1933, lorsqu'une erreur lors de la fusion d'un grade 18 %Cr-9%Ni-2,5 %Mo à les travaux de Firminy de la compagnie J. Holtzer, France, ont conduit à acier d'une de 20%Cr-8 %Ni-2,5 %Mo. Une analyse ultérieure de la coulée a découvert qu'il contenait une fraction volumique élevée de ferrite dans une matrice austénitique et n'était pas sensible à la corrosion intergranulaire dans divers milieux corrosifs. Il s'agit d'une découverte importante, car la forte teneur en carbone dans les grades austénitiques de l'époque entraîne une corrosion rapide dans les zones appauvries en chrome, Cette observation, combinée avec une force supérieure à celle des grades austénitiques, a encouragé les français à délivrer des brevets en 1935 et 1937. Ce dernier brevet couvrait une qualité avec des ajouts de cuivre pour renforcer la corrosion résistance dans des milieux plus agressifs. Des recherches ont été entreprise dans plusieurs laboratoires, de sorte qu'à la fin des années 1940, une nouvelle famille de l'acier inoxydable était disponible, il était breveté et commercialisé simultanément en France, en Suède et aux États-Unis. [13]

La guerre de Corée (1950-51) a favorisé une pénurie de nickel, qui a permis de poursuivre les recherches sur le duplex à teneur relativement faible en nickel les alliages. Il est apparu qu'un équilibre entre la ferrite et l'austénite avait une meilleure résistance à la fissuration par corrosion sous contrainte des chlorures (SCC) qu'une microstructure entièrement austénitique. Depuis lors, c'est l'une des principaux avantages exploités du duplex par rapport à l'acier inoxydable austénitique. En France, la nuance UR50 avec 20-35% de ferrite (UNS S32404) a été commercialisé sous diverses formes de produits, notamment les pièces forgées, pour des industries telles que le raffinage du pétrole, la transformation des aliments et les produits pharmaceutiques. [11.13.14]

Vers la fin des années 1950, l'alliage (UNS }93370, avec environ 70 % de ferrite, a été commercialisé, mais avait une ténacité et une ductilité relativement faibles. Les améliorations ont été faites en abaissant la teneur en chrome à 22-23 % et l'introduction d'un traitement de recuit de trempe pour augmenter la ductilité. Et pourtant, la compréhension de la métallurgie n'avait pas encore suffisamment progressé pour offrir un matériau facile à fabriquer. Ces facteurs ont donné au duplex une bonne réputation dans le marché dans les années 1960. [13]

➤ **Développement moderne (1960-2000) :**

Vers la fin des années 60 et le début des années 70, l'utilisation des aciers inoxydables duplex a connu un grand développement grâce aux améliorations apportées aux procédés d'élaboration, avec l'introduction des techniques VOD (Vacuum Oxygen decarburisation) et AOD (Argon Oxygen

Decarburisation) permettant, d'une part, de développer des nuances à bas Carbone avec des teneurs faibles en Soufre et en Oxygène, et d'autre part, de mieux contrôler la composition afin d'optimiser l'équilibre des phases α et γ . Au début des années 70, l'acier inoxydable duplex à 22% Cr a été développé en Allemagne et en Suède. Cette nouvelle nuance présentait une bonne tenue à la corrosion intergranulaire. Durant les années 80, des nuances austéno-ferritiques fortement alliées ont été développées pour résister à des environnements plus agressifs. Ces aciers, appelés « superduplex » contiennent environ 25% de Cr, 6 à 7% de Ni, 3 à 4% de Mo, 0.3% de N, 0.2% de Cu et 0.2% de W et ont un PREN (Pitting Resistance Equivalent Number) supérieur à 40, la formule du PREN étant [13] :

$$PREN = \% Cr + 3.3\% Mo + 16\% N \dots\dots\dots(1.1)$$

Cependant, en raison de l'introduction du tungstène dans certaines nuances d'acier inoxydable superduplex, un élément qui améliore également la résistance aux piqûres, une forme modifiée de la relation PRE a été proposée à savoir :

$$PREN = \%Cr + 3.3 \times (\%Mo + 0.5 \times \%W) + 16 \times (\%N) \dots\dots\dots(1.2)$$

➤ **Nouveaux développements dans les aciers Duplex :**

À la fin du vingtième siècle, à partir des années 1980, les super et hyper duplex voient leur naissance. Ces formes d'acier inoxydable duplex étaient encore plus solides que le duplex 2205 et plus résistants à la corrosion. Ce type d'acier a commencé à être populaire dans l'industrie pétrolière. Parce que les super et hyper duplex sont si résistants à la corrosion, ils peuvent être utilisés en profondeur dans l'océan. Cela en a fait des aciers formidables pour les pratiques de forage offshore. Le seul inconvénient de ces types de duplex est qu'ils étaient, et ils sont toujours, assez coûteux. Cela a limité et limite encore leur utilisation dans une certaine mesure.

En raison de l'augmentation du coût des matières premières, il y a eu une incitation à trouver des aciers inoxydables avec des teneurs plus faibles en nickel et en molybdène. À cet égard les aciers duplex présentent certains avantages en raison de la possibilité de remplacer ces éléments par de l'azote, du manganèse et le chrome. Celui-ci est utilisé pour les duplex dits "Lean". L'un de ces aciers, LDX 2101, était présentée en 2002 [12,15].

Bien que les versions actuelles de l'acier inoxydable duplex soient de très haute qualité, les ingénieurs continuent de faire progresser l'acier technologiquement. Les progrès se font lentement, mais sûrement [16], dans le but de :

- Résoudre les problèmes de corrosion sévère (industrie chimique, électroménager, eau de mer, etc) ;

- Résoudre les problèmes de corrosion douce dans les conditions nécessitant une absence totale de contamination (industrie alimentaire, pharmacie, nucléaire, etc.) ;
- Résoudre des problèmes d'aspect de surface en milieux atmosphériques voisins (mobilier, bâtiment, etc.).

1.2 Elaboration et état microstructural :

Le développement des techniques d'élaboration et le suivi précis de la composition chimique pendant la conception ont eu une importance fondamentale dans le développement industriel des nuances auténo-ferritiques. Initialement, les aciers étaient élaborés à partir d'un mélange à l'état fondu apportés en quantités précises dans un four électrique à haute fréquence. Pour descendre la teneur en carbone et éviter la contamination du bain par l'oxygène ou l'azote, un vide partiel était utilisé pour assurer la décarburation et la désoxydation. Il était très difficile d'assurer la productibilité de ce type de structure. Les très hautes teneurs en oxygène et en carbone généraient des problèmes de fragilité des produits finaux. Il a fallu attendre l'invention des procédés d'affinage AOD (décarburation par argon et l'oxygène) et VODC (convertisseur sous vide avec décarburation par oxygène), pour pouvoir obtenir un taux de carbone très faible (et des taux résiduels d'oxygène et de soufre très faibles également), et maîtriser les proportions des phases, grâce au contrôle précis de la composition chimique

Ainsi, l'élaboration des aciers inoxydables (à teneur en chrome importante) nécessite une étape de fusion (four électrique à arc ou four à induction) suivie d'une étape d'affinage et de métallurgie secondaire (AOD, VOD, ...). Ces deux étapes se réalisent en pratique dans des fours différents.[17]

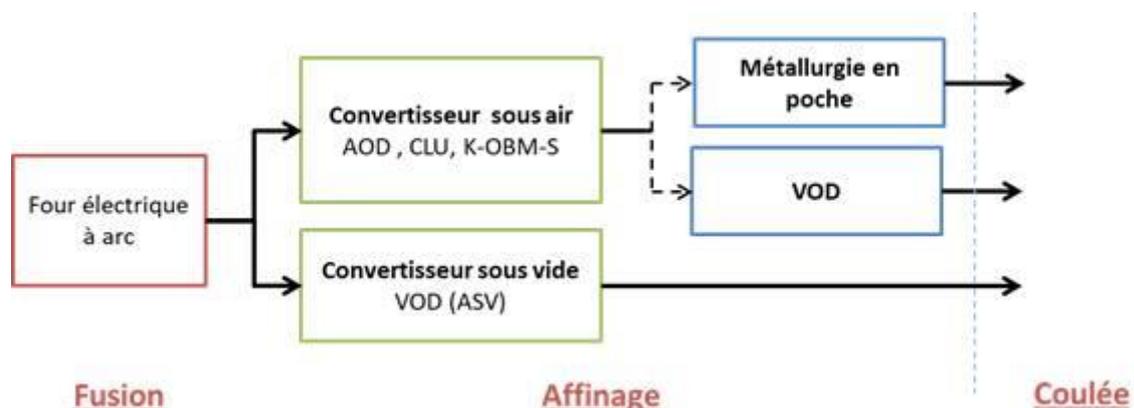


Figure 1.2 : Les étapes d'élaboration des aciers inoxydables duplex [17]

Les aciers duplex sont livrés sous deux formes (moulée ou laminée (Figure.1.3)) à l'état trempé depuis une température comprise entre 1 050 et 1 250 °C selon la composition de l'acier, domaine de

température où coexiste la ferrite delta et l'austénite et de remise en solution des composés chimiques (carbures, nitrures, phase sigma).

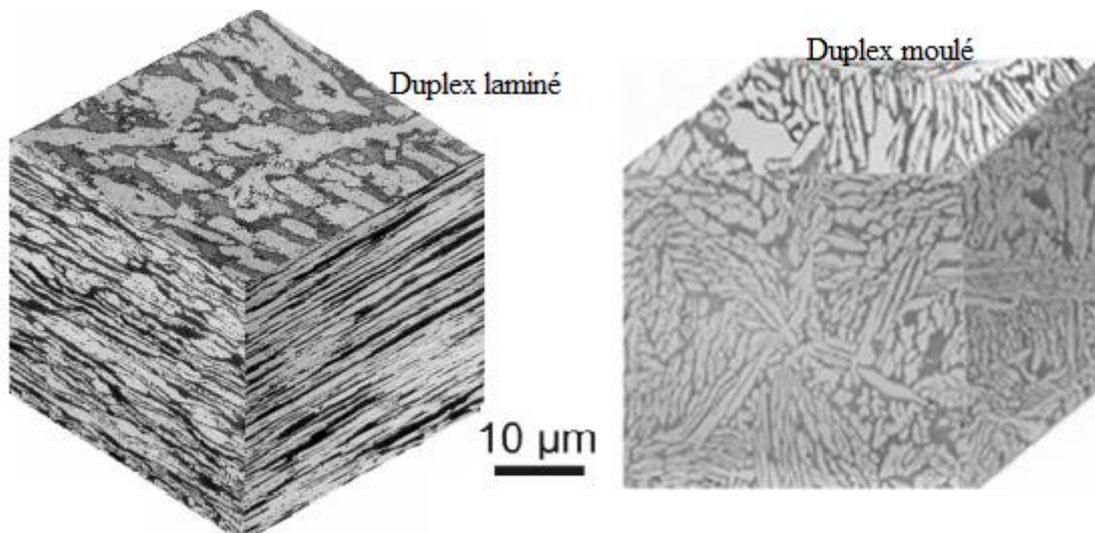


Figure 1.3 : Microstructures typiques des aciers duplex [18]

Les aciers duplex moulés : Dans ces aciers la proportion de ferrite est minoritaire : elle excède rarement 30%. Après moulage, ils subissent un traitement thermique d'homogénéisation aux environs de 1100°C pendant plusieurs heures, puis une trempe à l'eau [18].

