

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur

Université 8 mai 1945 Guelma

Faculté des Mathématiques et de l'Informatique et des Sciences de la Matière

Département des Sciences de la Matière

Mémoire de fin d'études

Master



Spécialité : Physique de la Matière Condensée

Présenté par :

Haddouche Kawther

Intitulé

La caractérisation d'un acier inoxydable duplex

Sous la Direction de :

Dr. Daoudi Mourad

Juin 2019

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Chapitre I : Généralités

1. Introduction.....	1-2
2. Les aciers	2-2
2.1 Acier au carbone	2-2
2.2 Acier inoxydable.....	2-3
3. Classification des aciers inoxydables.....	3-4
3.1 Aciers inoxydables ferritiques	3-5
3.2 Les aciers inoxydables martensitiques	3-5
3.3 Les aciers inoxydables austénitiques	3-5
3.4 Les aciers inoxydables duplex	3-6
3.4.1 Structure métallurgique et rôle des éléments d'alliages	3-6
3.4.1.1 Les éléments d'alliages.....	3-6
□ Éléments alphagènes.....	3-6
□ Éléments gammagènes	3-7
3.4.1.2 Autres éléments	3-7
4. La phase sigma.....	4-7
5. Traitements thermiques des aciers inoxydables.....	5-9
5.1 La trempe	5-9
5.2 Le revenu	5-10
5.3 Le recuit.....	5-10
5.4 Maturation	5-11
Références.....	13

Chapitre II: Procédures expérimentales

1. Introduction.....	14
----------------------	----

2. Matériau utilisé	14
7. Préparation des échantillons	14
7.1 Découpage des échantillons.....	14
7.2 Polissage mécanique.....	15
7.3 Polissage Electrolytique	16
8. Caractérisation métallographique	16
8.1 Microscopie optique	16
8.2 Diffraction des rayon x	17
8.2.1 Principe.....	17
8.2.2 Éléments composants le diffractomètre	18
9. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	19
9.1 Dispositif expérimental.....	20
Références.....	22

Chapitre III : Résultats et discussion

I. Introduction.....	5-23
10. Identification des phases :	2-23
10.1 Détermination des paramètres de maille	2-26
11. La caractérisation par microscope balayage (MEB).....	3-27
11.1 La caractérisation morphologique	3-27
11.2 La caractérisation chimique.....	3-31
Conclusion générale	33

Résumé

L'objectif de cette étude est la caractérisation microstructurale d'un acier inoxydable duplex AISI329. Cet acier a subi une préparation avant caractérisation qui a consisté en un polissage mécanique suivi par un autre électrolytique puis une caractérisation structurale par diffraction des rayons X (DRX) et enfin une caractérisation morphologique et chimique par microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse des résultats a montré que cet acier est constitué de deux phases qui sont : l'austénite γ et la ferrite α .

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو التوصيف المجهرى للفولاذ المقاوم للصدأ الاوستينييتي والفريتي AISI329 وقد خضع هذا الصلب لإعداد قبل التوصيف الذي يتكون من التلميع الميكانيكي يليه اخر كهربائيا ثم التوصيف الهيكلي بواسطة حيود الاشعة السينية x (DRX) وأخيرا التوصيف المورفولوجي والكيميائي عن طريق مسح المجهر الالكتروني (MEB). أظهر تحليل النتائج أن هذا الفولاذ يتكون من مرحلتين هما: الأوستنيت γ والفريت α .

Abstract

The objective of this study is the microstructural characterization of a stainless steel duplex AISI329. This steel has undergone a preparation before characterization which consisted of a mechanical polishing followed by another electrolytic and then a structural X-ray diffraction (XRD) characterization and finally morphological and chemical characterization by scanning electron microscopy (SEM). The analysis of the results showed that this steel consists of two phases which are: austenite γ and ferrite α .

Dédicace

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse,
leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,*

A mes chères sœurs : Razika et Leila

Pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,

A mon cher frère, Ghiheb pour leur appui et leur encouragement,

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours
universitaire,*

A mes amis,

*Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit
de votre soutien infaillible,*

Merci d'être toujours là pour moi.

Remerciement

*Tout d'abord, je remercie Dieu pour ma conciliation pour
terminer ce travail.*

*Je remercie tous les membres de ma famille pour leur soutien
financier et moral.*

*Je remercie les membres du laboratoire LM2S d'Annaba pour
m'avoir accueilli dans leur laboratoire, et m'avoir fourni les
matériaux d'étude*

*Je désire aussi remercier les membres de jury pour avoir accepté
d'être rapporteurs de ma thèse*

*Enfin je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de
loin à la réalisation de ce travail.*

Introduction générale

Les aciers duplex ont commencé à être utilisés aux environs des années 30 du siècle dernier. Ils ont été introduit afin de remédier à leur détérioration par corrosion, par la suite on a découvert qu'ils présentent aussi de bonnes propriétés physico-chimiques. Au fur et au mesure de leur utilisation, de nouvelles nuances ont vu le jour [1].

Les aciers inoxydables duplex ou austéno-ferritiques sont des alliages métalliques constitués principalement de fer et de carbone. Ils présentent des bonnes propriétés de résistance que les aciers inoxydables ferritiques et des hautes résistances mécaniques que des aciers austénitiques [1].

Le but de ce travail est de caractériser un acier inoxydable duplex AISI329.

Dans le premier chapitre, nous donnerons un aperçu sur les aciers inoxydables ainsi que certaines de leur propriétés et classification.

Au chapitre suivant on décrit les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation.

Le dernier chapitre est réservé aux résultats expérimentaux et leurs interprétations.

Ce travail est clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I :

Généralités



1. Introduction

Les aciers inoxydables, couramment appelés inox, jouent un grand rôle dans d'innombrables domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine, chirurgie, etc. Ce sont des aciers, alliages de fer et de carbone, auxquels on ajoute essentiellement du chrome qui, au-delà de 10,5 % en solution (selon la teneur en carbone) dans la matrice, provoque la formation d'une couche protectrice d'oxyde de chrome qui confère à ces aciers leur inoxydabilité [1].

D'autres éléments peuvent être ajoutés, notamment le nickel qui améliore les propriétés mécaniques en général et la ductilité en particulier, et d'autres éléments comme le molybdène ou le titane qui améliorent la stabilité de l'alliage pour des températures autres que l'ambiante ainsi que des éléments à hauts points de fusion comme le vanadium et le tungstène accompagné en général d'une augmentation de la teneur en chrome, pour obtenir la résistance aux hautes températures au contact d'une flamme (aciers réfractaires) [2].

Dans ce premier chapitre on va donner une vision générale sur les aciers inoxydable duplex, leurs propriétés et leur classification.

2. Les aciers

C'est un alliage composé de Fer-Carbone. Un alliage est une composition d'un métal avec un ou plusieurs éléments chimiques.

2.1 Acier au carbone

L'acier au carbone est un alliage contenant du carbone dont le principal composant d'alliage est le fer. Le carbone est entre 0,12 et 2,0 %, En générale les aciers contiennent en plus du fer et du carbone d'autres éléments d'alliages en faible quantité par rapport au fer [3].

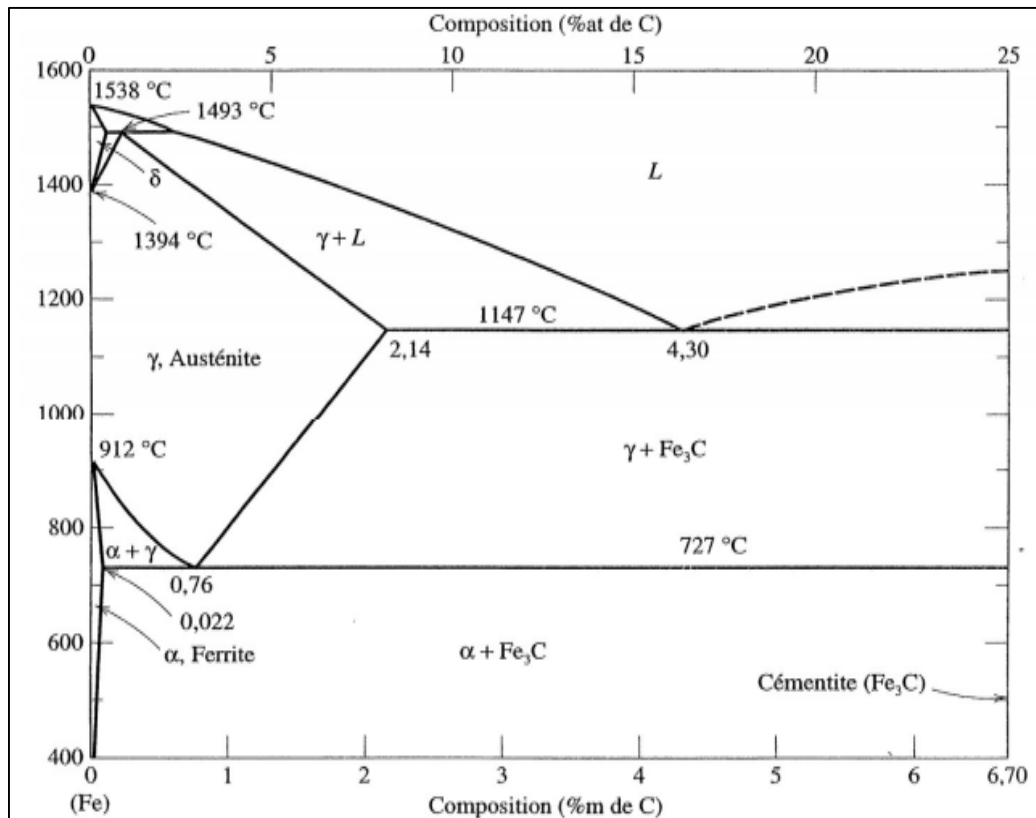


Figure I-1: Diagramme de phases Fe-C [4]

2.2 Acier inoxydable

L'acier inoxydable est un alliage qui contient plus de 50 % de fer, un minimum de 10,5 % de chrome et un maximum de 1,2 % de carbone [5] et d'autres métaux, dont la propriété est de ne pas être sensible à la corrosion et de ne pas se rouiller. La présence de chrome dans l'acier provoque la formation d'une couche protectrice d'oxyde de chrome qui lui confère son inoxydabilité [6]. D'autres composants peuvent être ajoutés, notamment le nickel qui améliore les propriétés mécaniques en général et la ductilité, ou encore le molybdène ou le titane qui améliorent la stabilité de l'alliage pour des températures autres qu'ambiante.

