

# Étude des changements de phases dans un acier inoxydable 316Nb par diffraction de neutrons

W. JOLLY - C. TOFFOLON-MASCLET - B. MARINI / CEA – Saclay

J.-M. JOUBERT / Institut de chimie et des matériaux Paris-Est (ICMPE), UMR 7182 CNRS – Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne, Thiais

F. PORCHER - G. ANDRÉ / Laboratoire Léon-Brillouin, UMR 12 CNRS – CEA, Gif-sur-Yvette

F. CORTIAL / DCNS Research, Centre d'expertise des structures et matériaux navals (CESMAN), La Montagne

P. PETIT / Aubert&Duval, Usine des Ancizes, Les Ancizes

S. RINGEVAL / CEA – Valduc

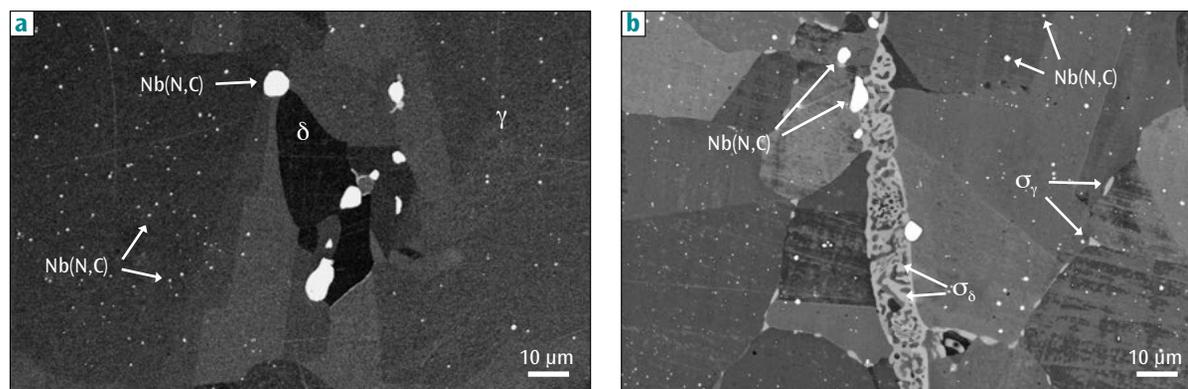
La technique de diffraction *in situ* de neutrons a été utilisée pour identifier les phases présentes dans un acier inoxydable 316 stabilisé au niobium et pour quantifier l'évolution de leur fraction massique pendant un maintien à 900 °C [1]. Ce type d'analyse, couplé à des simulations ThermoCalc et à des caractérisations métallurgiques, permet d'avoir accès aux cinétiques d'apparition de la phase sigma, phase nocive vis-à-vis des propriétés mécaniques du matériau et de sa résistance à la corrosion, et de contribuer à la validation des gammes de fabrication.

Les aciers inoxydables austénitiques, notamment ceux de la famille des 316, sont très largement utilisés dans les industries chimiques, pétrolières et nucléaires, car ils offrent à la fois une bonne résistance à la corrosion et des propriétés mécaniques intéressantes à haute température. La nuance étudiée ici, 316 stabilisé au niobium ou 316Nb, a été choisie pour la fabrication de pièces forgées. Industriellement, après coulée du métal et obtention d'un cylindre appelé lopin, celui-ci est travaillé longuement à chaud afin d'obtenir les géométries souhaitées.

La microstructure caractéristique de l'acier 316Nb, visible sur la **figure 1a**, est constituée d'une

matrice austénitique ( $\gamma$ ) contenant quelques îlots de ferrite delta ( $\delta$ ). Le niobium, en s'associant préférentiellement au carbone, permet d'éviter la formation de carbures de chrome qui amoindriraient la résistance du matériau à la corrosion. L'addition de niobium améliore également la tenue au fluage grâce à la précipitation de fins carbonitrides de niobium Nb(N,C), dont les plus importants sont visibles sur le cliché.