Les aciers inoxydables duplex laminés : Le processus de fabrication de ces aciers suit les étapes de moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de mise en œuvre sont présentées à la figure I.4. On note que l'acier est parfois de nouveau laminé à froid.

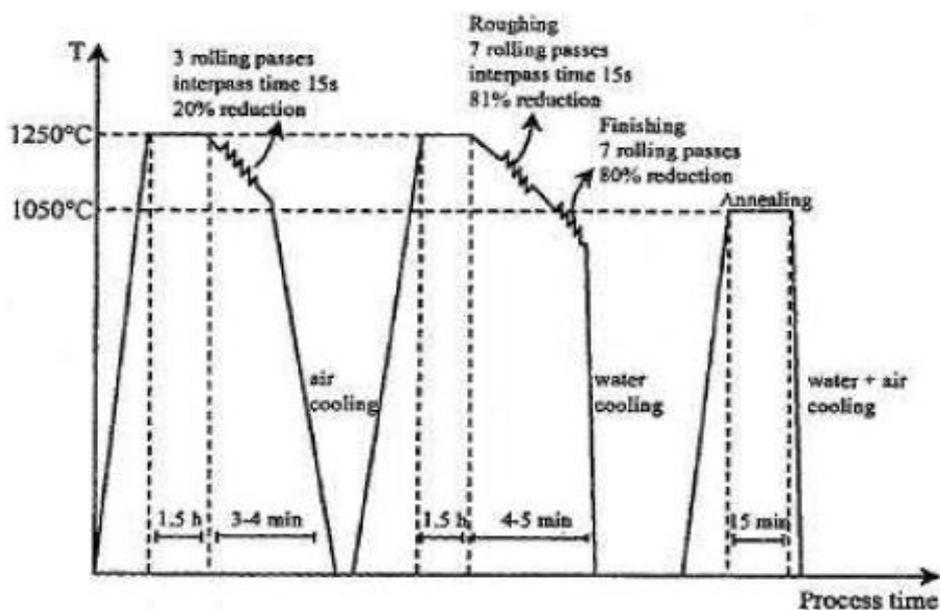


Figure I.4. Processus de fabrication de l'acier inoxydable duplex 2205 par laminage à chaud. [19]

1.3 Les familles des aciers duplex :

Il existe différentes nuances d'aciers duplex, ils sont divisés en 4 groupes en fonction de leurs teneurs en alliages (tableau I.1):

1-Le duplex standard : tels l'acier (2205) ou EN 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 super duplex : Les aciers inoxydables superduplex présentent une très grande résistance à la corrosion localisée en milieu chloré, combinée à une grande résistance mécanique ces aciers ont un nombre équivalent de résistance aux piqûres, PREN, entre 40 et 45, et un rendement minimum garanti de 550 MPa avec une dureté 310 HB. La principale différence est que Superduplex a une teneur plus élevée en molybdène, en chrome, en azote et en tungstène, ce qui confère au matériau une plus grande résistance à la corrosion exemple EN (2507) qui offre un coût des solutions de rechange efficaces pour un large éventail d'applications, notamment la production en mer, la production d'acide phosphorique et d'acide sulfurique ainsi que l'épuration des gaz de combustion. [20,21]

3- Les hyper duplex : L'acier inoxydable hyper-duplex exemple 2707 et le 3207 est une alternative très compétitive aux alliages de nickel coûteux et aux aciers inoxydables austénitiques fortement alliés, la teneur en azote peut atteindre environ 0,5 %, les teneurs élevées en Cr, Mo et N ensemble donnent à hyperduplex une résistance mécanique élevée et aussi une bonne résistance à la corrosion avec un PREN supérieur à 45.

4- Les Lean duplex : L'acier inoxydable Lean duplex présente la plus faible teneur en nickel et en molybdène et relativement plus faibles en chrome. Il est donc moins cher que le duplex standard et au super duplex et même aux aciers inoxydables austénitiques, tandis que les teneurs en chrome inférieures réduisent sa sensibilité à la formation de la phase sigma qu'elle est formée principalement par le vieillissement thermique. Il est incontestable que la résistance à la corrosion de cette famille est incomparable à d'autres type d'acier inoxydable, les nuances les plus connues de cette famille sont le 2101, 2202 et le 2304.

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

Tableau I.1 : Composition chimique (%massique) des aciers inoxydables duplex [27]

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	–

Chapitre II

*Les transformations de phases dans la ferrite
des aciers duplex*

II.1 Introduction :

L'acier inoxydable duplex atteint ses propriétés attrayantes grâce à sa composition chimique et après un traitement thermique de mise en solution contrôlé effectué pendant la fabrication, ce qui permet d'obtenir une fraction volumique égale et équilibrée des phases α et γ .

Lorsque l'acier inoxydable duplex est chauffé à des températures allant de 300°C à 1000°C, les phases nuisibles - telles que le carbure de chrome, le nitrure de chrome ou la précipitation de la phase sigma [22,23]. Cela peut se produire pendant les procédures de fabrication et de soudage ou dans d'autres conditions d'exploitation.

La phase sigma a un fort effet de fragilisation et seule une petite quantité de précipités sigma est suffisante pour réduire de manière significative la ténacité de l'alliage. D'autre part, la précipitation de ces phases riches en chrome conduit à la formation d'une zone autour des précipités avec une résistance à la corrosion plus faible [24,25,26].

Dans ce chapitre est présenté la composition chimique des aciers duplex, suivi d'une description des éléments d'alliage et leurs effets, la microstructure et l'équilibre des phases, et les réactions des précipitations.

II.2 La Composition chimique et rôle des éléments d'alliage

II.2.1 Composition chimique

La composition chimique des aciers duplex doit permettre l'équilibre des phases tout en évitant un écueil majeur : la formation, aux températures élevées, des phases intermétalliques dommageables (les phases sigma σ et chi χ), qui précipitent préférentiellement dans la ferrite dans les aciers inoxydables à haute teneur en chrome et molybdène. L'addition d'azote en retardant significativement la formation, il est essentiel que l'azote soit présent en quantité suffisante dans la solution solide. A mesure que l'expérience avec les aciers inoxydables duplex progressait, ils sont également aperçus de l'importance de limites de composition chimique étroites. La plage de composition fixée à l'origine pour l'acier duplex 2205 (UNS S31803), était trop étendue : l'expérience a montré que les niveaux de chrome, de molybdène et d'azote devaient se situer dans la moitié haute de la plage de composition pour assurer une résistance à la corrosion optimale et éviter les phases intermétalliques. Ceci a conduit à l'introduction de l'acier UNS S32205, avec des limites de composition plus resserrées (Tableau I.1). [27]

II.2.2 Effets des principaux éléments d'alliage :

Les interactions entre les principaux éléments d'alliage, en particulier le chrome, le molybdène, l'azote et le nickel sont relativement complexes. Pour obtenir une structure duplex stable, avec un comportement satisfaisant lors des transformations successives de l'acier, il importe que chacun de ces éléments soit présent à un niveau correct [27].

Les éléments d'alliage peuvent être regroupés en deux familles :

La première famille regroupe **alphagènes** ou stabilisateurs de la ferrite comme : le chrome (Cr), le molybdène (Mo), le niobium (Nb), le silicium (Si), le titane (Ti), le vanadium (V), le tungstène (W) et l'aluminium (Al).

La seconde est la famille des éléments **gammagènes**, qui permettent d'élargir le domaine de stabilité thermodynamique de l'austénite (structure cubique à faces centrées). Ce sont notamment : le nickel (Ni), le carbone (C), l'azote (N), le cobalt (Co), et le manganèse (Mn).

L'effet des principaux éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques, physiques et de corrosion des aciers inoxydables 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 -gène). La (Figure II.1) la représente schématiquement le domaine austénitique des alliages Fe-Cr-C. Le fait d'ajouter du Carbone à l'alliage Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase γ . Par projection du diagramme ternaire sur le plan (T-%Cr) (Figure II.1b), on constate que plus la teneur en Carbone est élevée, plus la boucle γ s'élargit.

Ainsi, par exemple, pour un alliage Fe-Cr à 17% en Chrome, entièrement ferritique, on peut avoir apparition de la phase γ entre les deux températures T1 et T2 par ajout d'une quantité suffisante de Carbone.

Dans la plupart des alliages duplex modernes, le carbone est limité à des niveaux de 0,03 % en poids pour minimiser le risque de formation de carbures de chrome et de réduire ainsi la susceptibilité du duplex des aciers inoxydables à la corrosion intergranulaire [13,28].

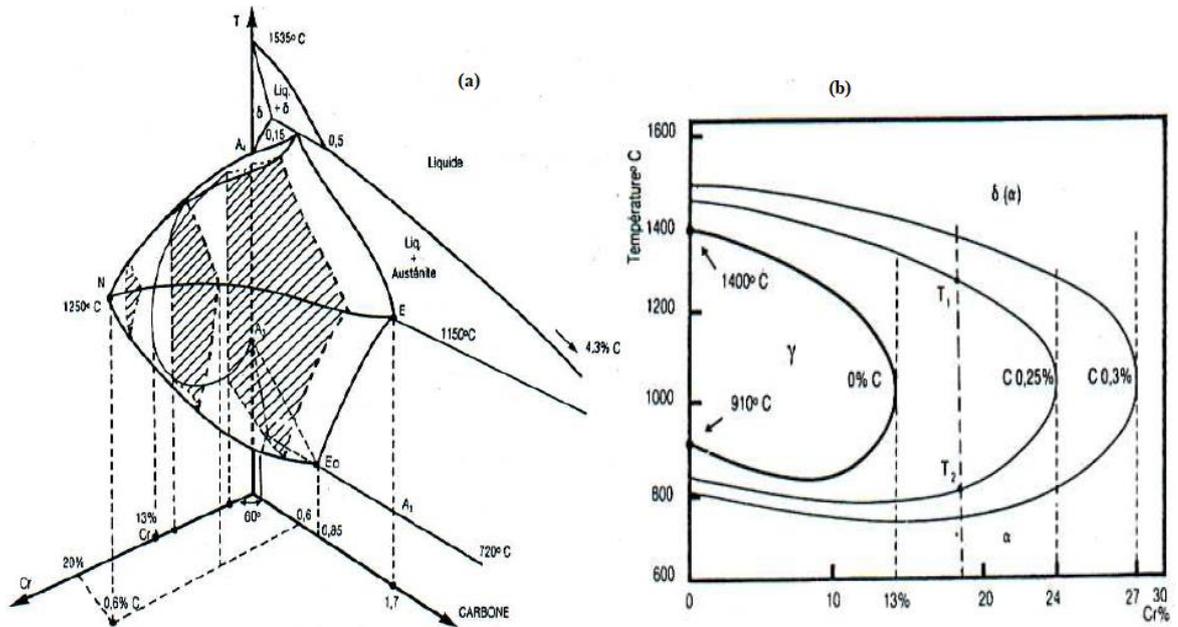


Figure II.1: (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématisé) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone [28].