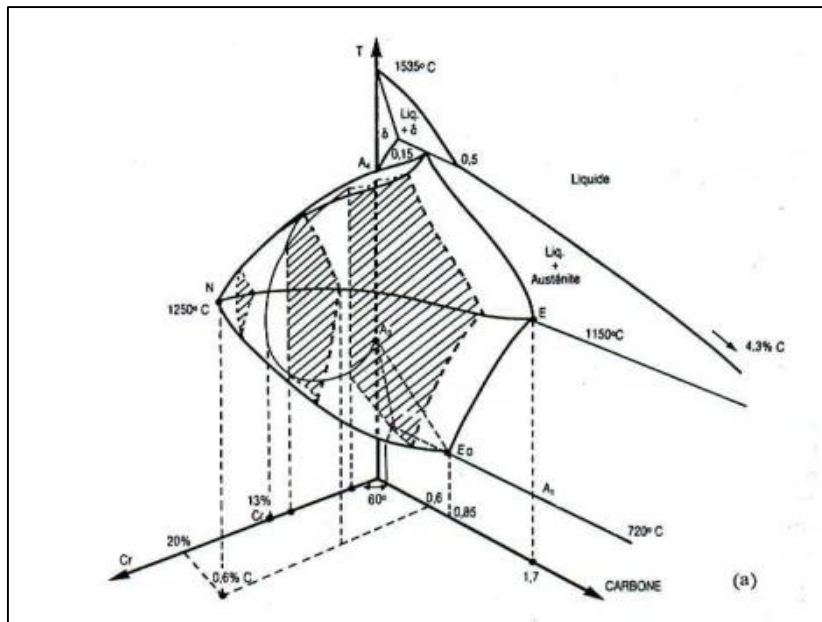


Figure I-2 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C [7]

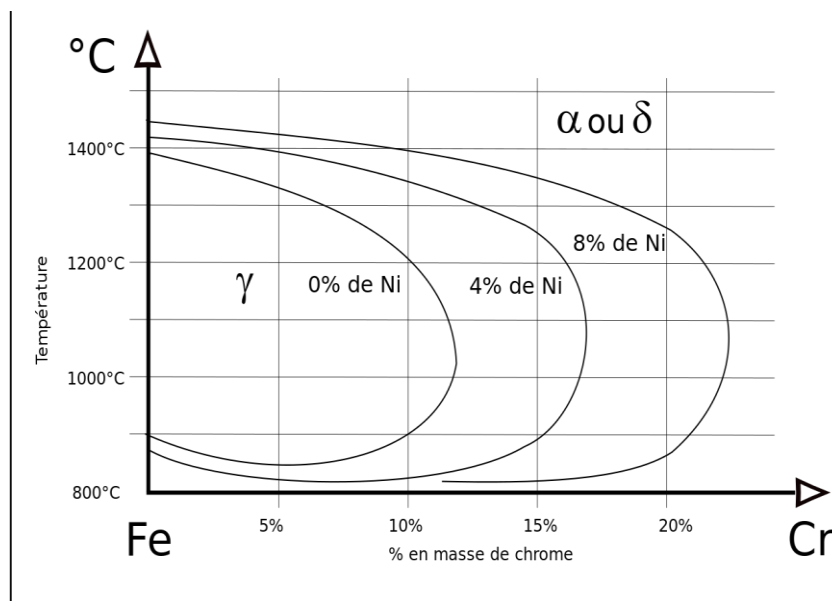


Figure I-3 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni [7]

3. Classification des aciers inoxydables

Il existe quatre classes d'aciers inoxydables :

3.1 Aciers inoxydables ferritiques

Ce sont des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Molybdène dont la teneur en chrome varie de 10,5 à 28 % et dont la teneur en carbone n'excède pas 0,08 % [8]. On parle alors d'aciers ferritiques à haute teneur en chrome ou encore d'aciers super-ferritiques [9]. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion mais des caractéristiques mécaniques faibles

Ils sont utilisés dans le domaine des ustensiles ménagers (cuillères, éviers...), dans le domaine alimentaire et en milieu très agressif (eau de mer) [10].

Exemples : X6Cr17, X6CrMo17-1, X3CrTi17*

3.2 Les aciers inoxydables martensitiques

La martensite (fer α') est une phase métastable des aciers, issue de la transformation sans diffusion de l'austénite γ [11].

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 [9]. Ils possèdent une structure martensitique (quadratique, notée α') obtenue après trempe rapide 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.

Ces aciers sont utilisés pour leur résistance mécanique élevée. Ils sont utilisés comme matériaux de construction, outillage à main, coutellerie [10].

Exemples : X20Cr13, X46Cr13, X29CrS13, N690Co

3.3 Les 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 [9].

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 [9].

* Désignation symbolique : X suivie de la teneur en carbone, suivie de la teneur des autres éléments, par ordre décroissant

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, 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 [9].

Même si leur teneur en carbone est relativement faible, ces aciers sont très sensibles à la corrosion inter-granulaire due à la précipitation de carbures [9].

Ils sont utilisés dans les domaines de l'agro-alimentaire, du nucléaire, du bâtiment, des transports, de l'industrie chimique, de l'électroménager, ... [10].

Exemples : X2CrNi18-9, X2CrNiMo17-12-2*

3.4 Les aciers inoxydables duplex

Les aciers austéno-ferritiques sont des mélanges biphasés ferrite et austénite et contiennent des teneurs en chrome, molybdène et azote relativement élevées. Ils sont obtenus par trempe depuis une structure mixte austénite-ferrite.

Les principales nuances contiennent 22 à 25 % de chrome et 4 à 7 % de nickel. Les incorporations de molybdène (3 ou 4 %) et d'azote (0,1 à 0,3 %) permettent de limiter les corrosions par piqûres et par crevasses.

Alliant les bonnes propriétés de résistance à la corrosion des aciers ferritiques et les hautes résistances mécaniques des aciers austénitiques, ces aciers sont utilisés dans des conditions relativement agressives : industries chimique, pétrolière et maritime. [10]

3.4.1 Structure métallurgique et rôle des éléments d'alliages

3.4.1.1 Les éléments d'alliages

- **Éléments alphas**

Les éléments alphas stabilisent la ferrite α au dépend de l'austénite γ . L'élément alpha principal est le chrome (Cr) à hautes teneurs ($> 8 \text{ m}^{**}$) [12].

Le chrome (Cr) : Élément de base de tous les aciers inoxydables qui offre la résistance à la corrosion par la formation d'un film passif en se combinant avec l'oxygène et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et la résistance à l'oxydation à chaud [9].

Lorsqu'il est associé avec le molybdène et le nickel, il confère de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 500°C [9].

- **Éléments gammagènes**

Les éléments gammagènes stabilisent l'austénite γ aux dépens de la ferrite α . Les éléments gammagènes principaux sont le carbone (C) et le nickel (Ni), ainsi que le chrome (Cr) à faibles teneurs (< 8 % m**) [12].

Le nickel (Ni) : Au-delà de 6 % à 8 %, sa présence se traduit par un effet gammagène et l'acier devient austénitique à toutes températures [13]. Il élargit ainsi le domaine d'existence de l'austénite. Il favorise la mise en œuvre par déformation plastique, améliore la résistance à la corrosion, en particulier la résistance à la corrosion sous tension, il affine le grain et améliore la ductilité [9].

Le nickel a une influence favorable sur la trempabilité, la résistance au choc et la ténacité des calamines.

3.4.1.2 Autres éléments

- **Le carbone (C) :** permet d'augmenter sa dureté et sa ténacité [1].
- **Le molybdène (Mo) :** augmente la température de surchauffe, la résistance à haute température et la résistance au fluage. Augmente la trempabilité [1].
- **Le manganèse (Mn) :** Augmente modérément la trempabilité [1].
- **L'azote (N) :** L'azote a de multiples effets sur les aciers inoxydables duplex du point de vue des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion [1].
- **Le silicium :** augmente la résistivité électrique. Améliore la résistance à l'oxydation de certains aciers réfractaires. Utilisé comme élément désoxydant [1].

