

N° d'ordre : 2928



# Thèse

Présentée à

**L'UNIVERSITÉ  
DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE**  
Ecole Doctorale des Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement  
UFR de PHYSIQUE

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR**  
Discipline : Sciences des Matériaux

par

**Karen MASSOL**  
Ingénieur de l'Ecole Universitaire D'Ingénieurs de Lille

## **INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE ET DE L'ENVIRONNEMENT SUR LE COMPORTEMENT EN FATIGUE D'ACIERS INOXYDABLES DUPLEX ALLIES A L'AZOTE**

Soutenue publiquement le 1<sup>er</sup> mars 2001 devant la commission d'examen :

P. HEMERY	Professeur à l'Université de Paris VI	Président
G. SAINDRANAN	Professeur à l'I.S.I.T.E.M.	Rapporteur
J. STOLARZ	Chargé de Recherche à l'E.N.S.M.S.E.	Rapporteur
G. GOTTSTEIN	Professeur à l'Université d'Aix la Chapelle	Examineur
L. COUDREUSE	Ingénieur Usinor Industeel	Examineur
J. FOCT	Professeur à l'Université de Lille 1	Co-directeur de thèse
J.-B. VOGT	Professeur à l'E.N.S.C.L.	Directeur de thèse

## RÉSUMÉ

Les effets bénéfiques de l'azote sur les propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion, désormais reconnus sur les aciers inoxydables austénitiques, ont suscité un engouement pour le développement d'aciers inoxydables biphasés austéno – ferritiques (communément appelés aciers duplex) à forte teneur en azote dont l'intérêt réside dans les plus faibles quantités d'éléments d'alliage de coût élevé.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier le comportement en fatigue oligocyclique de nouvelles nuances d'aciers duplex et de déterminer la microstructure conférant les meilleures propriétés.

Des essais de fatigue oligocyclique effectués à l'air sur deux aciers duplex, dont la teneur en azote est de 0.24% et 0.4% et dont les proportions de phases sont respectivement de 50% $\alpha$ /50% $\gamma$  et 30% $\alpha$ /70% $\gamma$ , ont conclu à une dépendance du comportement des matériaux en fonction du niveau de déformation. Les observations des éprouvettes en microscopie en balayage ont montré que, pour les faibles amplitudes, la déformation plastique est essentiellement localisée dans l'austénite. Au delà d'une certaine déformation, les deux phases accommodent de manière interactive cette déformation plastique.

La présence d'un milieu corrosif entraîne une diminution générale des durées de vie des matériaux, sauf pour l'acier contenant 0.4% d'azote qui se montre moins sensible. De même, un vieillissement de 200 heures à 475°C réduit considérablement les durées de vie de l'acier à 0.24% d'azote alors que la résistance du deuxième alliage n'est pratiquement pas modifiée.

Quelles que soient les conditions, les réductions de durées de vie ont systématiquement été attribuées au comportement de la phase ferritique. Elaborer ces nuances d'aciers duplex à 0.4% d'azote favorise des structures à 70% d'austénite et conduit à un comportement en fatigue oligocyclique intéressant.

---

**Mots Clés :** Aciers inoxydables, aciers austéno – ferritiques, duplex, azote, fatigue oligocyclique, corrosion, vieillissement à 475°C

---

Discipline : Sciences des Matériaux

Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux  
UMR CNRS 8517  
Université des Sciences et Technologies de Lille  
59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