Le chrome Cr :

Le chrome est un élément inhérent aux aciers inoxydables, une teneur minimale d'environ 10,5 % est nécessaire pour permettre 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 (CC), comme la ferrite et stabilise donc cette dernière ; il est l'élément alphagène (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 (figure A1 Annexe).

Le chrome augmente également la résistance à l'oxydation aux températures élevées ; des teneurs en chrome élevées nécessitent des quantités accrues de nickel pour former une structure austénitique ou austéno-ferritique.[29]

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 II.2). 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 [13,28]. Sa teneur se situe, pour les austéno-ferritiques, entre 5 et 8%, ce qui permet d'obtenir une structure contenant 50% de ferrite α et 50% d'austénite γ .

Ceci a pour conséquence d'améliorer la résistance à la corrosion, les propriétés mécaniques et la forgeabilité du matériau. Des quantités supérieures en nickel augmenteraient le risque de formation de la phase σ [29].

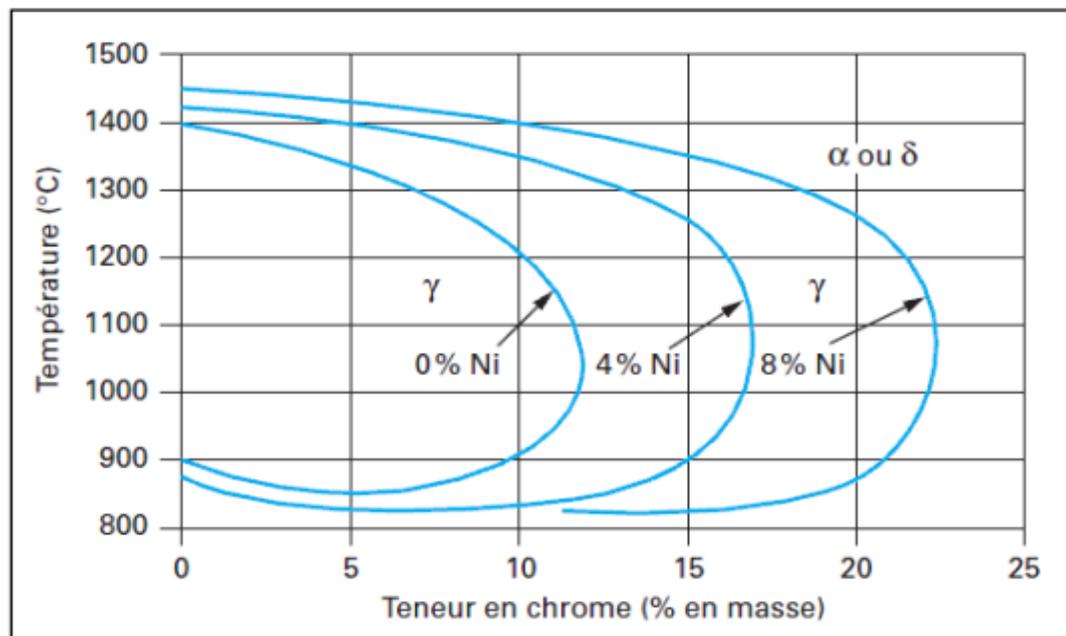


Figure II.2. Coupe du diagramme de phase ternaire Fe-Cr-Ni montrant l'évolution du domaine austénitique γ en fonction de la teneur en nickel. [30]

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 avancées 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 (Figure 2 Annex), 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. [13,31]

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. [13,31].

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). Les additions de molybdène sont environ trois fois plus efficaces que les additions de chrome lorsqu'il s'agit de protéger l'acier de la corrosion par piqûres et de la corrosion caverneuse en milieu chloruré. Cet élément est α -gène. Il augmente la tendance des aciers inoxydables à former des phases intermétalliques nocives. C'est pourquoi on limite habituellement sa teneur à environ 7,5 % dans les aciers austénitiques et à 4 % dans les aciers duplex [13,31].

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 [13,31].

II.3. Transformations consécutives à un traitement thermique

Divers changements structuraux peuvent se produire dans les aciers inoxydables duplex durant les traitements thermiques isothermes ou anisothermes. La plupart de ces transformations concernent la ferrite, et ce pour deux raisons principales, d'une part, les vitesses de diffusion élevées qui sont approximativement 100 fois les vitesses de diffusion dans les nuances austénitiques. Ceci est en fait la conséquence directe de la faible compacité de la ferrite (réseau cristallin cubique centré) par rapport à l'austénite (réseau cristallin cubique à faces centrées). D'autres part, la ferrite est riche en Chrome et en Molybdène, principaux constituants des phases secondaires.

Pour mieux comprendre l'effet d'un traitement thermique sur la microstructure, et en particulier la formation des phases secondaires, il est aussi impératif de souligner l'importance de la répartition ou du partage des éléments qui constituent l'acier inoxydable duplex entre l'austénite et la ferrite.

II.3.1 Partage des éléments d'alliage entre l'austénite et la ferrite :

Le coefficient K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité dans la phase austénitique est tel que :

$$K = \frac{X_i^\delta}{X_i^\gamma} \dots\dots\dots (II.1)$$

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 hypereffortés.

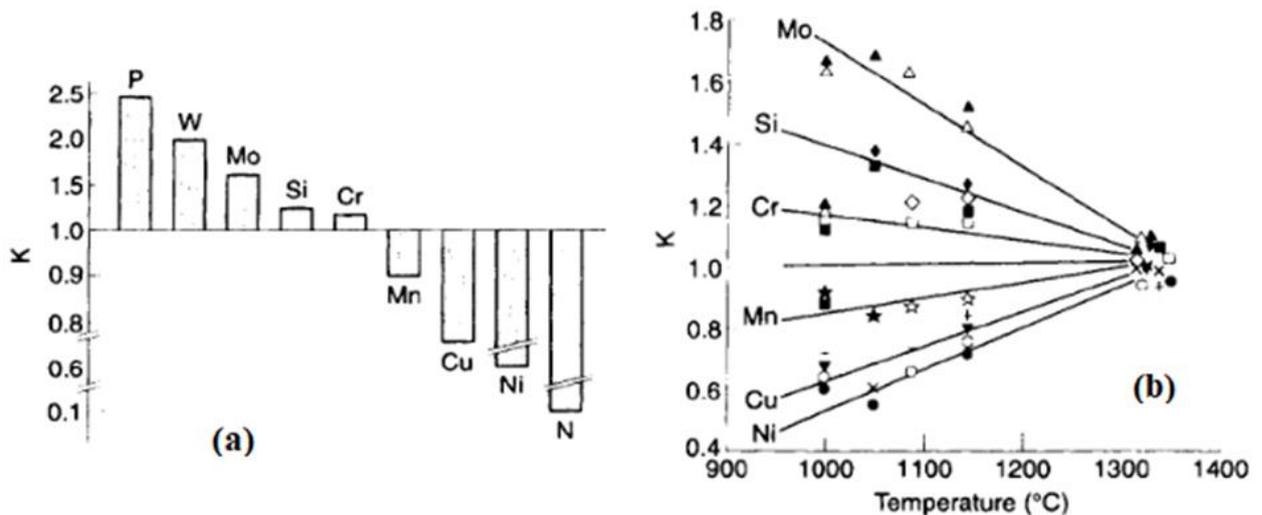


Figure II.3. a) coefficient de partage des aciers hypereffortés à l'eau.
b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température. [28]

Plusieurs travaux de recherches ont été réalisés [28,32] pour étudier la composition des phases et les coefficients de partage des éléments constituant l'acier après mise en solution. Elles ont montré qu'à l'exception de l'Azote, le coefficient de partage d'un élément donné ne varie pas de manière significative avec la composition des alliages. Ceci est dû au fait que les teneurs de ces éléments n'excèdent pas leurs limites de solubilité prévues par les diagrammes d'équilibre aux températures et concentrations utilisées.

Il est ainsi admis que la ferrite est riche en P, W, Mo, Si et Cr et l'austénite est riche en N, Ni, Cu et Mn (Figure II.3a).

La (Figure II.3b) montre l'évolution des coefficients de partage de différents éléments d'addition avec la température. On remarque qu'aux hautes températures, ces coefficients tendent vers l'unité, ce qui signifie une répartition équivalente de la teneur de chaque élément entre l'austénite et la ferrite à ces températures.

Le coefficient de partage de l'azote varie considérablement avec la composition des aciers. La (Figure II.4a) a nous montre que la solubilité de l'azote augmente avec les teneurs de la plupart des éléments d'alliage, en particulier le chrome et le manganèse. Il faut cependant noter que ce coefficient est aussi dépendant de la température. Bien que la solubilité de l'azote dans la ferrite d'un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide augmente légèrement durant une mise en solution, la fraction volumique de l'austénite diminue sensiblement ce qui conduit donc à un enrichissement de l'austénite résiduelle en azote (Figure II.4b) et par conséquent une croissance du coefficient de partage K (qui s'éloigne de l'unité) alors que durant le refroidissement il y a formation de l'austénite et la ferrite devient rapidement saturée en Azote [28,19].