4. La phase sigma

La précipitation de la phase sigma a été rapportée par plusieurs auteurs [14-17]. Cette phase est non magnétique, dure et fragilisante avec une structure tétragonale de 30 atomes par maille. (Avec le fer la phase sigma contient du Chrome et du Molybdène Fe -30% Cr- 4% Ni- 4à7% M qu'elle puise dans la matrice, provoquant ainsi une baisse de la résistance à la corrosion des systèmes Fe-Cr-Ni. De plus, cette phase qui se forme dans l'intervalle de température 650 et 1000 °C engendre une perte dramatique de la ténacité des aciers inoxydables. [14]

** %m : pourcentage massique

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 aux joints de grains.

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 phases γ/δ , mais elle peut aussi apparaître dans les joints de grains δ/δ et γ/γ . Après germination, cette phase croît sous différentes formes : plaquettes, forme eutectoïde*** lamellaire ($\sigma + \gamma_2$) 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 ($\sigma + \gamma_2$). Elle germe dans les interfaces δ/γ , puis croît à l'intérieur des grains ferritiques. Un schéma illustratif de la précipitation de cette phase est représenté par la Figure I-4 :

*** : Une transformation eutectoïde est une transformation de phase solide en phase solide qui se déroule à température constante.

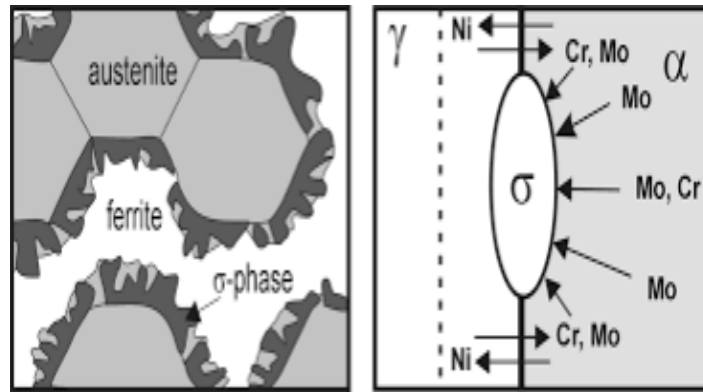


Figure I-4 : Description de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [8].

La formation de la phase σ , qui est riche en éléments α -gènes cause un appauvrissement des régions ferritique adjacentes en ces éléments conduisant ainsi à la transformation de cette ferrite en austénite secondaire.

5. Traitements thermiques des aciers inoxydables

Le traitement thermique est un moyen de modifier des caractéristiques mécaniques, la structure interne d'un acier, influençant les propriétés mécaniques et certaine propriétés physiques et chimiques.

5.1 La trempe

Elle consiste à chauffer l'acier à une température légèrement supérieure à la température de transformation et à refroidir celui-ci très rapidement. La trempe peut suivant la composition de l'acier s'effectuer à l'air, dans l'huile... [18].

Le but de la trempe est d'augmenter la dureté et la résistance de l'acier, ainsi que figer à froid la structure obtenue à haute température... [18].

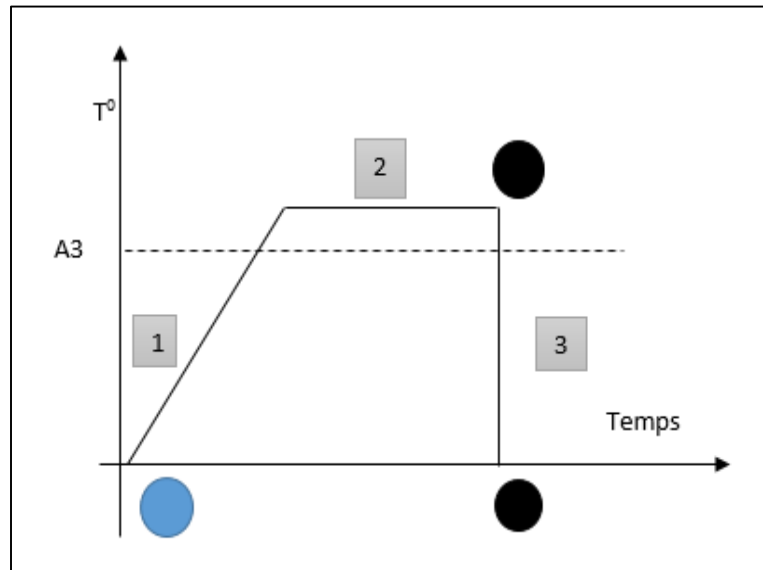


Figure I-5 : Trempe d'un acier inoxydable [19]

5.2 Le revenu

Il est nécessaire après une trempe. La méthode consiste à chauffer l'échantillon à une température inférieure à celle de la trempe, température déterminée en fonction du type de matériau, et de refroidir cet échantillon plus ou moins lentement dans le four [19].

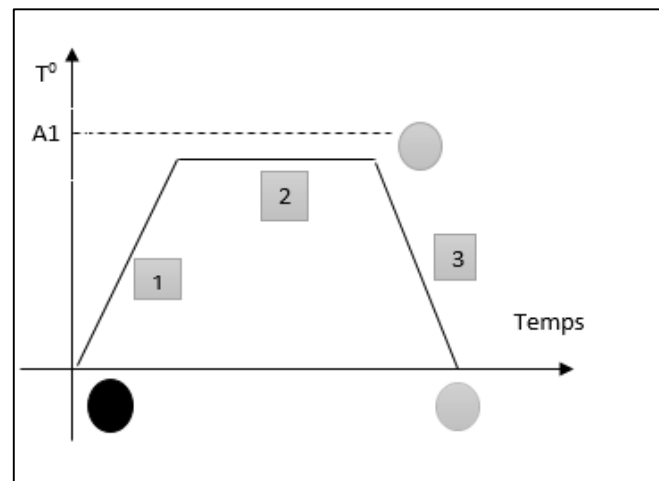


Figure I-6 : Revenu d'un acier inoxydable [19]

5.3 Le recuit

Le recuit est obtenu lors du chauffage d'un acier jusqu'à sa température de transformation la plus élevée et le laisser refroidir lentement [19].

Le recuit permet à l'acier de reprendre son état stable d'avant un traitement thermique ou mécanique [19].

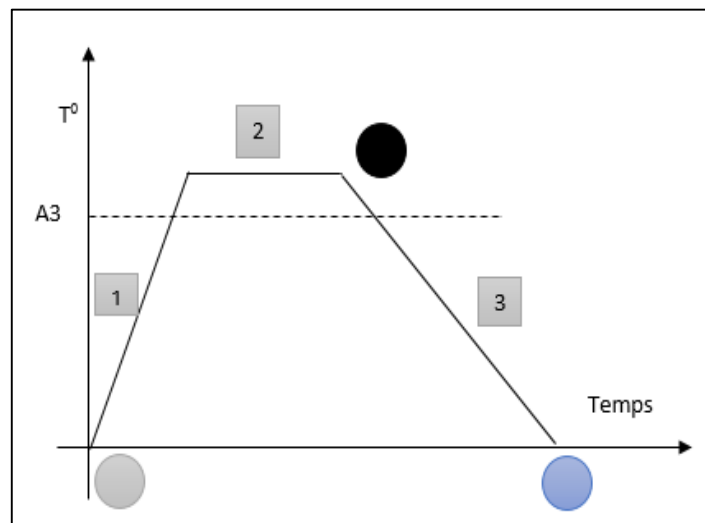


Figure I-7 : Recuit d'un acier [19]

5.4 Maturation

La maturation est un chauffage modéré de l'acier permettant de donner de la mobilité aux atomes et ainsi de créer des précipités dans l'acier dans le but de provoquer un durcissement structural sur des aciers à haute limite élastique ... [19]

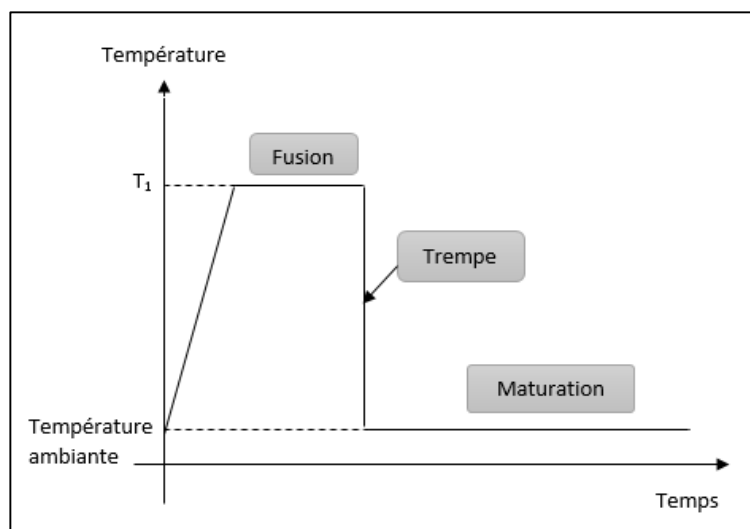


Figure I-8 : Maturation d'un acier inoxydable [20]