# TABLE DES MATIÈRES

<b>NOMENCLATURE</b>	<b>9</b>
<b>INTRODUCTION</b>	<b>13</b>
<b>CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	<b>17</b>
<b>I.1 MISE EN SITUATION</b>	<b>21</b>
<b>I.2 LES ACIERS DUPLEX – GÉNÉRALITÉS</b>	<b>26</b>
<b>I.2.1 HISTORIQUE</b>	<b>26</b>
<b>I.2.1 ELABORATION ET PRODUITS FINIS</b>	<b>26</b>
<b>I.2.2 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES</b>	<b>31</b>
I.2.2.1 Propriétés monotones	31
I.2.2.2 Propriétés de fatigue	32
<b>I.2.3 PROPRIÉTÉS DE CORROSION</b>	<b>34</b>
<b>I.3 LES PARAMETRES FRAGILISANTS</b>	<b>35</b>
<b>1.3.1 LES BASSES TEMPÉRATURES</b>	<b>35</b>
<b>I.3.2 LA PRÉCIPITATION</b>	<b>36</b>
<b>I.3.3 LES PROBLÈMES DE CORROSION</b>	<b>39</b>
I.3.3.1 Corrosion intergranulaire	40
I.3.3.2 Corrosion par piqûre	42
I.3.3.3 Corrosion caverneuse	43
I.3.3.4 Fragilisation par l'hydrogène	44
<b>I.4 LE ROLE DE L'AZOTE</b>	<b>45</b>
<b>I.4.1 L'AZOTE DANS LA FERRITE</b>	<b>47</b>
<b>I.4.2 L'AZOTE DANS L'AUSTÉNITE</b>	<b>47</b>
I.4.2.1 Effet sur les propriétés mécaniques	48
I.4.2.2 Effet sur les propriétés de corrosion	51
<b>I.4.3 L'AZOTE DANS LES AUSTÉNO – FERRITIQUES</b>	<b>52</b>
<b>I.5 CONCLUSIONS</b>	<b>55</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I</b>	<b>56</b>

---

<b>CHAPITRE II :</b>	
<b>ETUDE DU COMPORTEMENT EN FATIGUE D'UN ACIER DUPLEX A</b>	
<b>0.24% D'AZOTE</b>	<b>63</b>
<b>II.1 MATERIAU</b>	<b>67</b>
<b>II.1.1 CHOIX DU MATÉRIAU ET ÉLABORATION</b>	<b>67</b>
<b>II.1.2 CARACTÉRISATION RÉALISÉE SUR SITE</b>	<b>68</b>
II.1.2.1 Propriétés de corrosion	68
II.1.2.2 Propriétés mécaniques monotones	69
<b>II.1.3 CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE</b>	<b>71</b>
II.1.3.1 Microstructure et composition chimique	71
II.1.3.2 Dureté	73
II.1.3.2.a Dureté sous « forte » charge	73
II.1.3.2.b Microdureté	74
<b>II.2 ENDOMMAGEMENT MECANIQUE CYCLIQUE</b>	<b>76</b>
<b>II.2.1 DESCRIPTION D'UN ESSAI DE FATIGUE</b>	<b>76</b>
II.2.1.1 Eprouvette et montage	76
II.2.1.2 Essais de fatigue à l'air	78
<b>II.2.2 TABLEAU DE RÉSULTATS</b>	<b>80</b>
<b>II.2.3 ACCOMMODATION CYCLIQUE</b>	<b>80</b>
<b>II.2.4 ECROUISSAGE CYCLIQUE</b>	<b>82</b>
<b>II.2.5 RÉSISTANCE À LA FATIGUE</b>	<b>85</b>
<b>II.2.6 CONCLUSIONS</b>	<b>87</b>
<b>II.3 ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT MICROSCOPIQUE</b>	<b>87</b>
<b>II.3.1 PLASTICITÉ DE SURFACE</b>	<b>87</b>
II.3.1.1 Méthode expérimentale	87
II.3.1.2 Observations au microscope	88
<b>II.3.2 ETUDE DE L'AMORÇAGE DES FISSURES</b>	<b>91</b>
II.3.2.1 Méthode expérimentale	91
II.3.2.2 Observations aux microscopes	91
<b>II.3.3 CONCLUSIONS</b>	<b>96</b>
<b>II.4 CONCLUSIONS</b>	<b>97</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II</b>	<b>98</b>