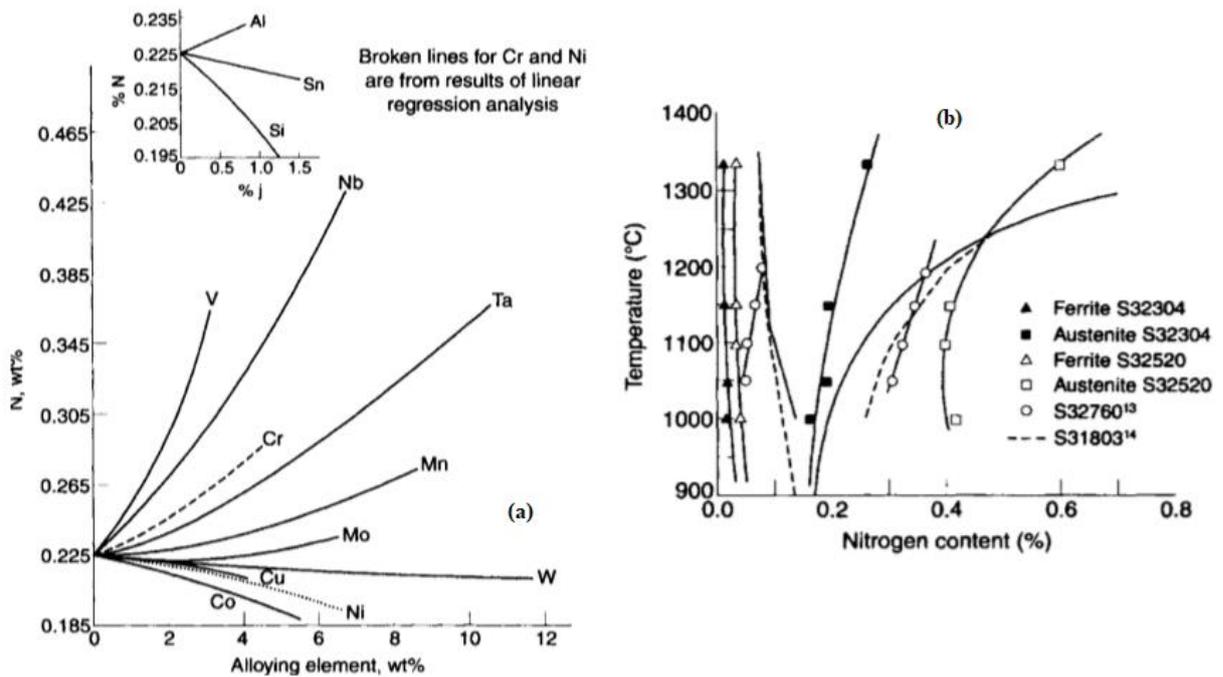


Figure II.4 (a) Effet des éléments d'alliages sur la solubilité de l'azote dans un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide à 1600°C sous une pression de 1 atmN² b) Teneur en Azote de la ferrite et de l'austénite pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex [13]

Les coefficients de partage entre les phases K de certains éléments typiques comme le Cr, Ni, Mo, Mn et N, trouvés dans la littérature, sont rassemblés dans le tableau 1 2. Les coefficients de partage entre les phases de certains éléments typiques comme le Cr, Ni, Mo, Mn et N, trouvés dans la littérature, sont rassemblés dans le tableau II.2. Ces coefficients dépendent de la composition globale de l'alliage ainsi que du mode d'élaboration (structure moulée ou corroyée) et de sa température d'hyperlente [33].

Tableau II-1 Coefficient de partage entre la ferrite et l'austénite dans les aciers Austénoferritiques. [33]

Duplex	Elément	Cr	Ni	Mo	Mn	N	Si
SAF 2205	χ_{α}	1.20	0.6 0	1.60	0.80	0.10	
	χ_{γ}						
SAF 2507	χ_{α}	1.12	0.6	1.58	0.95	0.125	1.19
	χ_{γ}						

II.3.2 Les transformations de phases et précipitations

La figure I.5 représente un diagramme de phases sur lequel sont indiquées les gammes de températures des différentes transformations de phases.

Les évolutions structurales subies par les aciers austénoferritiques sont regroupés en trois catégories :

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

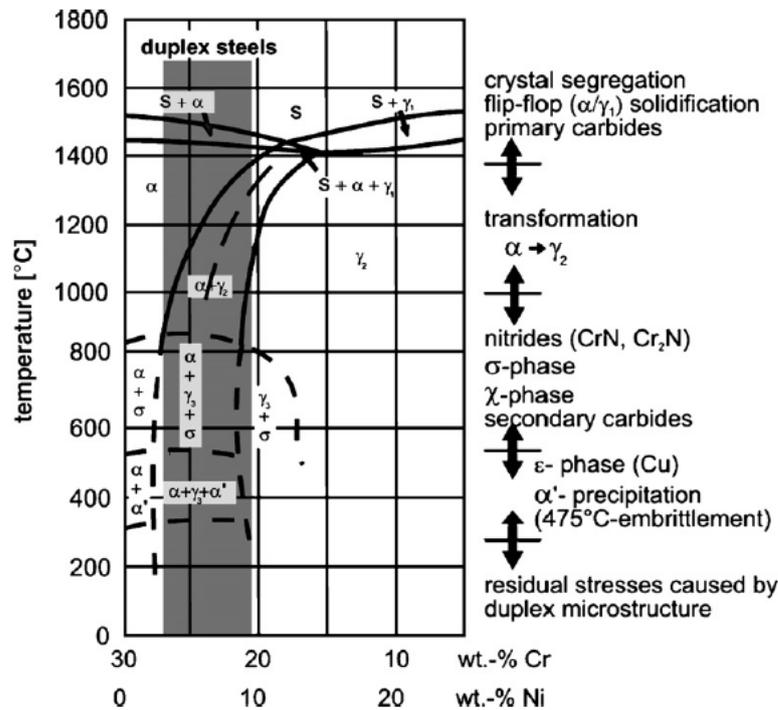


Figure II.5 Diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni [34]

II.3.2.1 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 II.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% [13].

Comme pour les autres nuances d'aciers, les grains dans les aciers duplex peuvent devenir équiaxes par traitement thermique prolongé entre 1100-1200 ° 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 [13].

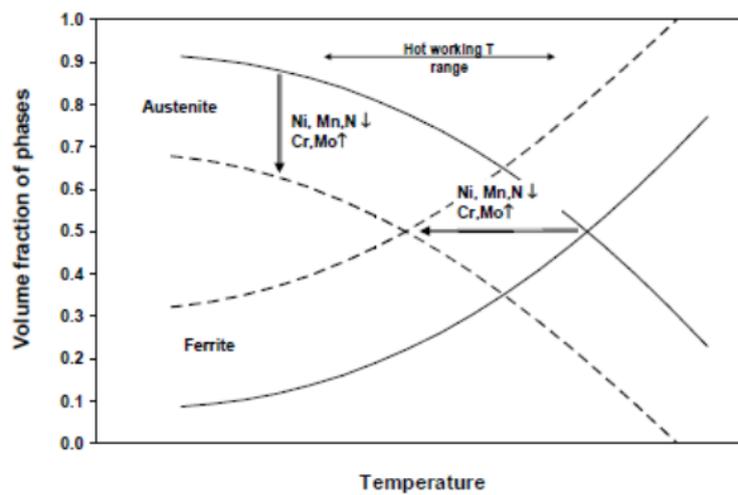


Figure II.6. : Effet de la température d'hypertrempe et de la composition chimique sur les fractions volumique des phases γ/δ [13]

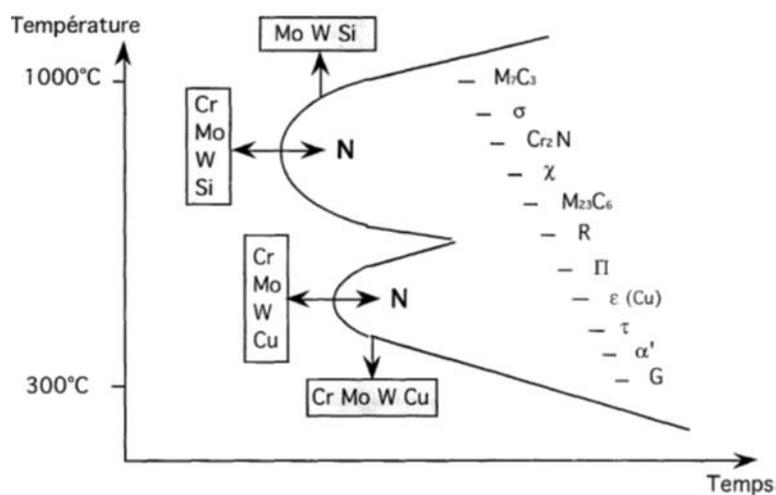


Figure II.7. Un schéma qui résume l'influence des éléments d'alliage sur les précipitations.[13]

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 I.7). De ce diagramme ressort, entre autres, 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 [13].

Tableau II.2 : les différentes phases, intermétalliques, et précipités dans les aciers duplex et domaines d'existence [13].

Type de précipité	Formule chimique	Cr	Ni	Mo	Structure	Domaine de précipitation °C	Localisation préférentielle
Carbures	M ₇ C ₃				Orthorhombique	950- 1110	Inter δ/γ
	M ₆ C				CFC		
	M ₂₃ C ₆	58	2.5	12	FCC	600-900	Inter δ/γ
Nitrures	Cr ₂ N	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	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	25	3	14	BCC- αMn	700-950	Inter δ/γ
R (laves)	Fe ₂ Mo	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

II.3.2.2 Transformations à températures (600°C < T ≤ 1050°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. II.3). La plupart de ces précipités fragilisent l'acier, leur formation est donc à éviter.

❖ Les précipitations :

Les carbures de chrome : Les carbures qui se forment le plus fréquemment dans les aciers austénitiques lors de traitements thermiques sont de type $M_{23}C_6$ ou M_7C_3 , où M est principalement du chrome, partiellement substitué par Fe, Mo ou Ni. Les $M_{23}C_6$ sont connus pour se former principalement aux joints de grains γ/γ et α/α , entraînant une importante diminution de la résistance à la corrosion intergranulaire, tandis que la précipitation de M_7C_3 se produit uniquement dans les aciers austénitiques à hautes teneurs en carbone, ou lors des processus associés tels que la carburisation. D'autres types de carbures tels que M_6C et MC ont aussi été observés dans les aciers inoxydables vieillissants. Les précipités M_6C , de structure cubique faces centrées de type diamant, sont généralement minoritaires par rapport aux autres carbures, et sont favorisés par l'insertion de molybdène et d'azote. Enfin l'introduction d'éléments tels que V, Nb, Ti, Zr, Al et Ta, connus pour former des carbures intragranulaires de type MC de grande stabilité, est généralement utilisée pour limiter la précipitation des $M_{23}C_6$, dès quelques minutes de traitement à une température comprise entre 600 et 900°C, et des M_7C_3 ont été répertoriés à plus hautes températures lorsque les teneurs en azote sont faibles notamment aux interfaces α/γ et sur les défauts cristallins. Ces carbures à structure cubique face centrée sont très riches en chrome (Tableau II.3). 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 austéno-ferritiques est que la précipitation des carbures de Chrome observée dans les joints de grains est discontinue, de morphologie triangulaire (Figure.II.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 [13,29,35,36,37].