Références de chapitre 1

- [1] Gunn, R. N. Duplex Stainless Steels. Microstructure, Properties And Applications. Abington Publishing, Cambridge England, (2003).
- [2] Zh.L. Jiang, X.Y. Chen, H. Huang, Xy. Liu. Grain Refinement Of Cr25ni5mo1.5 Duplex Stainless Steel by Heat Treatment, Elsevier, 263-267,2003.
- [3] Site Web :<https://www.reliance-foundry.com/blog/carbon-steel-versus-stainless-steel#gref>.
- [4] Site Web :http://www.fast.u-psud.fr/~hattali/Cours/LaH_Amphi-3_Diagrammes%20d%27%C3%A9quilibre%20Alliages%20fer-carbone.pdf
- [5] M. Colombie, Aciers inoxydables, technique de l'ingénieur, m320a v1, 1991.
- [6] P. Soullignac, B. Bonnefois et E. Soutif, Chaudronnerie en aciers inoxydables, technique de l'ingénieur, bm6570 v1, 2007.
- [7] Mémoire de magistère : B. Khair-Eddine. Etude De La Précipitation De La Phase Sigma Et Des Carbures De Chrome Dans L'acier Inoxydable duplex, Ecole Nationale Polytechnique, Alger,2005,76
- [8] Mémoire de magister, O. Naima, comportement au vieillissement et à la restauration par traitement thermique de l'acier inoxydable austenoferritique saf 2205, université Saad Dahlab, Blida,2012,96.
- [9] C. Pierre-Jean : Acier inoxydable, Critère de choix et structure, Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques, Vol, MB4, dossier M4540, Paris (2000).
- [10] thèse de doctorat : J. Dudognon, étude des modifications structurales induites par implantation ionique dans les aciers austénitiques, université d'Orléans, Décembre 2006. 136939v1
- [11] Site web : http://www.metonorm.com/content/fr/Dossiers/82/Martensitique_Ferritique_Austénitique/
- [12] Site Web : http://micro.icaunais.free.fr/04_acier.pdf.
- [13] J. Varriot, Chaudronnerie en aciers inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, A 869,1-25.

[14] J.C. Lippold, S.D. Brandi, A.J. Ramirez. The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels, August 2003, 1575–1597.

[15] T.H. Chen., K.L. Weng, And J.R. Yang, “The Effect Of High Temperature Exposure On The Microstructural Stability And Toughness Property In A 2205 Duplex Stainless Steel”, Materials Science And Engineering, A 338, (2002). 259 – 270.

[16] K.W. Wong, C.H. Shek, W. Zhang, J.K.L. Lai. Sigma phase dissolution in duplex stainless steel at elevated temperature studied by thermal analysis. Materials letters 62 ,2008,3991-3994

[17] E. Vanderschaeve, R. Taillard et J. Foct. Etude des phénomènes de précipitation dans un acier austénitique à 19% de chrome et 19% de manganèse, et à très forte teneur en azote. Journal de physique IV. Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Volume 4, février 1994.

[18] Site web :<https://www.encyclopedie-quantum.com/sciences/chimie/traitement-thermique/>

[19] SiteWeb:<https://fr.scribd.com/presentation/290639597/Les-Traitements-Thermiques-Des-Aciers>

[20] SiteWeb :https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/8/8f/Cycle_TTh_Al.svg/800px-Cycle_TTh_Al.svg.png

Chapitre II :

Procédures expérimentales



1. Introduction

Dans cette partie nous présenterons les différentes étapes suivies dans notre travail ainsi que les techniques expérimentales d'observation et d'analyse utilisées. Nous avons utilisé la diffraction des rayons X pour la caractérisation structurale et la microscopie électronique à balayage (MEB) pour la caractérisation morphologique et chimique d'un acier inoxydable duplex.

2. Matériau utilisé

Le matériau utilisé dans cette étude est un acier inoxydable duplex AISI329 sa composition chimique est représenté dans le tableau II.1 :

Tableau II-1 : La composition chimique de notre matériau

Elément	Cr	Ni	Mo	N	Fe	C	Mn	Si
% en masse	24.60	5.40	1.40	0,072	bal	0.036	1.73	0.34

3. Préparation des échantillons

3.1 Découpage des échantillons

On commence par découper le matériau en utilisant une micro-tronçonneuse type " Metkon" (fig. II-1) pour avoir un échantillon de dimension 1x1.5x2 (fig. II-2).

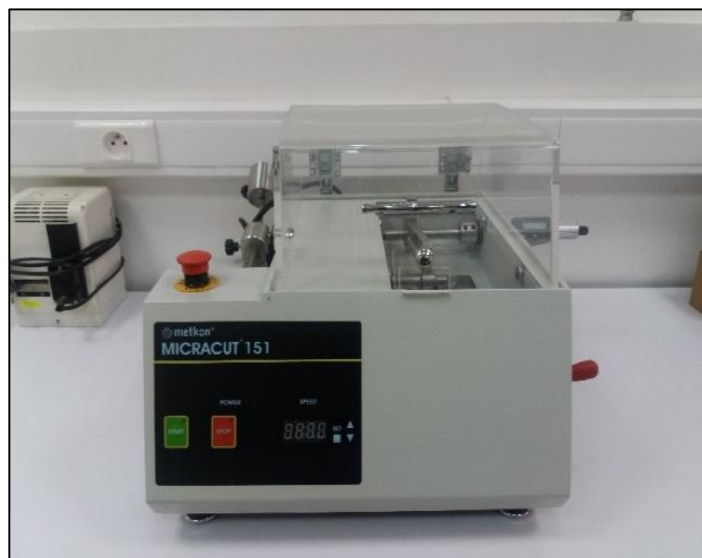


Figure II-1: La micro-tronçonneuse utilisée

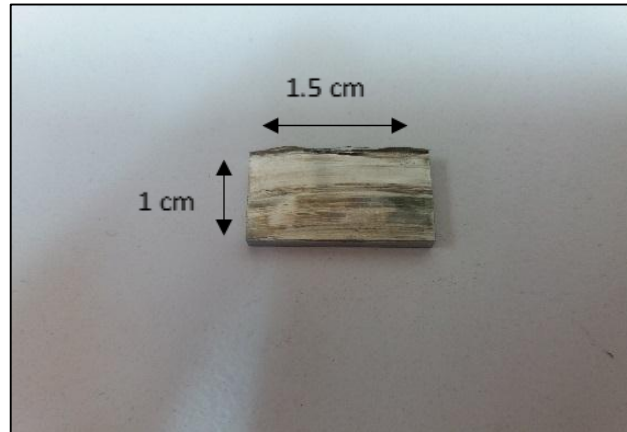


Figure II-2 : Echantillon découpé

3.2 Polissage mécanique

Pour une bonne observation la surface de l'échantillon doit être plane et brillante d'une façon à ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen micrographique. L'échantillon est poli à l'aide d'un papier abrasif de granulométrie 800 sous un jet d'eau pour éviter la transformation thermique et donner l'aspect mémoire aux échantillons (fig. II-3).



Figure II-3 : La polisseuse utilisée

3.3 Polissage Electrolytique

Habituellement effectué sur l'acier inoxydable, le polissage électrolytique est un procédé qui utilise le courant électrique et un bain électrolytique pour supprimer les irrégularités (rayures, traces, entailles, etc...). En supprimant une fine couche de matériau à la surface de la pièce, l'électro-polissage permet de dissoudre les atomes métalliques en surface. Le principe d'électro-polissage consiste à plonger la pièce en tant qu'anode dans un bain électrolytique. On parle d'ébavurage électrochimique [1].

Pour notre échantillon on utilise une solution chimique qui contient 240 ml d'acide acétique glacial (CH_3COOH) et 15 ml d'acide perchlorique (HClO_4). Le procédé électrolytique a été réalisé avec un courant variant avec l'aire de l'échantillon et une tension de 15V pendant quelques secondes (fig. II-4).

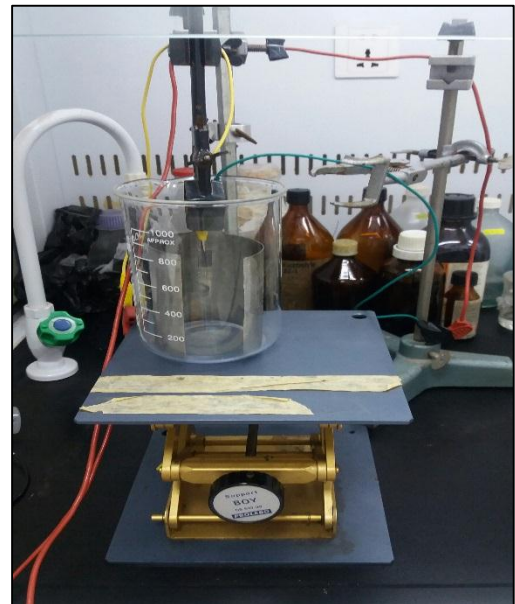


Figure II-4 : Dispositif expérimental utilisé pour effectuer le polissage électrolytique

4. Caractérisation métallographique

4.1 Microscopie optique

Le microscope optique, utilisé dans notre travail, nous permet de vérifier l'aspect de la surface de notre échantillon avant caractérisation (fig. II-5)



Figure II-5 : Microscope optique

4.2 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Cette méthode appliquée dans les milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, ...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement des atomes constitutifs de façon périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels.