---

<b>CHAPITRE III :</b>	
<b>INFLUENCE DES PARAMETRES ENVIRONNEMENTAUX ET</b>	
<b>MICROSTRUCTURAUX</b>	<b>99</b>
<hr/>	
<b>III.1 INTRODUCTION</b>	<b>103</b>
<b>III.2 INFLUENCE D'UN MILIEU CORROSIF</b>	<b>103</b>
<b>III.2.1 INTRODUCTION</b>	<b>103</b>
<b>III.2.2 CARACTÉRISATION ÉLECTROCHIMIQUE DU MATÉRIAU</b>	<b>103</b>
<b>III.2.3 DESCRIPTIF DE L'ESSAI DE FATIGUE – CORROSION (CF. ANNEXE 4)</b>	<b>105</b>
<b>III.2.4 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES</b>	<b>106</b>
III.2.4.1 Tableau de résultats	106
III.2.4.2 Accommodation cyclique	107
III.2.4.3 Ecrouissage cyclique	107
III.2.4.4 Résistance à la fatigue	108
III.2.4.5 Conclusions	109
<b>III.2.5 ETUDE DE L'ENDOMMAGEMENT MICROSCOPIQUE</b>	<b>110</b>
III.2.5.1 Plasticité de surface	110
III.2.5.2 Etude de l'amorçage des fissures	111
III.2.5.3 Conclusions	114
<b>III.2.6 CONCLUSIONS</b>	<b>115</b>
<b>III.3 INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE</b>	<b>116</b>
<b>III.3.1 INFLUENCE DE LA FRACTION VOLUMIQUE FERRITE / AUSTÉNITE</b>	<b>116</b>
III.3.1.1 Introduction	116
III.3.1.1.a Matériau	116
III.3.1.1.b Caractérisations réalisées sur site	118
III.3.1.2 Propriétés mécaniques	120
III.3.1.2.a Tableau de résultats	120
III.3.1.2.b Accommodation cyclique	121
III.3.1.2.c Ecrouissage cyclique	122
III.3.1.2.d Résistance à la fatigue	123
III.3.1.2.e Conclusions	124
III.3.1.3 Etude de l'endommagement microscopique	125
III.3.1.3.a Plasticité de surface	125
III.3.1.3.b Etude de l'amorçage des fissures	125
III.3.1.4 Conclusions	130
<b>III.3.2 INFLUENCE D'UN VIEILLISSEMENT</b>	<b>131</b>
III.3.2.1 Etude préliminaire	131
III.3.2.1.a Effet de la vitesse de refroidissement	133
III.3.2.1.b Effet d'un vieillissement	136
III.3.2.2 Propriétés mécaniques	141
III.3.2.2.a Tableaux de résultats	141

III.3.2.2.b Accommodation cyclique _____	142
III.3.2.2.c Ecrouissage cyclique _____	143
III.3.2.2.d Résistance à la fatigue _____	143
III.3.2.2.e Conclusions _____	145
III.3.2.3 Etude de l'endommagement microscopique _____	146
III.3.2.3.a Essai à 2% de déformation : fractographie _____	146
III.3.2.3.b Essai à 0.9% de déformation : fractographie _____	147
III.3.2.3.c Plasticité de surface _____	148
III.3.2.3.d Etude de l'amorçage des fissures _____	150
III.3.2.4 Conclusions _____	153
<b>III.4 INTERACTIONS ENTRE PARAMETRES _____</b>	<b>154</b>
<b>III.4.1 INTERACTIONS MILIEU CORROSIF / PROPORTION DE PHASES _____</b>	<b>154</b>
<b>III.4.2 INTERACTIONS VIEILLISSEMENT / PROPORTION DE PHASES _____</b>	<b>155</b>
<b>III.4.3 CONCLUSIONS _____</b>	<b>161</b>
<b>III.5 CONCLUSIONS _____</b>	<b>161</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III _____</b>	<b>162</b>
<b>CHAPITRE IV :</b>	
<b>DETERMINATION DU ROLE INDIVIDUEL DES PHASES EN</b>	
<b>FONCTION DE LEUR ETAT MICROSTRUCTURAL _____</b>	
	<b>163</b>
<b>IV.1 DISCUSSION _____</b>	<b>167</b>
<b>IV.1.1 INTRODUCTION _____</b>	<b>167</b>
<b>IV.1.2 ESSAIS À L'AIR SUR MATÉRIAUX HYPERTREMPÉS _____</b>	<b>168</b>
<b>IV.1.3 ESSAIS EN MILIEU CORROSIF _____</b>	<b>171</b>
<b>IV.1.4 ESSAIS À L'AIR SUR MATÉRIAUX VIEILLIS _____</b>	<b>173</b>
<b>IV.2 CONCLUSIONS _____</b>	<b>178</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV _____</b>	<b>185</b>
 <b>CONCLUSION GENERALE _____</b>	 <b>187</b>
 <b>ANNEXES _____</b>	 <b>193</b>