Tableau II.3 Composition chimique des carbures $M_{23}C_6$ en fonction du traitement thermique [38]

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

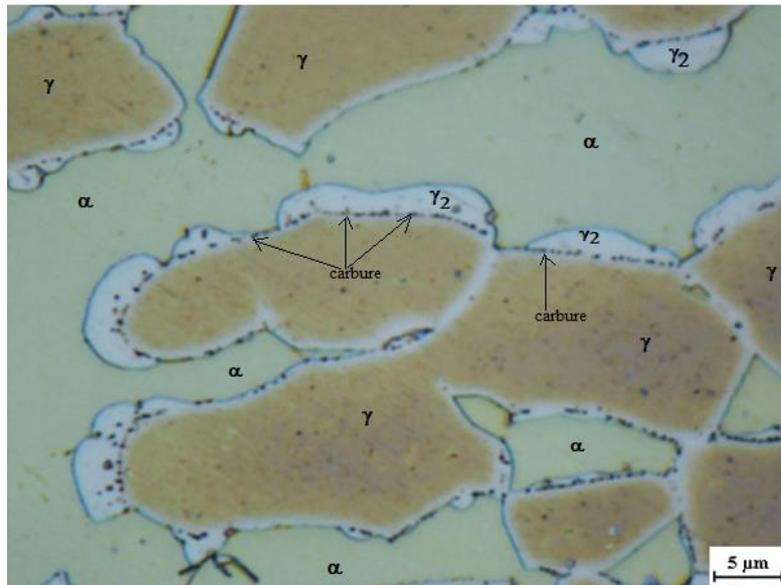
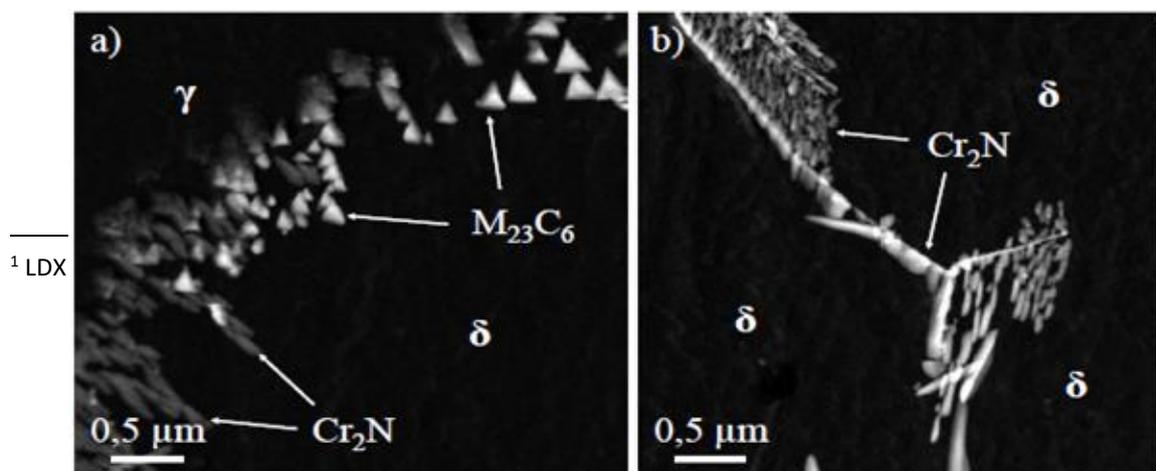


Figure II.8 : Micrographie MO LDX 2101 après vieillissement à 720°C pendant 120 heures¹

Les nitrures : Les aciers inoxydables duplex contiennent de hautes teneurs en azote. Cet élément est susceptible de précipiter sous forme de nitrures si la concentration d'azote est supérieure à sa solubilité dans la matrice. Les nitrures les plus 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. Les aciers inoxydables stabilisés contiennent des nitrures de type MN, qui précipitent à partir d'éléments comme Nb, Ti, Zr. Ils ont la même structure que les carbures de type MC, avec une stabilité supérieure et une morphologie en facettes (ou bâtonnets) (Figure II.9), Ces précipités à structure hexagonale apparaissent généralement sous forme transgranulaire, contrairement aux carbures, de déchromisation intergranulaire et donc de baisse de résistance à la corrosion intergranulaire (Figure.II.10) [41].



❖ 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 [13,34,39,40].

La formation de de la phase- σ peut être d'écrite par la transformation eutectoïde $\delta \longrightarrow \sigma + \gamma_2$ [41]. La ferrite s'enrichit en éléments alphasènes chrome et molybdène, et s'appauvrit en nickel ; elle devient alors un site préférentiel de formation de la phase sigma. La germination de la phase- σ commence dans les interfaces δ/γ , puis croît à l'intérieur des grains ferritiques. La formation de σ , qui est riche en éléments α -gènes cause un appauvrissement des régions ferritiques adjacentes en ces éléments conduisant à la transformation de cette ferrite en

austénite secondaire. Un schéma illustratif de la précipitation de σ est donné dans la Figure II.11.

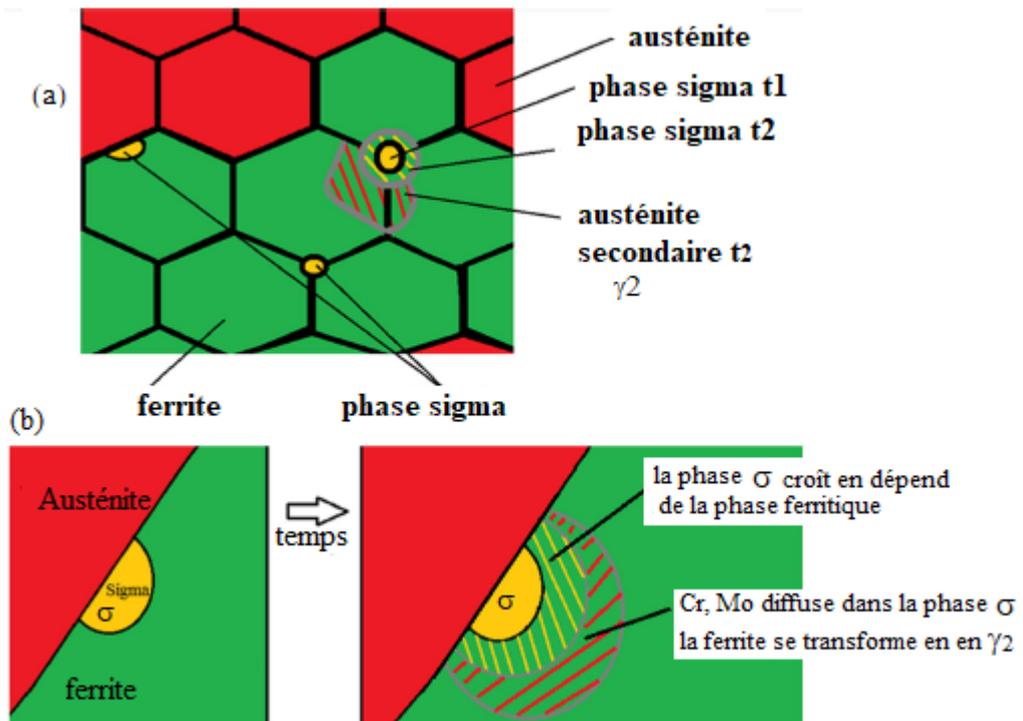


Figure.II-11 : (a) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma aux niveaux des interfaces α/α et γ/α (b) sa croissance à l'intérieur de la ferrite [42]

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 apparaît préférentiellement dans les régions de grande énergie telles 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.II.11a).
- **La température de mise en solution :** influe aussi sur la précipitation, à savoir :
 1. En fonction de la composition chimique du matériau de base, la phase sigma peut se former sur une large plage de température allant de 600 ° C à 1000 ° C. La mise en solution à températures élevées, suivi d'un refroidissement rapide, induisent le grossissement des grains et par conséquent réduit le taux de la phase sigma formée [13,29,41,43,44,45].
 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.

- *Les différentes formes de la phase σ*

Après germination, la phase sigma croît sous différentes morphologies selon qu'elle précipite à l'interface ferrite / austénite ou à l'interface ferrite / ferrite ou co-précipite avec de l'austénite secondaire : plaquettes, forme eutectoïdale lamellaire $\sigma + \gamma_2$ ou agrégat lamellaire $\sigma + \delta$. Certaines morphologies retrouvées dans la littérature sont représentées dans les Figure.II.12-1 et 2. [13,43,46].

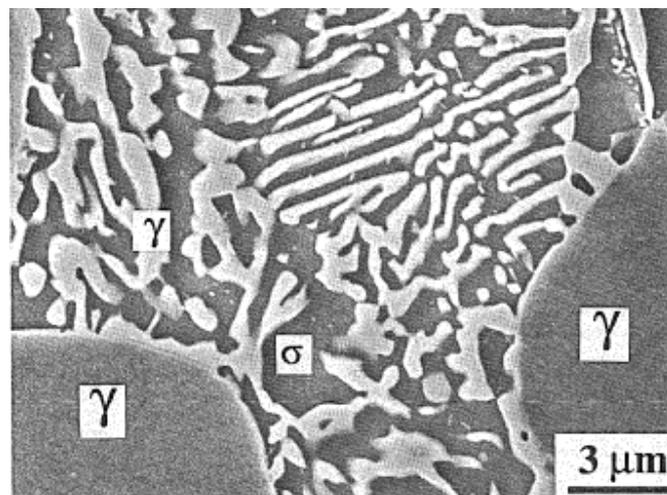


Figure.II.12-1 : Micrographie MEB de SAF 2507 vieillie 72 h à 700 °C, montrant décomposition de la ferrite en structure eutectoïdale de $\sigma + \gamma_2$ (formant un corail ou dentelle) [431]

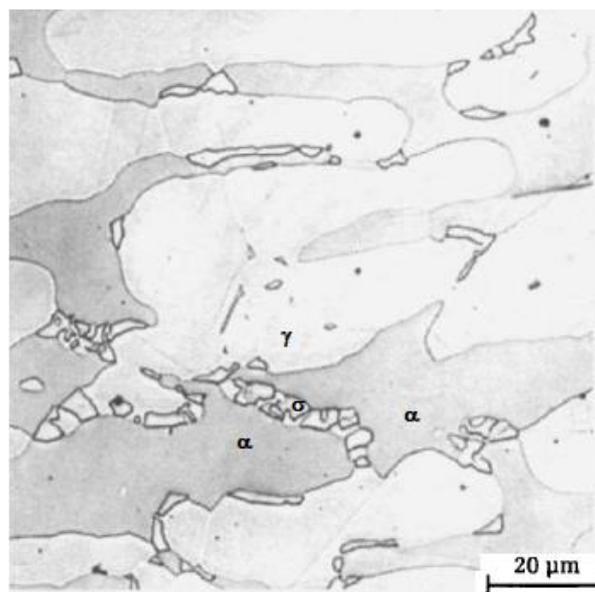


Figure II.12-2 : Micrographie MO de σ -phase grossière à l'interface (δ/δ) dans acier super duplex 2507 après traitement de 10min à 1000 °C [13]

L'austénite secondaire γ_2 :

L'austénite secondaire est généralement identifiée aux limites de phase austénite / ferrite (γ/δ) ou à l'intérieur des grains de ferrite (Figure II.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 [13] :

- 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.II.11a.
- 2) Par formation des structures de Widmanstaetten², 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.