Les domaines d'application de la diffraction par Rayon X sont très variés et peuvent concerner aussi la recherche (valider un nouveau matériau, une réaction chimique ou physique, ...), l'industrie (contrôle qualité d'un produit) ...etc.

4.2.1 Principe

Les faisceaux de Rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe (diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intracristallins). La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg [2] :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \dots \dots (II.1)$$

Avec : λ : longueur d'onde du faisceau incident.

n : ordre de diffraction.

d : distance inter réticulaire entre les plans diffractant de la famille considérée.

θ : angle d'incidence des rayons X sur la famille de plans considérés (angle de Bragg).

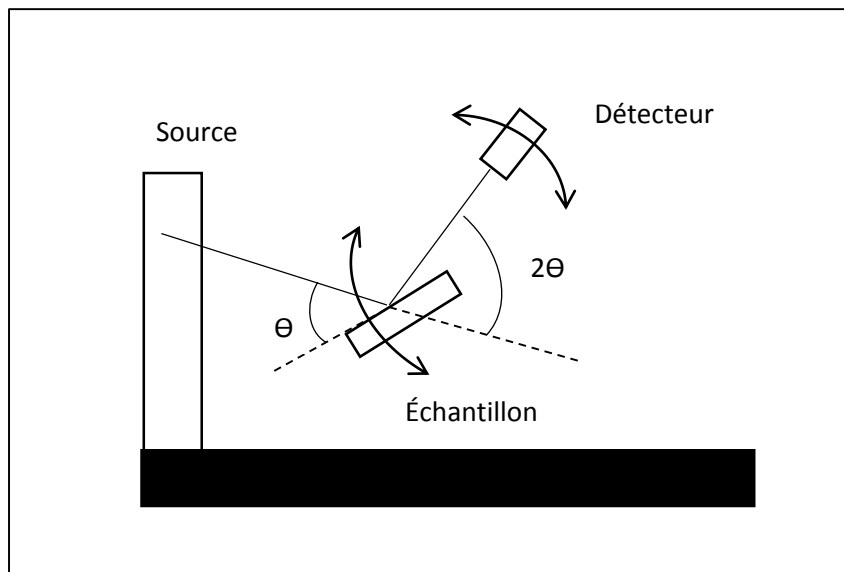


Figure II-6 : Principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg [2]

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.

4.2.2 Éléments composants le diffractomètre

Le diffractomètre est installé dans un "box" anti-vibration et avec des vitres bloquant les rayons X (éventuellement envoyés en dehors du détecteur).

Le diffractomètre est composé des trois éléments principaux :

- **La source des rayons x** : il se compose d'un filament et de deux électrodes (la cathode et l'anode) confinées dans une enceinte sous vide. Lorsqu'il est chauffé, le filament libère des électrons. Sous l'effet d'une différence de potentiel (appliquée entre les deux

électrodes) les électrons sont accélérés vers l'anode. Il en résulte des collisions à grande vitesse avec des transferts d'énergie à l'anode qui restitue une partie de cette énergie sous forme de rayons X.

- **Un détecteur** : permettant de rassembler les rayons diffractés par l'échantillon.
 - **Le goniomètre** : est un système mécanique utilisé pour tourner le support du détecteur avec l'échantillon autour d'un même axe horizontal, d'une manière à ce que si l'angle de rotation de l'échantillon est de θ , celui du détecteur sera 2θ .
- Les diffractogrammes ont été relevés sur un diffractomètre à RX de type panAlytical, utilisant le raie $K\alpha$ du cobalt ($\lambda=1.7890100 \text{ \AA}$).

5. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie utilisant les diverses interactions électrons-matière [3]. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser et il se passe certaines



Figure II-7 : Le diffractomètre à RX utilisé

interactions. Un détecteur capte des paramètres liés à ces interactions et fait correspondre à chaque pixel d'un écran le signal qu'il obtient pour un point donné de l'échantillon. Sur l'écran apparaît donc une « carte » d'informations sur un paramètre de l'échantillon.

Le Microscope Electronique à Balayage est un instrument complexe qui nécessite un apprentissage long et précis. Il faut de l'expérience pour être à l'aise avec et surtout pour être efficace dans son utilisation car il faut pouvoir « jouer » avec de nombreux paramètres en même temps (distance de focalisation, netteté, taille de sonde, tension d'accélération, astigmatisme, position du filament...). On peut aussi noter, bien que l'on ne soit pas directement concerné, que son prix élevé à l'achat et que la maintenance est relativement coûteuse. Cependant, le MEB est un formidable instrument d'analyse, aussi bien en topographie qu'en composition. Cette efficacité fait qu'il est souvent utilisé dans les laboratoires d'analyse de recherches ou dans les laboratoires industriels [4].

5.1 Dispositif expérimental

Dans notre travail, nous avons utilisés un microscope électronique à balayage de type Tescan. Un microscope électronique à balayage est constitué des éléments suivants :

❖ **Une colonne électronique** : contient :

- Un canon à électrons,
- Plusieurs lentilles électromagnétiques (« condenseurs »),
- Un certain nombre de bobines électriques
- Un dispositif de balayage électronique du faisceau.

Cette colonne est maintenue sous vide à un niveau minimal de 10^{-3} Pa.

- ❖ **Une chambre « objet »** : où faire entrer l'échantillon (soit directement soit par l'intermédiaire d'un sas).
- ❖ **Un ensemble de détecteurs** qui permet de rassembler toutes les rayons électroniques et électromagnétiques sorties par la cible
- ❖ **Un système de visualisation** des images et d'exploitation des informations en provenance de l'échantillon.
- ❖ **Un ensemble de pilotage et de contrôle informatique**, généralement de type compatible PC, l'imagerie étant numérique.



Figure II-8 : Le microscope électronique à balayage

Références de Chapitre II

[1] Site Web : <https://www.filafixations.com/prestations/traitement-de-surface/polissage.html>

[2] Site Web : <https://liec.univ-lorraine.fr/content/fiche-diffraction-rayons-x>

[3] Site Web :

http://cristallographie.free.fr/?title=Analyse_au_Microscope_%C3%89lectronique_%C3%_Balayage_%28MEB%29.

[4] H. Paqueton, J. Rusto, Microscopie électronique-principe et équipement , technique de l'ingénieur , p865V2, 2006

Chapitre III :

Résultats et Discussion

1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter les différents résultats obtenus que nous allons discuter.

2. Identification des phases :

Les diffractogrammes que nous avons obtenus en utilisant la raie $K\alpha$ du cobalt ($\lambda=1.7890100$ Å) ont été décortiqués (fig.III-1). Le diffractogramme a révélé 6 pics.

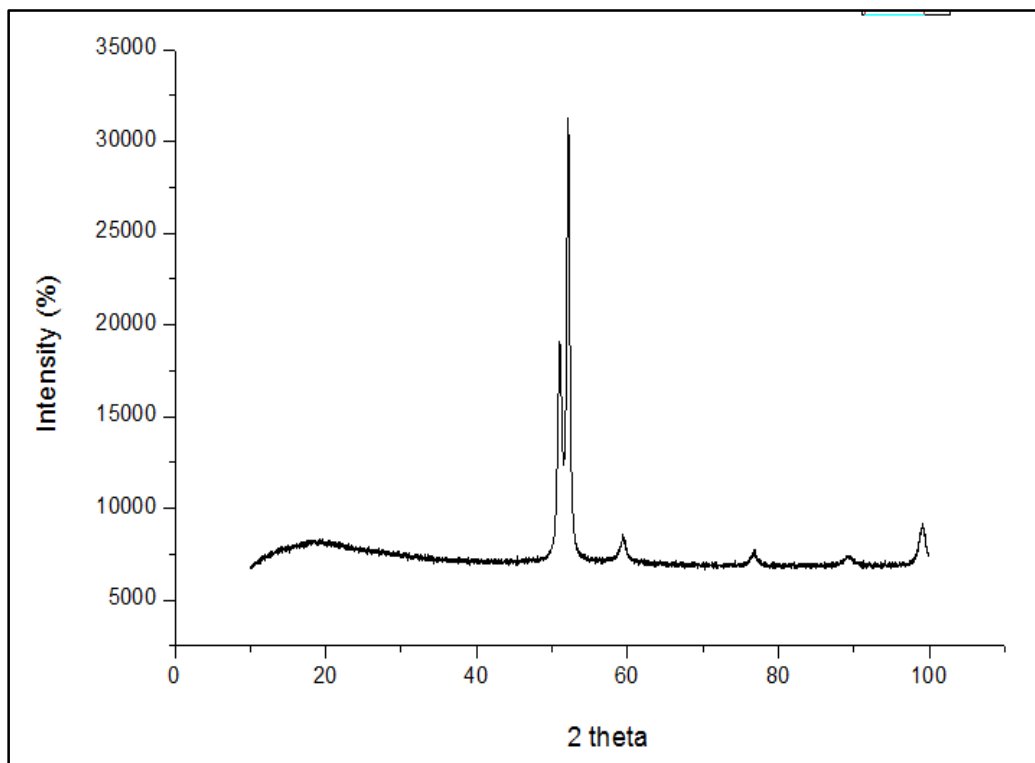


Figure III-1 : Diffractogramme obtenu

D'après la littérature, rappelée au premier chapitre, notre alliage est constitué de deux phases. La première est une phase ferritique alors que la deuxième est austénitique. Ces six pics obtenus correspondent donc à ces deux phases.