Jusqu'à une période relativement récente, lors d'une utilisation en milieux sévères, le choix se portait généralement sur des aciers inoxydables austénitiques dont les plus connus sont les aciers de type Z2 CND 17-12 (AISI 316L). Ils présentent, en comparaison avec les nuances ferritiques, des propriétés de résistance à la corrosion élevées qui s'accompagnent malheureusement de caractéristiques mécaniques plus faibles (telles que la limite d'élasticité ou la contrainte à rupture par exemple). C'est pourquoi les ingénieurs ont redoublé d'efforts pour obtenir des matériaux répondant à la fois aux critères de résistance mécanique et de tenue à la corrosion mais aussi pour essayer de diminuer leur prix de revient.

Depuis la « découverte » d'une nouvelle famille d'aciers, les aciers biphasés constitués à la fois de ferrite et d'austénite, il s'avère que le choix des nuances austénitiques n'est plus forcément très judicieux. Même s'il a fallu attendre quelques décennies supplémentaires et l'apparition de techniques nouvelles pour maîtriser l'élaboration de ce genre d'aciers de manière plus facile et surtout plus fiable, et pour les utiliser de manière plus intensive, leurs propriétés, et en particulier leur résistance face à la corrosion, s'avèrent être tout à fait comparables !, comme la montre la figure 1 où sont représentées les températures critiques de piqûration et caverneuse d'aciers austénitiques et duplex.

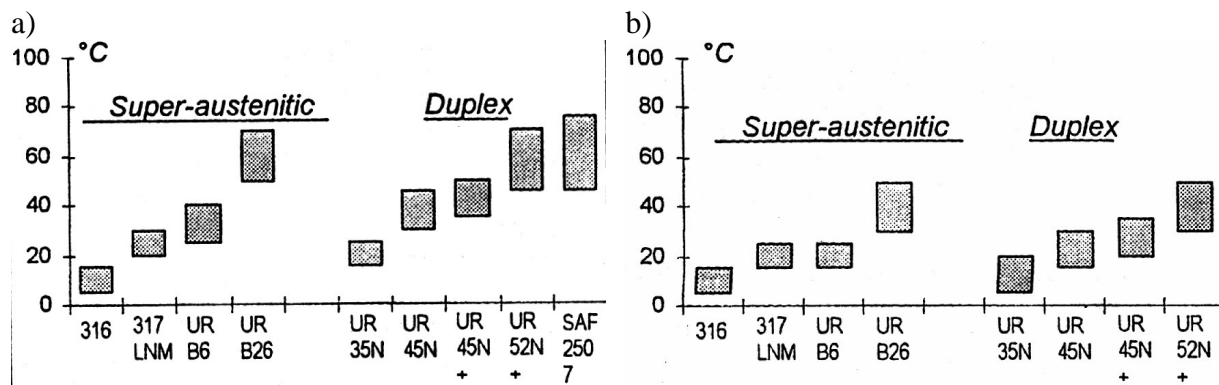


Figure 1 : a) Test ASTM G48A de piqûration dans une solution de  $\text{FeCl}_3$  à 6%

b) Test ASTM G78 de cavernation dans une solution de  $\text{FeCl}_3$  à 6%

Figure 1 : a) Test ASTM G48A pitting in a 6%  $\text{FeCl}_3$  solution

b) Test ASTM G78 Crevice in a 6%  $\text{FeCl}_3$  solution

Grâce au développement de nouvelles nuances (les superduplex), il paraît assez évident que ce type d'aciers est tout aussi performant que les meilleurs aciers austénitiques (appelés superausténitiques).