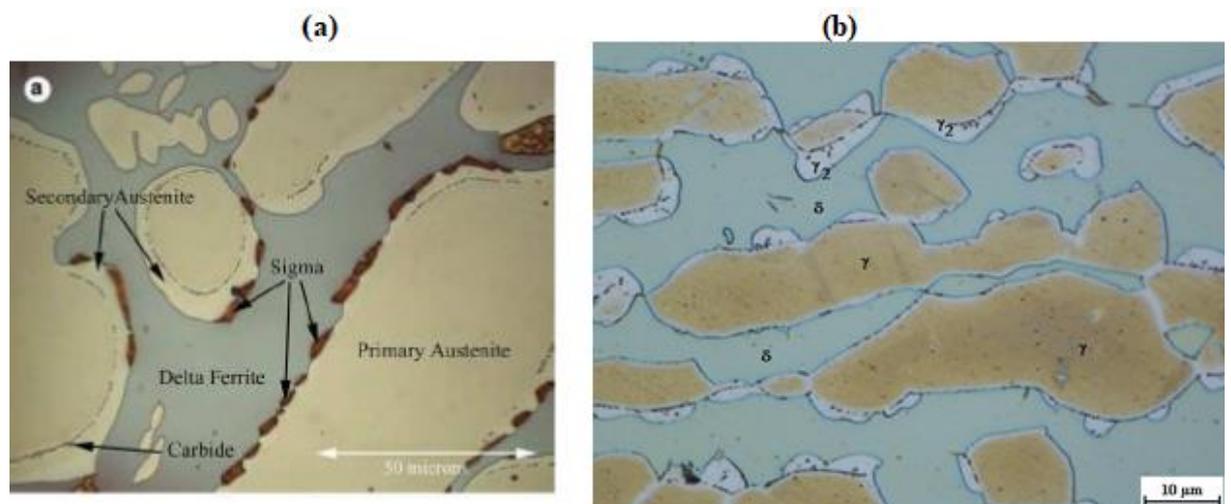


Figure II.13: (a) Formation de la phase σ et de l'austénite secondaire dans l'acier dans les aciers duplex. (a) duplex 2507, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes [47]. (b) le Lean duplex LDX 2101 vieilli pendant 120h à 720°C. γ_2 apparaît en forme de festons autour de l'austénite (micrographie obtenue dans le cadre de cette étude)

² Structure de Widmanstätten² = Structure aciculaire résultant de la formation d'une nouvelle phase dans certains plans cristallographiques d'une solution solide mère

- 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.

La cohérence cristallographique des deux phases étant élevée, l'énergie nécessaire à la germination de la phase χ est faible ce qui l'aide à précipiter plus rapidement que la phase sigma. Comme la phase sigma, la phase χ se forme à l'interface δ/γ et se développe dans la ferrite **Figure II.12**, cependant moins stable que la phase σ et est absorbée par cette dernière pour des temps de vieillissement plus longs dans la plage de température 800 à 850°C [48]. Chi (χ) est intermétallique plus riche en molybdène que la phase σ et sa formation est facilitée par l'augmentation des teneurs en molybdène [49].

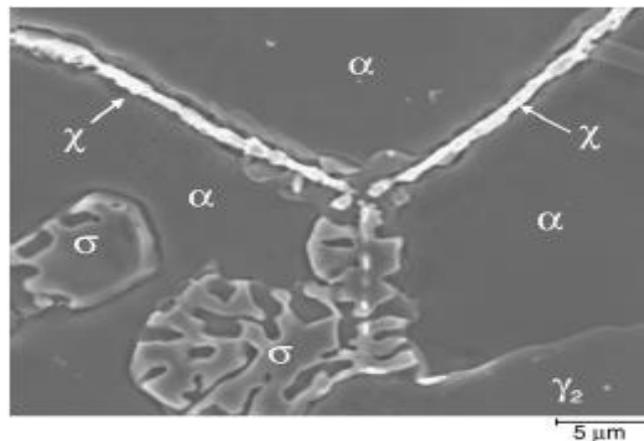


Figure II.14. : Formation de la phase χ et croissance de la phase σ dans un DSS moulé [11]

La phase χ a une influence similaire sur les propriétés de corrosion et de ténacité que la phase σ , mais comme les deux phases coexistent souvent, il est difficile d'étudier leurs effets individuellement.

La cohérence cristallographique des deux phases Chi (χ) et sigma (σ) étant élevée, de ce fait elles ne sont pas distinguables en utilisant la microscopie optique (MO). Cependant, les deux phases peuvent être distinguées cristallographiquement par microscopie électronique à transmission (le MET ou TEM) ou en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB ou SEM) rétrodiffusé, en raison de la différence de composition chimique (c'est-à-dire Mo)

entre les deux précipités. La phase Chi (χ) provoque un contraste beaucoup plus brillant sur l'image MEB que la phase sigma (Figure II.12)

- **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 [13,29].

La phase R est un intermétallique riche en molybdène ($30\text{Fe}-25\text{Cr}-35\text{Mo}-6\text{Ni}-4\text{Si}$) qui germe aux joints de grains ou dans la ferrite à basse température ($500-650^\circ\text{C}$) [13]. À des températures plus élevées allant jusqu'à 800°C , la formation de R est rare et les particules de phase R sont transformées en phase sigma après un temps de vieillissement relativement court. La phase R est extrêmement nuisible à la résistance à la corrosion par piqûres et, comme les autres précipités intermétalliques, nuisible à la ténacité du matériau.

La phase π , qui est souvent identifié comme un nitrure riche en molybdène dont la formule chimique idéale est $(\text{Fe}_7\text{Mo}_{13}\text{N}_4)$, Cependant, on a montré que la phase pi contient environ 28% de Fe, 35% de Cr, 3% de Ni et 34% de Mo. Ce précipité germe intergranulairement à des températures de l'ordre de 600°C .

Tout comme aux autres précipités intermétalliques discutés ci-dessus, la phase p est également nuisible à la ténacité et à la résistance à la corrosion par piqûres

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.

II.3.2.3 Transformations à basse température ($T < 600^\circ\text{C}$)

La phase α'

Lors du vieillissement des aciers duplex à des températures intermédiaires entre 300 et 560°C , la ferrite est susceptible de se décomposer, à l'échelle de la dizaine de nanomètres, en deux phases ferritiques. Afin d'expliquer ce phénomène de vieillissement des aciers inoxydables, il faut s'intéresser à un système simple, le binaire Fe-Cr. La figure II.13 présente un

diagramme de phase Fe-Cr. Celui-ci montre la présence d'une lacune de miscibilité entre le fer et le chrome pour une température inférieure à 550°C. Dans la lacune de miscibilité, l'alliage se démixe pour former deux :

- L'une riche en chrome, jusqu'à 80% Cr, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la phase ferrite; celle-ci est désignée par α' ou α'_{Cr} ;
- Et l'autre riche en fer et est désignée par α .

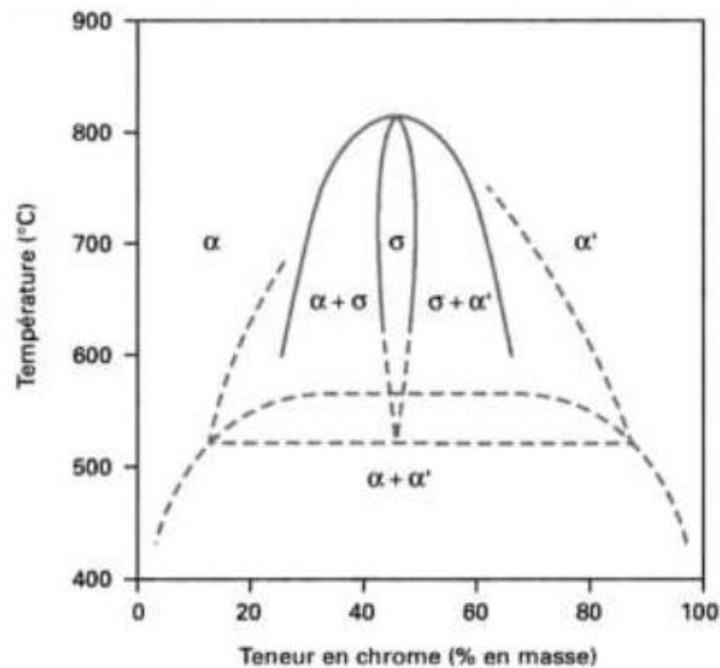


Figure.II.15 : Diagramme d'équilibre Fe-Cr [29]

Toutefois, en s'intéressant de plus près à la lacune de miscibilité, on remarque qu'à l'intérieur de celle-ci deux domaines sont définis, séparés par la ligne spinodale (Figure. II.14).

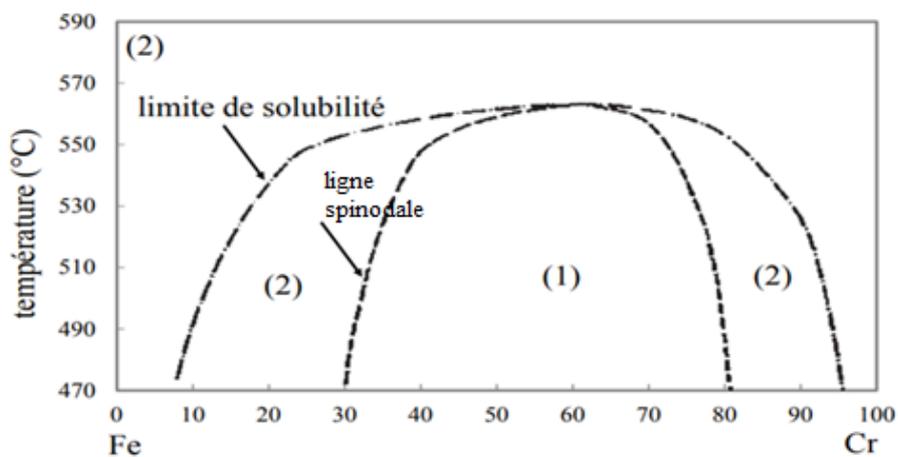


Figure II.16. Diagramme Fe-Cr qui schématise la décomposition de la ferrite. [50]

- (1) Décomposition spinodale
- (2) Décomposition par germination et croissance

Ces deux domaines sont révélateurs de deux mécanismes de démixtion possible [13,29] :

(1) **La décomposition spinodale** : consiste en la démixtion continue de deux phases (dans notre cas, les phases α et α'). Lors de la décomposition spinodale des fluctuations de composition apparaissent, qui donnent lieu à un enrichissement progressif de zones α'_{Cr} et α , en chrome et en fer. microstructural, les phases α'_{Cr} et α forment des réseaux interconnectés dont les interfaces sont progressives.

(2) **Lors de la décomposition par germination et croissance**, les précipités de α'_{Cr} dispersés dans la matrice α , germent directement à leur composition d'équilibre et croissent en absorbant les éléments environnants. Les interfaces chimiques entre α'_{Cr} et α sont donc nettes et les précipités sont cohérents avec la phase mère [29].