A partir de la relation de Bragg on obtient la relation suivante :

$$\Delta d = d \times \frac{\Delta\theta}{\theta} \dots \dots \dots (3.2)$$

Les résultats du calcul des d_{hkl} correspondants aux pics obtenus est présenté sur le tableau III-1 :

Tableau III-1 : Les différentes distances interréticulaires (d_{hkl})

Les pics	$2\theta^\circ$	θ°	d	$d_{(hkl)}$	Δd
pic 1	51,08	25,54	2,07	(111)	0.0008
pic 2	52,22	26,11	0,75	(110)	0.0003
Pic 3	59,37	29,69	1,80	(200)	0.0005
Pic 4	76,85	38,43	1,43	(200)	0.0004
Pic 5	89,09	44,55	1,27	(220)	0.0003
Pic 6	98,91	49,46	1,17	(211)	0.0002

- ❖ Les angles ont été mesurés avec une incertitude de $0,01^\circ$ et Les d_{hkl} ont été mesurés avec une incertitude de 0.0025.

Tenant compte des données cristallographiques ; les deux phases sont cubiques à corps centré (C.C.C) et cubique à face centrés (C.F.C). Tenant compte de la relation lient le paramètre de maille et la distance réticulaire d'une structure cubique lors de la réflexion (équation III-1) :

$$a = d_{hkl} \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \dots \dots (III-3)$$

Tenant compte de la somme des carrés des indices de Miller (tableau III-2), on peut calculer les rapports des distances réticulaires, voire tableau III-3 :

Tableau III-2: La somme des carrés des indices de Miller

structure	C.C.C	C.F.C
$N=(h^2+k^2+l^2)$	2	3
	4	4
	6	8

Tableau III-3 : Rapport des $d_{(hkl)}$

Structure	C.C	C.F.C
d_1/d_2	1.41	1.15
d_2/d_3	1.22	1.41

En tenant compte des résultats obtenus au tableau III-3 et faisant les rapports des d_{hkl} obtenus à partir de la relation de Bragg (Tableau III-1), on peut affecter les pics pour chaque phase dans les tableau III-4 et III-5 :

Tableau III-4 : les différentes distances interréticulaires (d_{hkl}) de l'austénite.

Les pics	$2\theta^\circ$	θ°	d	$d_{(hkl)}$
pic 1	51,08	25,54	2,07	(111)
Pic 3	59,37	29,69	1,80	(200)
Pic 5	89,09	44,55	1,27	(220)

Tableau III-5 : les différentes distances interréticulaires (d_{hkl}) de la ferrite.

Les pics	$2\theta^\circ$	θ°	d	$d_{(hkl)}$
pic 2	52,22	26,11	0,75	(110)
Pic 4	76,85	38,43	1,43	(200)
Pic 6	98,91	49,46	1,17	(211)

L'indentification des pics relatifs à chaque phase est présentée à la figure III-2 :

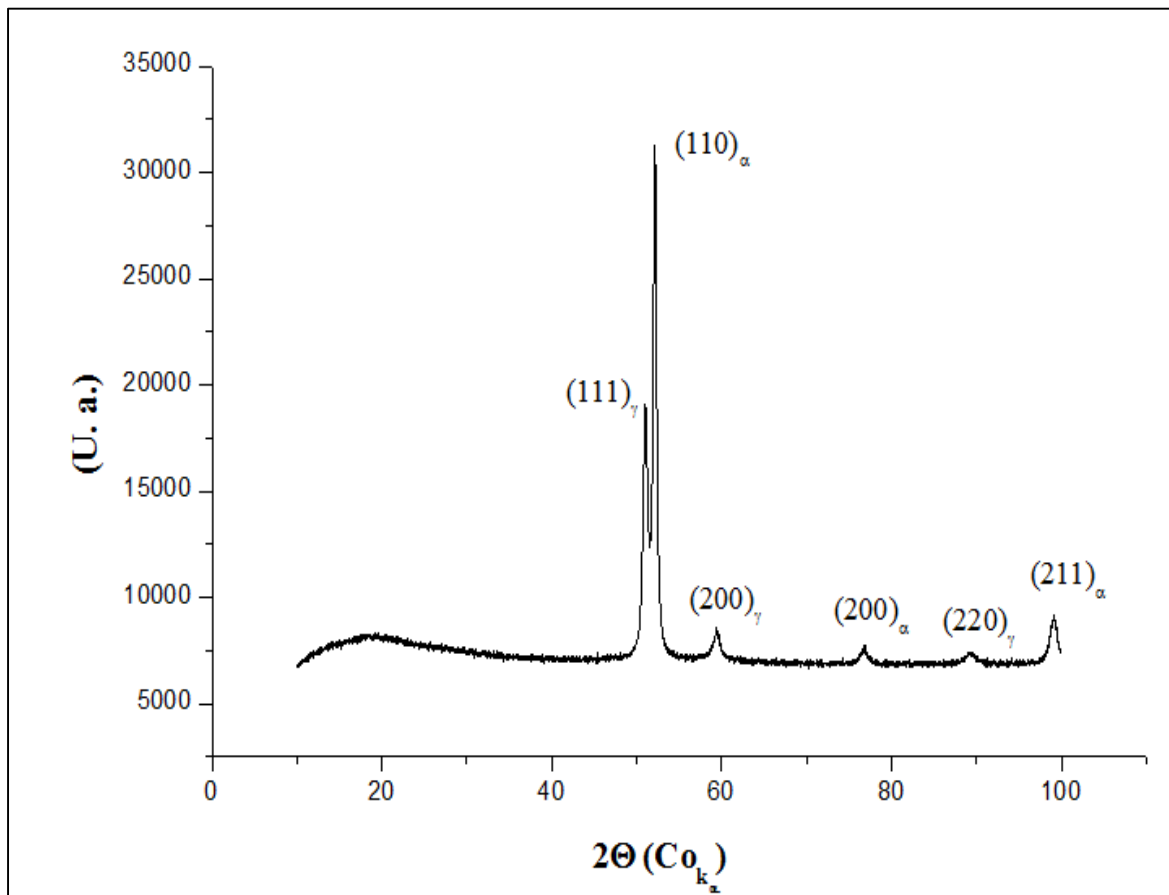


Figure III-2: Identification du diffractogramme

2.1 Détermination des paramètres de maille

On calcule le paramètre de maille des deux phases, on obtient pour la phase ferritique $a_{\alpha}=2.87\text{\AA}$, et pour la phase austénitique $a_{\gamma}=3.59\text{\AA}$.

3. La caractérisation par microscope balayage (MEB)

La caractérisation par microscope à balayage nous permet d'avoir une idée sur la morphologie et les constituants chimiques de notre alliage.

3.1 La caractérisation morphologique

La caractérisation morphologique par le microscope à balayage (MEB) se fait par un électron secondaire. Pour notre alliage on observe deux contrastes probablement deux phases distinctes, l'une clair et l'autre sombre. Nous remarquons qu'on a une structure type granulaire. La figure III-3. Il est évident que nous sommes en présence de la formation d'une phase granulaire plus claire au BSE (fig.III-3 : a et b). Au MEB et en tenant compte de l'interaction rayonnement-matière, les plages claires reflètent généralement une zone de densité plus importante que celles des zones sombres.

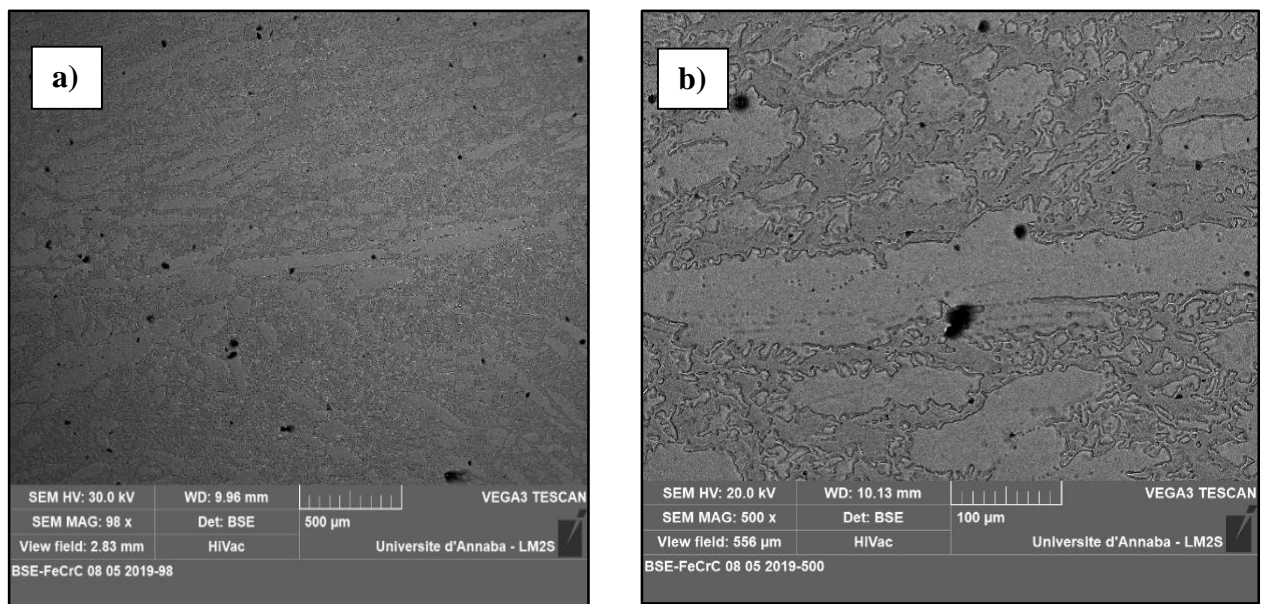


Figure III-3: Morphologie MEB de l'acier inoxydable duplex avant une attaque chimique, (a)x100, (b)x1k