Cette étude, réalisée au sein du Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux à Lille, s'inscrit dans le cadre d'un contrat européen CECA dont le titre est « Development of Nitrogen Duplex Stainless Steels with Optimised Microstructure and Texture by Improvement of the Forming Process » (Références 7210-MA/133,134,323,324). Les différents partenaires relatifs à ce travail sont l'Université Rheinisch – Westfälische Technische Hochschule à Aix La Chapelle (Allemagne), les sociétés Creusot Loire Industries (France) et Böhler Edelstahl GmbH (Autriche).

Ce contrat a pour objet de comprendre les liens entre les additions d'azote, les proportions de phases et la microstructure finale du matériau. La partie impliquant plus particulièrement notre laboratoire à Lille est consacrée aux essais mécaniques, et plus spécialement aux problèmes de résistance à la fatigue.

Ce manuscrit va donc rassembler différents résultats obtenus dans le cadre de notre contribution au projet ainsi que les conclusions que l'on en a tiré. Il comporte quatre chapitres dont le contenu est le suivant :

- L'étude bibliographique qui sera faite dans le premier chapitre nous permettra tout d'abord de comprendre l'intérêt d'une telle étude par rapport à ce qui a déjà été réalisé sur le sujet en abordant les différents thèmes relatifs au travail.
- Le chapitre II, par une étude complète d'un acier duplex à 0.24% d'azote, nous donnera une solide base de données et nous servira de référence pour la suite du manuscrit et pour sa compréhension.
- L'influence de paramètres externes ou internes au matériau tels que l'environnement ou la microstructure sera abordée dans le chapitre III. Une étude systématique du comportement mécanique et de l'endommagement surfacique des matériaux sera également effectuée dans ce chapitre.
- Enfin, le chapitre IV est consacré à la discussion de tous les résultats expérimentaux obtenus et exposés dans les deux chapitres précédents.

Pour finir, une conclusion générale cherche à donner une vision globale des résultats obtenus lors de cette étude.



Grâce à des propriétés mécaniques et une capacité de résistance à la corrosion très attrayantes, la place des aciers inoxydables duplex dans de nombreux domaines pour lesquels le milieu environnant est souvent agressif (tels que les industries chimiques, pétrolières, papetières, navales, etc...) est devenue très importante depuis la fin des années 1980. Toutefois, il s'avère que l'utilisation de ce type d'aciers reste parfois limitée car les mécanismes décrivant leur comportement sont parfois mal connus car relativement complexes.

Le développement de nouvelles techniques d'élaboration, qui a entraîné la possibilité d'un contrôle rigoureux de la composition chimique, a permis de créer de nouvelles nuances à forte teneur en azote. En effet, cet élément chimique ayant amélioré les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques, réputés pour avoir de bonnes propriétés de corrosion mais étant limités du point de vue de la résistance mécanique, des efforts de recherches et développements ont été consacrés à l'étude de ses effets dans les aciers duplex avec l'espoir d'avancées significatives. Depuis, il est montré que les aciers duplex à l'azote présente à la fois de meilleures propriétés mécaniques (augmentation de la limite d'élasticité par exemple) et de résistance à la corrosion (contre la corrosion localisée en particulier). De plus, l'addition d'azote permet une diminution de la quantité de nickel grâce à son pouvoir gammagène ce qui conduit à des aciers inoxydables austéno – ferritiques « bon marchés » qui se révèlent être de très sérieux concurrents pour les nuances austénitiques.

Dans ce travail, nous nous sommes attachés à éclaircir les mécanismes gérant le comportement en fatigue d'aciers duplex à l'azote en identifiant en particulier le rôle des deux phases austénite et ferrite. Des conditions spécifiques d'essais correspondant à des environnements « agressifs » ou à des utilisations sévères (fragilisation à 475°C) ont été étudiées.