Cette démixtion, entraîne un durcissement et une fragilisation de la ferrite bien connu sous la dénomination de « fragilisation à 475°C » [29,43].

II.3.2.4 Conséquence de la démixtion de la ferrite :

a) Sur la microstructure :

En plus de la décomposition spinodale présentée précédemment, le vieillissement des aciers inoxydable duplex dans le domaine de la lacune de miscibilité amène d'autres changements au niveau de la microstructure de l'alliage. En effet, la décomposition spinodale engendre la diffusion d'un certain nombre d'éléments. Ainsi, il a été montré que le nickel et le manganèse sont rejetés par les zones riches en chrome alors que les zones riches en fer rejettent le silicium et le molybdène [28,51,52]. Ainsi, les domaines jouxtant ces deux types de zones sont thermodynamiquement stables pour la précipitation d'une phase de composition Ni₁₆Ti₆Si₇, appelée **phase G**. A noter que le chrome, le fer, le molybdène et le manganèse peuvent se substituer au titane et au nickel. A noter que le chrome, le fer, le molybdène et le manganèse peuvent se substituer au titane et au nickel.

De plus, une précipitation de carbures de chrome peut être observée, essentiellement aux joints de lattes. Ces carbures de chrome sont essentiellement de la forme Cr₂₃C₆ [31,53].

b) Sur les propriétés mécaniques :

Ces évolutions au niveau de la microstructure au cours du vieillissement ont des répercussions importantes sur le comportement mécanique.

A la température de service, entre 285 °C et 323 °C, les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austéno-ferritique évoluent au cours du temps. La résilience décroît et la dureté croît en fonction du temps de vieillissement [13], comme illustré par la Figure.II.14

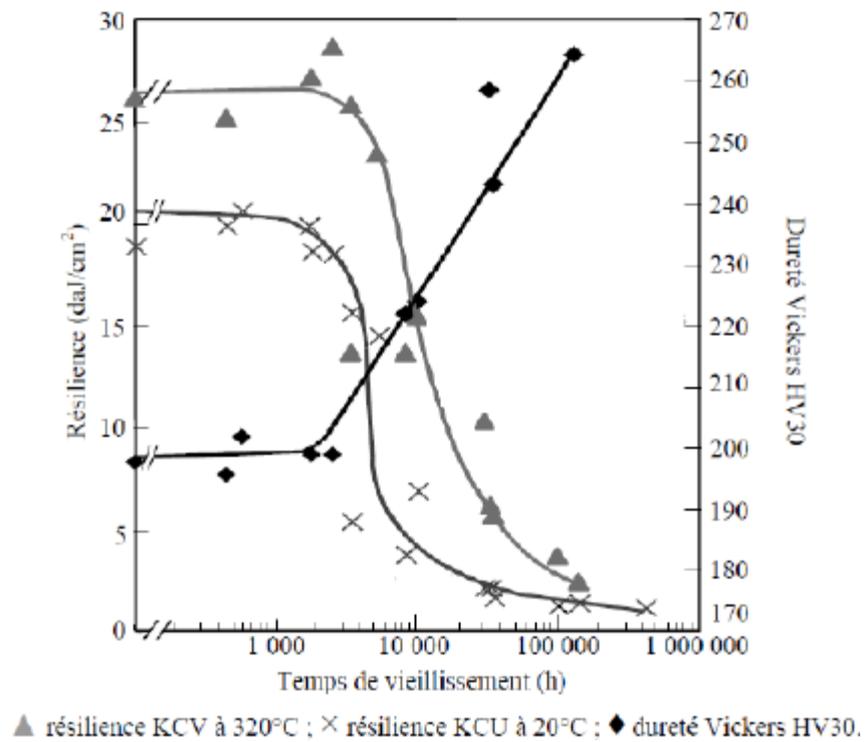


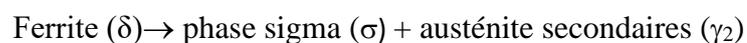
Figure II.17: Evolution des propriétés mécaniques en fonction du temps de vieillissement pour un acier austéno-ferritique vieilli à 325°C [54°].

❖ Conclusion générale

Par une étude bibliographique, nous avons mis en évidence certaines informations disponibles dans la littérature sur le comportement structural des aciers inoxydables austéno-ferritiques (dits duplex) lors des traitements thermiques isothermes.

En effet, les traitements thermiques provoquent des phénomènes de précipitations au niveau des joints de grains et aux niveaux des interfaces ce qui rend ces aciers fragiles et perdent leur pouvoir de résistance à la corrosion. La cinétique de précipitations est contrôlée par plusieurs facteurs (température, composition chimique, temps) et donne naissance à des formes variées de composés (comme les carbures et nitrures) ou de phases intermétalliques (σ -phase et χ -phase).

- Pratiquement, pour toutes les nuances duplex (standard, super et lean duplex), l'intervalle de température allant de 1050°C à 1250°environs, concerne le domaine de température où la balance entre austénite γ et la ferrite α est obtenue, dans cet intervalle, il n'y a pas de précipités.
- Les précipitations sont souvent observées dans la gamme de températures allant de 600 à 900°C. ce domaine est dit intervalle de vieillissement à haute températures. Ces précipitations apparaissent aux joints des grains et aux endroits de plus forte énergie interfaciale. Ces précipitations, sont généralement issus décomposition eutectoïde de la ferrite :



- Lors du vieillissement des aciers duplex à des températures intermédiaires entre 300 et 560°C, la ferrite est susceptible de se décomposer en deux phases ferritiques, l'une riche en chrome, et l'autre pauvre en chrome mais riche en fer. Ce phénomène ce peut se produire par deux mécanismes : par décomposition spinodale ou par une décomposition par germination et croissance. Ces décompositions ont des conséquences sur la microstructure et le comportement mécanique et chimique.

En perspective, nous souhaitons que cette étude bibliographique sera complétée par une investigation expérimentale

Références:

- [1]: **Charles J.** Past present and future of the duplex stainless steels. Duplex International Conference & Expo. Grado, 2007.
- [2]: **Daniel Salazar**, Étude du partage de la plasticité cyclique d'un acier duplex par microscopie à force atomique. Lille 1, 2008. <http://www.univ-lille1.fr/bustl>
- [3]: **P.J. Antony, R.K. Singh Raman, R. Mohanram, P. Kumar and R. Raman**, Influence of Thermal Aging on Sulfate-Reducing Bacteria (SRB)-Influenced Corrosion Behaviour of 2205 Duplex Stainless Steel, *Corros. Sci.*, 50 (2008), 1858–1864.
- [4]: **M. Breda, M. Pellizzari and M. Frigo**, σ -Phase in Lean Duplex Stainless Steel Sheets, *Acta Metall. Sin. Engl. Lett.*, 28 (2015), 331–337.
- [5]: **Y. Guo, T. Sun, J. Hu, Y. Jiang, L. Jiang and J. Li**, Microstructure Evolution and Pitting Corrosion Resistance of the Gleeble-Simulated Heat-Affected Zone of a Newly Developed Lean Duplex Stainless Steel 2002, *J. Alloy. Compd* 658, (2016), 1031–1040.
- [6]: **A. Gregori and J. Nilsson**, Decomposition of Ferrite in Commercial Superduplex Stainless Steel Weld Metals: Microstructural Transformations above 70°C, *Met. Mater. Trans. A*, 33 (2002) 1009–1018.
- [7]: **J.-H. Kim, E.-J. Oh, B.-C. Lee, and C.-Y. Kang**, Effect of Aging Treatment on Impact Toughness and Corrosion resistance of Super Duplex Stainless Steel, *J. Mater. Eng. Perform* 25 (2015), 9–1.
- [8]: **Y.H. Yang, B. Yan, J. Wang and J.L. Yin**, The Influence of Solution Treatment Temperature on Microstructure and Corrosion Behavior of High Temperature Ageing in 25% Cr Duplex Stainless Steel, *J. Alloys. Compd* 509, (2011), 8870–8879.
- [9]: **M. Pohl, O. Storz and T. Glogowski**, Effect of Intermetallic Precipitations on the Properties of Duplex Stainless Steel, *Mater. Charact* 58, (2007), 65–71.
- [10]: **Gilles Regheere**, **Metal blog** Publié le 9 décembre 2019
<https://metalblog.ctif.com/2019/12/09/les-aciers-duplex-pour-la-tenue-a-la-corrosion/>
- [11]: **DESESTRET A., CHARLES J.** "Les aciers inoxydables austéno ferritiques", *Les aciers inoxydables*, pp.631-678, Editions de Physique (1990).
- [12]: **Mats Liljas, Pelle Johansson, Hui-Ping Liu, Claes-Olof A. Olsson**. Development of a Lean Duplex Stainless Steel, March 2008. Outokumpu Stainless, Avesta Research Centre, P.O. Box 74,77422 Avesta, Sweden, mats.liljas@outokumpu.com
- [13]: **R. N. GUINN**. Duplex Stainless Steel, microstructure, properties, and application, 2000.
- [14]: **Charles J** : Conf proc Duplex Stainless Steels '91, Beaune, Les éditions de physique, 1991, Vol. 1,4-48.
- [15]: **P. Johansson, M Liljas**, 4th European Stainless Steel- Science and Market Congress, 10-13

June 2002, Paris, Vol' 2, p. 153

[16]: **Great Plains Stainless 1004 North 129th East Ave. Tulsa, OK 74116**

<https://www.gpss.com/history-duplex-stainless-steel/>

[17]: **Wafa Elmay**: Publié le 28 janvier 2019 <https://metalblog.ctif.com/2019/01/28/les-moyens-delaborations-de-lacier-liquide/>

[18] : **V. Calonne**. Propagation des fissures par fatigue dans les aciers austénoferritiques moulés : Influence de la microstructure. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001

[19] : **Riad Badji**. Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205. Thèse de doctorat, L'Université de Paris 13 Et L'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

[20]: **Luo, H. et al.**, Effect of solution treatment on pitting behavior of 2205 duplex stainless steel. Arabian Journal of Chemistry (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2012.06.011>.

[21]: **arcelormittal** , Industeel Trademark - UR™ 2507 - UR™ 2507Cu - UR™ 2507W - 02/2016
<https://industeel.arcelormittal.com/>

[22]: **Calliari I., Ramous E., Bassani P.**, Phase Transformation in Duplex Stainless Steels after Isothermal Treatment, continuous cooling and cold working, Materials Science Forum v638-642(2010) 2986-2991

[23]: **Maetz J.-Y., Cazottes S., Verdu C., Kleber X.**, Precipitation and Phase Transformations in 2101 Lean Duplex Stainless Steel During Isothermal Aging, Metallurgical and Materials Transactions 47A (2016) 239-253

[24]: **Chan K.W., Tjong S. C.**, Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels, Materials 7 (2014) 5268-5304

[25]: **Zhang Z., Zhang H., Zhao H., Li J.**, Effect of prolonged thermal cycles on the pitting corrosion resistance of a newly developed LDX 2404 lean duplex stainless steel, Corrosion Science 103 (2016) 103 189-195.