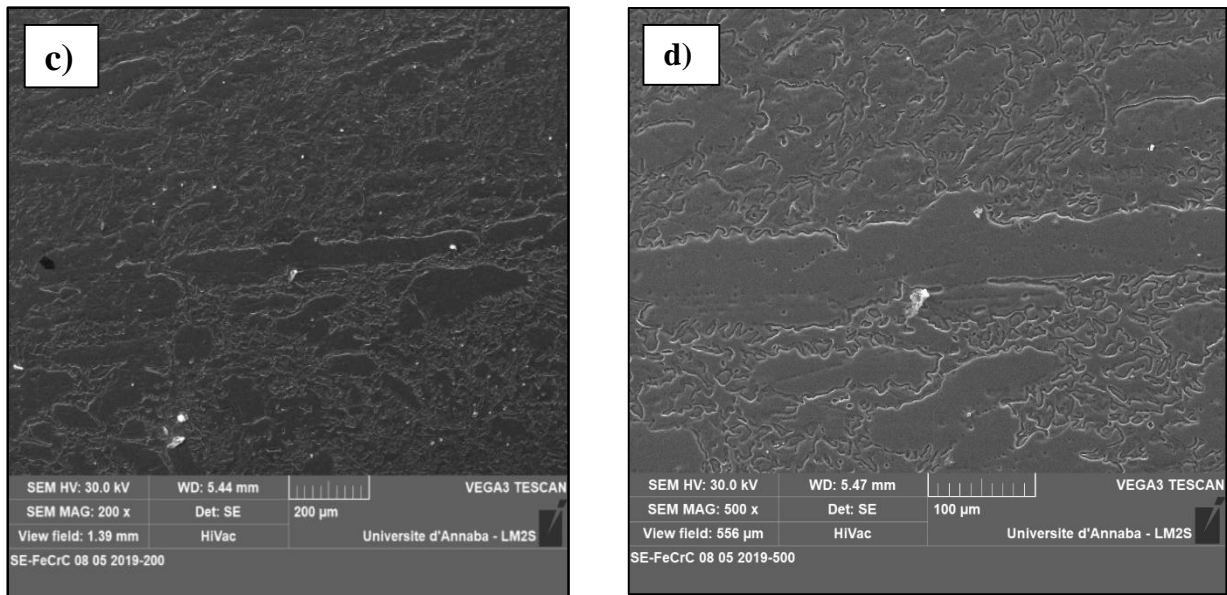


Figure III-4 : Morphologie MEB de l'acier inoxydable duplex avant une attaque chimique, (c) x200, (d) x500

L'utilisation d'un réactif, réactif de Catella dans notre cas a pour objectif de bien révéler les joints de grains. Le réactif de Catella a la constitution suivante :

- Acide picrique 1.5g.
- Acide chlorhydrique 10c.c
- Acide acétique 6c.c
- Alcool éthylique 100c.c

Les images MEB obtenues après attaque de Catella sont plus contrastées et la morphologie est plus évidente (fig :III-5).

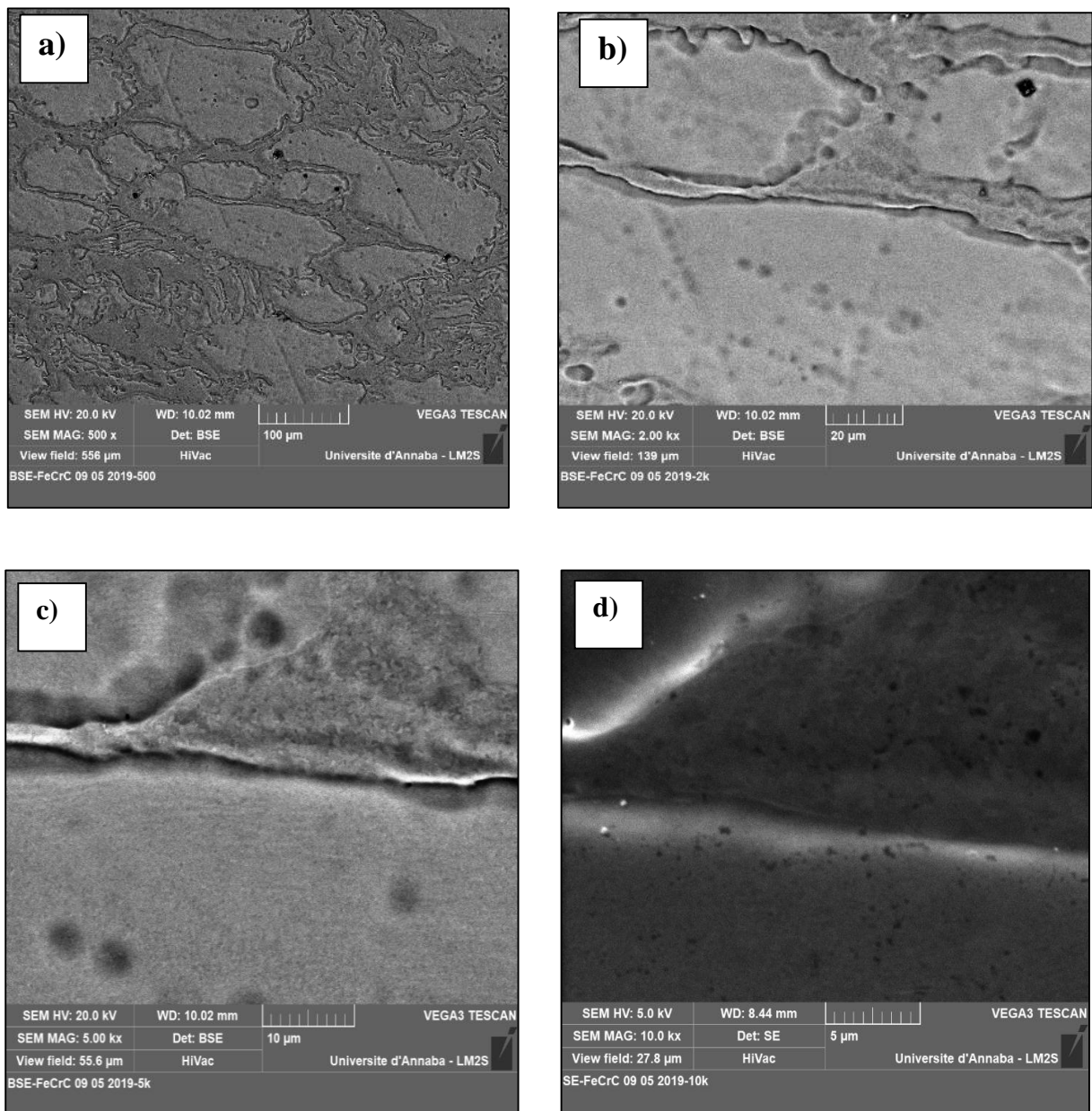


Figure III-5: Morphologie MEB de l'acier inoxydable duplex après l'attaque chimique

a) x500, b) x2k, c) 5k, d) x10k

Le diagramme de phase présenté dans la figure III- 6 constitue un outil essentiel dans l'étude et la description de l'équilibre des phases des aciers inoxydables. Lorsqu'on refroidit la solution liquide avec une concentration de chrome 22 à 25% on observe une formation d'une phase solide Fer α . lorsqu' on atteint La température de 1400 C°, le solide α forme une nouvelle phase solide Fer γ limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle γ ».