L'étude du comportement en fatigue oligocyclique à l'air d'un acier inoxydable duplex contenant 0.24% d'azote aux proportions de phases équivalentes a conduit aux conclusions principales suivantes :

- le matériau présente un comportement de durcissement – adoucissement lors d'une sollicitation cyclique dont la durée et l'amplitude dépendent du niveau de déformation
- la déformation plastique est localisée **soit** majoritairement dans l'austénite avec quelques zones de ferrite endommagées pour les déformations inférieures à 1% **soit** dans les deux phases pour les déformations supérieures
- l'amorçage des fissures se produit exclusivement dans l'austénite à bas niveaux de déformation alors qu'il s'effectue dans la ferrite pour les hauts niveaux de déformation. Amorçage et propagation des fissures se font de manière transgranulaire.

Le même acier testé dans des conditions de fatigue – corrosion a montré une forte sensibilité au milieu (solution aqueuse de chlorure de sodium) : diminution des durées de vie du matériau d'un facteur 2 par rapport aux celles obtenues à l'air. Ceci est dû à un endommagement précoce et plus prononcé de la phase ferritique qui subit principalement l'effet néfaste du milieu.

Nous avons également cherché à comprendre l'effet d'un vieillissement à 475°C sur ce matériau. Il s'est avéré que ce traitement engendre une forte augmentation des niveaux de contraintes qui s'accompagne malheureusement d'une diminution catastrophique de la résistance à la fatigue spécialement pour des sollicitations élevées. Bien que l'effet soit moins important pour des déformations plus faibles, il reste tout de même pénalisant. Ces diminutions de durées de vie sont directement liées au durcissement prononcé de la phase ferritique causé par le traitement thermique qui entraîne une fragilisation importante de la phase.

L'augmentation de la teneur en azote jusqu'à 0.4% entraîne une plus grande stabilité de la phase austénitique ce qui conduit à un acier ne contenant plus qu'environ 30% de ferrite. Les niveaux de contrainte atteints sont alors plus importants grâce au durcissement par solution solide de l'austénite. Malgré cela, l'azote facilitant le glissement planaire des dislocations dans l'austénite conduit à un adoucissement cyclique du matériau également plus important. Cet adoucissement de la phase austénitique entraîne une diminution de sa capacité à accommoder la déformation plastique qui provoque un transfert de charge sur la ferrite qui se produit plus tôt que dans le matériau de référence à 50% de ferrite. Ceci se retrouve lors de

l'étude de l'endommagement surfacique et la localisation des bandes de glissement où des systèmes d'extrusions – intrusions dans la ferrite se forment même pour les niveaux de déformation plastique les plus faibles. Toutefois, l'azote en modifiant les proportions de phases  $\alpha$  et  $\gamma$  ne conduit qu'à une teneur en azote dans l'austénite à peine supérieure. Ceci n'entraîne pas d'adoucissement trop sévère et limite les conséquences négatives. De manière cohérente avec cette remarque, les résultats de fatigue à l'air ont montré que malgré l'augmentation des niveaux de contrainte, les durées de vie de l'acier duplex à forte teneur en azote restaient équivalentes à celles du matériau de référence.

La diminution de la quantité de ferrite au sein du matériau biphasé a entraîné des effets bénéfiques sur son comportement en milieu corrosif mais également lorsqu'il a subi un vieillissement à 475°C. En effet, dans les deux cas de figure, la diminution de la quantité de phase rendant plus fragile le matériau permet une réduction de la vitesse de propagation de l'endommagement, comme par exemple celle des fissures.

Pour conclure ce travail, il semblerait donc qu'un acier inoxydable duplex dont la quantité de ferrite a été limitée à environ 30% du volume total soit le plus adapté pour un bon comportement mécanique en fatigue dans des conditions spéciales d'utilisation (corrosion, vieillissement). De plus, un léger maintien dans des gammes de températures proches de 475°C permettrait d'assurer des niveaux de contrainte plus élevés malgré l'adoucissement cyclique mis en évidence.