[26]: **J. Dille, M.C.L. Areiza, S.S.M. Tavares, G.R. Pereira, L.H. De Almeida, J.M.A. Rebello**, MICROSTRUCTURAL EVOLUTION DURING AGING AT 800°C AND ITS EFFECT ON THE MAGNETIC BEHAVIOR OF UNS S32304 LEAN DUPLEX STAINLESS STEEL.

[27] : **Chantal Pradines et Trampot.F** Guide pratique pour le travail des aciers inoxydables duplex, premier édition 2011 IMO 1999-2011

[28] : **P. Lacombe, B. Baroux et G. Béranger**, "Les Aciers Inoxydables", Les Editions de Physique, (1990).

[29] : **J-Y. Maetz**, Evolution de la microstructure d'un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement, thèse doctorat science des matériaux, INSA de Lyon 2014.

- [30] : **AMY Zahia**, Caractérisation de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 et étude de son oxydation à température. MÉMOIRE DE MAGISTER, UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMARI DE TIZI OUZOU.2003
- [31]: **Charles. J.**, Super Duplex Stainless Steel: Structure and Properties. In 2nd. Duplex stainless Steels. 1991.
- [32]: **Béla Leffler**. Stainless Steels and Their Properties.
- [33]: **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
- [34]: **M. Pohl, O. Storz**. Sigma-phase in duplex stainless steels. Z. Metallkd.95(2004) vol 7
- [35]: **W. Zhang, L. Jiang, J. Gao**, Study of precipitation in 2101 Duplex stainless steel, Materials Science and technology, Vol.26,2018 page 5.
- [36] : **H.P. Liu, P. Johansson, M. Liljas**, Structural evolution of LDX 2101 (EN1.4162) during isothermal ageing at 600-850°C, 6th European Stainless steel Conference : Science and Market, HELSINKI, Finland, Proceedings, p.555, 2008.
- [37]: **H. Hong, B. Rho, S. Nam**, Correlation of the M23C6 precipitation morphology with grain boundary characteristics in autenitic stainless steel, Materials Science and Engineering, Vol. A318, 2001, page 285-292.
- [38]: **Che Abdullah Abdullah Ibn Hassan**, Transformation of ferrite in duplex stainless steel, University of Wollongong, Master Of Metallurgy (Hons.) thesis, Department of Metallurgy,1984.
<http://ro.uow.edu.au/theses/2591>
- [39] : **J. O. Nilsson and A. Wilson**: Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion pf super duplex stainless steel SAF 2507. Materials Science and Technology July 1993 Vol. 9 p 545
- [40] : **Kerrouba Nabil**. Infulence de l'azote sur les mécanismes de fissuration en fatigue- corrosion d'un acier inoxydable austéno-ferritique de type Z3 CND 2205. Thèse de doctorat en science des matériaux, univ.Lille 1994.
- [41] : **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)
- [42] : **A. D. Warren. Et al.** Quantification of sigma-phase evolution in thermally aged 2205 duplex stainless steel. J.Mater Sci (2016) 51:694–707
- [43]: **Nilsson and Wilson**. Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of SAF 2507. Materials Science and Technology July 1993 Vol. 9

- [44] **J.M. Pardal** et al. Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel UNS S32750. *Materials Characterization* 60 (2009) 195-172.
- [45] **Atamert, S.a.K., J.E.** ,", *Sigma-Phase Formation and Its Prevention in Duplex Stainless Steels*. *Journal of Materials Science Letters*, 1993. **12(14)**: p. 1144-1147.
- [46] : **Marcelo Martins ; Luiz Carlos Castelett**. Sigma phase morphologies in cast and aged super duplex stainless steel; *Materials Characterization* 60 (2009) 792-795.
- [47] : **Ouali Naima**, Comportement au vieillissement et a la restauration par traitement thermique de l'acier inoxydable austeno-ferritique SAF 2205. Mémoire de magistère 2012
- [48] : **T. Chen, K. Weng, J. Yang**, The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 DSS, *Materials Science and Engineering A*, vol. 338, 2002, p. 259 - 270.
- [49] : **K. Lo, C. Shek, J. Lai**, Recent developments in stainless steels, *Materials Science and Engineering*, vol. R 65, 2009, p. 39 - 104.
- [50]: **D. Chandra, L. Schwartz, Mössbauer**: Effect Study of the 475 °C Decomposition of Fe-Cr, *Metallurgical Transactions*, vol. 2, 1971, page 511.
- [51]: **Matéria (Rio J.)** Microstructural changes in SAF 2507 superduplex stainless steel produced by thermal cycle. vol.14 no.3 Rio de Janeiro 2009 <https://doi.org/10.1590/S1517-70762009000300017>
- [52]: **Calliari I., Ramous E., Bassani P.**, Phase Transformation in Duplex Stainless Steels after Isothermal Treatment, continuous cooling and cold working, *Materials Science Forum* v638-642(2010) 2986-2991
- [53]: **Luo, H. et al.**, Effect of solution treatment on pitting behavior of 2205 duplex stainless steel.
- [54]: **T. Hamaoka, A. Nomoto, K. Nishida, K. Dohi, N. Soneda**, Effects of aging temperature on G-phase precipitation and ferrite-phase decomposition in duplex stainless steel, *Philos. Mag.* 92 (2012) 4354–4375. doi:10.1080/14786435.2012.707340.
- [55]: **Bandar AL.**, POWDER METALLURGY OF STAINLESSSTEEL: STATE-OF-THE ART, CHALLENGES,AND DEVELOPMENT

Annex

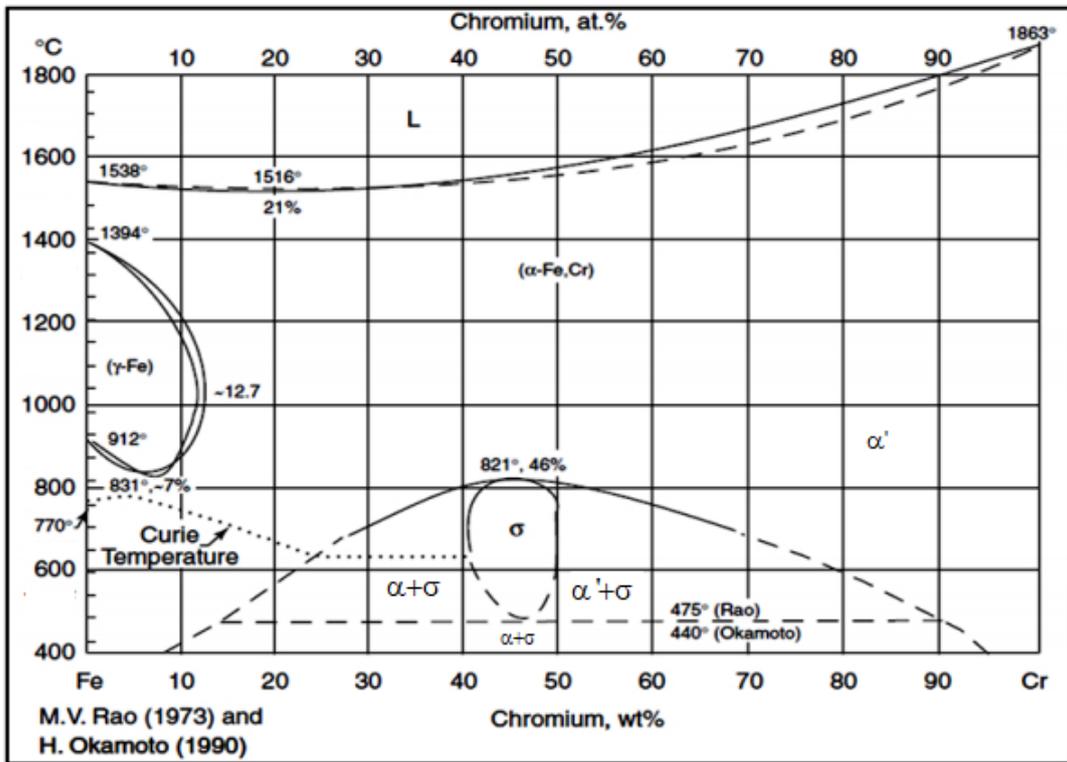


Figure 1. Diagramme d'équilibre Fe-Cr [55]

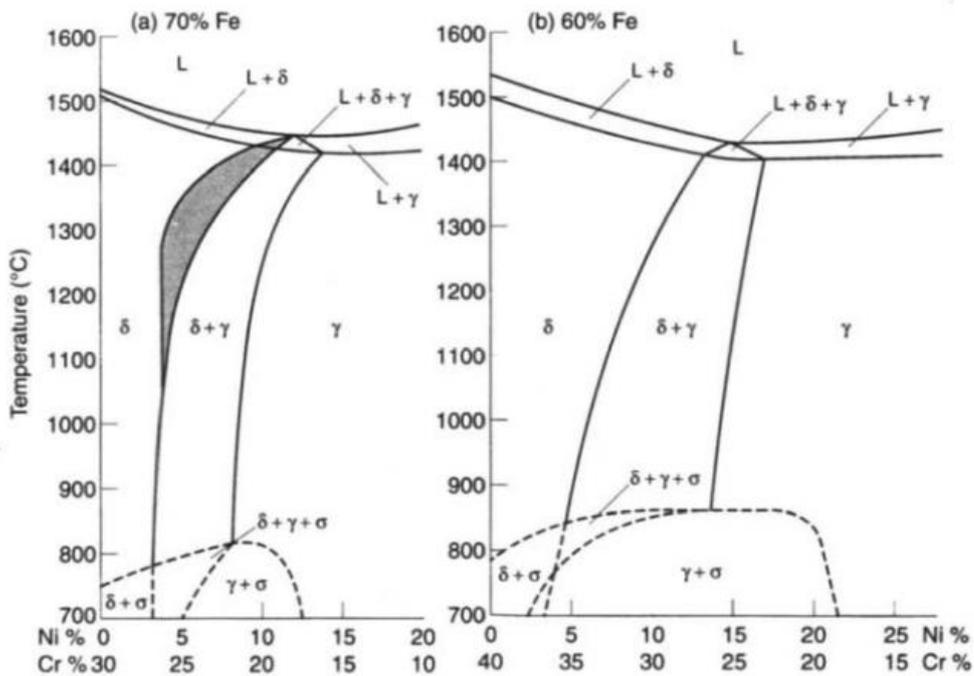


Figure 2 : coupe de diagramme de constitution ternaire Fe-Cr-Ni à 70% et 60 %Fe, (a) indique l'effet schématique de l'ajout d'azote.[13]