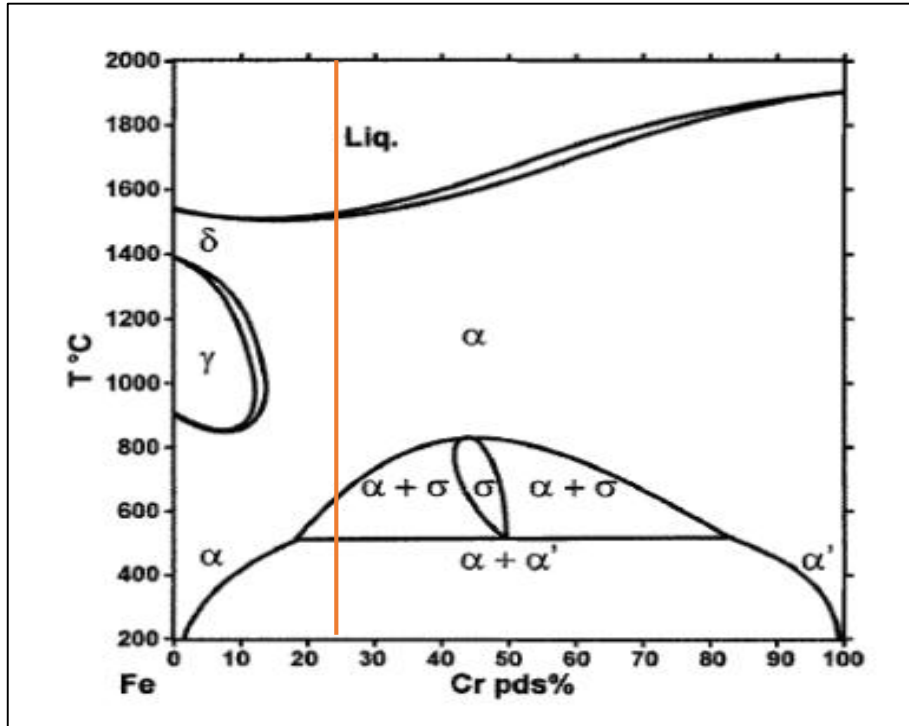


Figure III-6: diagramme de phase Fr-Cr

• **Densité des phases :**

Le calcul des densités des phases nous aidera à différencier au MEB les deux phases ; l'austénite et la ferrite.

$$\rho = \left(\frac{(Z.M)}{(N.V)} \right) \dots \dots \dots \text{(III-4)}$$

- N : nombre d'Avogadro
- M : masse atomique
- V : volume de la maille
- Z : nombre atomique

On a obtenu les résultats suivants :

Fer α (ferrite) : 7 874 kg/m³ ; fer γ (austénite) : 8 679 kg/m³

Donc l'austénite est plus dense que la ferrite, ce qui a comme conséquence d'observer au MEB l'austénite plus claire que la ferrite qui sera sombre

D'après la caractérisation morphologique et le diagramme de phases Fr-Cr, on peut avancer l'idée que les zones claires sont de l'austénite et les zones sombres sont de la ferrite.

3.2 La caractérisation chimique

La caractérisation chimique en microscopie à balayage (MEB) se fait en mode électron rétrodiffusé. Tout en utilisant l'analyse dispersive en énergie (Energy Dispersive Spectroscopy-EDS). Ceci est possible pour des microscopes équipés par des détecteur EDS, comme c'est le cas de l'appareil que nous avons utilisé. La figure III-5 b et III-5 c montre l'emplacement des analyses ponctuelles les points A et B.

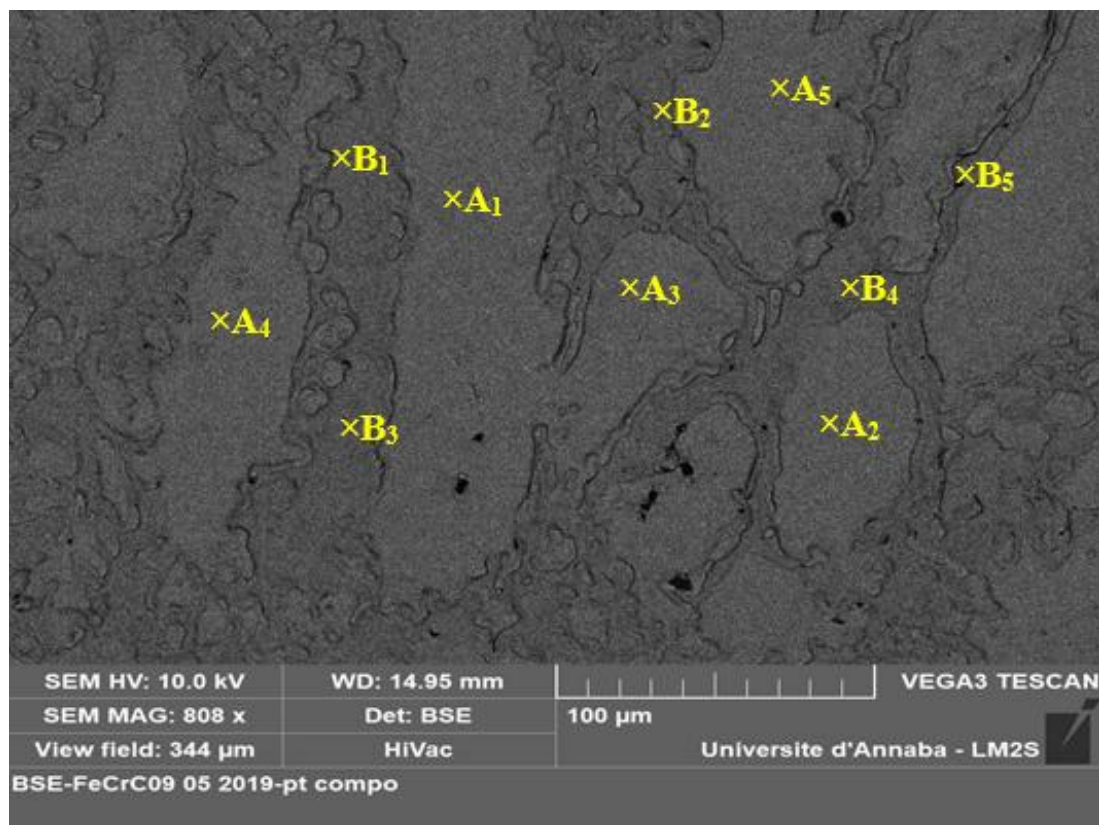


Figure III-7 : caractérisation chimique de l'échantillon

Les résultats de l'analyse chimique sont présentés dans le tableau III-6 :

Tableau III-6 : Résultats de la caractérisation chimique

éléments	Le point A	Le point B
Fe	66.9	65.0
Cr	19.1	22.1
C	2.8	2.4
Ni	7.1	4.3
Mo	1.4	2.7
Mn	1.7	1.7
Si	0.4	0.5
Cu	0.6	0.5
O	0.2	0.4
S	0.1	0.0
Co		0.7
Zn		0.2

On remarque que le point A est plus riche en carbone et en nickel par rapport au point B. Les éléments comme le Carbone et le Nickel sont des éléments gammagènes (voir chapitre I).

Ceci nous donne donc la confirmation que la zone claire est de l'austénite alors que la sombre est de la ferrite.

Conclusion générale

La caractérisation structurale micrographique et chimique ont révélé une microstructure typique aux aciers inoxydables duplex et montre clairement les deux phases, la ferrite α et l'austénite γ . Nous remarquons une structure en bande constituée de grains d'austénite sous forme de plages isolées à l'intérieur d'une matrice ferritique.

Liste des figures

Figure I-1: Diagramme de phases Fe-C [4]	2-3
Figure I-2 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C [7].....	2-4
Figure I-3 : Coupes de diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni [7].....	2-4
Figure I-4 : Description de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [8].	4-9
Figure I 5-: Trempe d'un acier inoxydable [19].....	5-10
Figure I-6 : Revenu d'un acier inoxydable [19].....	5-10
Figure I-7 : Recuit d'un acier [19]	5-11
Figure I-8 : Maturation d'un acier inoxydable [20]	5-11
Figure II-1: La micro-tronçonneuse utilisée	14
Figure II-2 : Echantillon découpé	15
Figure II-3 : La polisseuse utilisée.....	15
Figure II-4 : Dispositif expérimental utilisé pour effectuer le polissage électrolytique	16
Figure II -5 : Microscope optique	17
Figure II-6: Principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg [2]	18
Figure II-7: Le diffractomètre à RX utilisé.....	19
Figure II-8 : Le microscope électronique à balayage	21
Figure III-1: Diffractogramme obtenu.....	2-23
Figure III-2: Identification du diffractogramme	2-26
Figure III-3: Morphologie MEB de l'acier inoxydable duplex avant une attaque chimique, (a)x100, (b)x1k.....	3-27
Figure III-4: Morphologie MEB de l'acier inoxydable duplex avant une attaque chimique, (c) x200, (d) x500	3-28
Figure III-5 : Morphologie MEB de l'acier inoxydable duplex après l'attaque chimique a) x500, b) x2k, c)5k, d) x10k	3-29
Figure III-6: Diagramme de phase Fr-Cr.....	3-30
Figure III-7 : Caractérisation chimique de l'échantillon	3-31

Liste des Tableaux

Tableau II-1 : La composition chimique de notre matériau.....	14
Tableau III-1 : Les différentes distances interréticulaires $d_{(hkl)}$	2-24
Tableau III-2 : La somme des carrés des indices de Miller	24
Tableau III-3 : Rapport des $d_{(hkl)}$	2-25
Tableau III-4 : Les différentes distances interréticulaires (d_{hkl}) de l'austénite.	2-25
Tableau III-5 : Les différentes distances interréticulaires (d_{hkl}) de la ferrite.	2-25
Tableau III-6 : Résultats de la caractérisation chimique	32