Pendant les opérations de forge, qui peuvent durer plusieurs heures pour certaines d'entre elles, ou au cours de la trempe finale, la microstructure du matériau peut évoluer. En effet, lors de maintiens à certaines températures, les îlots de ferrite se transfor-



**Figure 1.** Observation au microscope électronique à balayage de la microstructure de l'alliage, avant (a) et après (b) traitement thermique. Le maintien de 7 h à 900 °C fait apparaître la phase  $\sigma$  qui doit être minimisée, car celle-ci fragilise le matériau et le rend très sensible à la corrosion.

ment progressivement en phase sigma ( $\sigma$ ). Cette phase apparaît tout d'abord à la périphérie de la ferrite, puis au sein même de l'îlot selon une transformation dite eutectoïde consistant en la croissance simultanée de la phase  $\sigma$  et d'une autre phase  $\gamma$  [2,3]. Pour des maintiens longs en température, la phase  $\sigma$  précipite également au niveau des joints de grains de la matrice austénitique.

Il est nécessaire de maintenir la phase  $\sigma$  à un faible taux, car celle-ci fragilise le matériau et le rend très sensible à la corrosion. Il est donc important de bien en connaître les conditions et les cinétiques d'apparition afin d'adapter les gammes de fabrication en conséquence. Cet objectif a pu être atteint par un ensemble de caractérisations basées sur la diffraction *in situ* des neutrons. En effet, les différentes phases du matériau ayant pour avantage de présenter des caractéristiques cristallographiques distinctes, cette technique permet de les quantifier même lorsqu'elles sont présentes en très petite quantité.

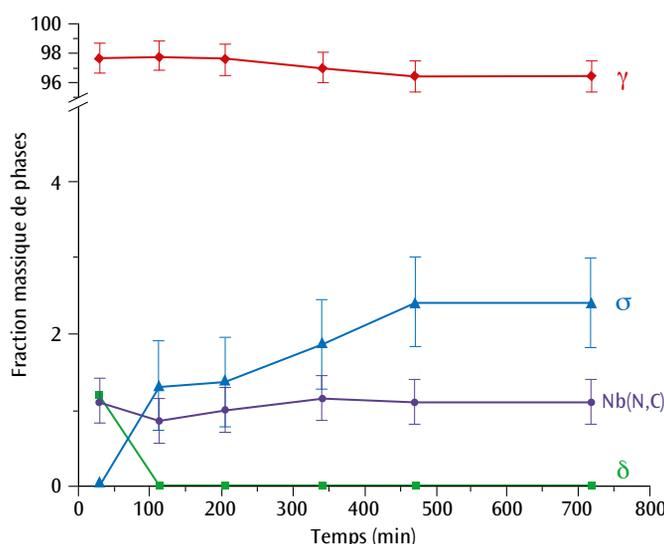
Pour ces premiers essais, l'échantillon a subi une rampe de montée en température d'environ 30°C/min puis vu un palier de 7 h à 900°C avant d'être refroidi à 30°C/min. La **figure 2** représente l'évolution des phases obtenue pour un échantillon possédant initialement environ 1,25 % de ferrite, 1 % de carbonitrides et ne contenant pas de phase  $\sigma$ .

Alors que la fraction massique des carbonitrides reste constante pendant tout le cycle, les quantités de ferrite et de phase  $\sigma$  évoluent de manière significative. Ainsi, dès la fin de la montée en température

( $t=100$  min), la ferrite s'est intégralement transformée en phase  $\sigma$  selon la réaction eutectoïde, comme l'attestent les évolutions opposées des fractions massiques de ces deux phases. Pendant les deux premières heures de palier à 900°C, le taux de phase  $\sigma$  se stabilise, puis augmente de nouveau dans la seconde moitié du traitement pour atteindre environ 2,5 % en fin de palier. La totalité de la ferrite s'étant déjà transformée, cette augmentation ne peut s'expliquer que par une précipitation de la phase  $\sigma$  au sein de l'austénite, ce qui a été confirmé par l'observation de l'échantillon traité au microscope électronique à balayage (**figure 1b**).

L'apparition de la phase  $\sigma$  à cette température est en bon accord avec les simulations effectuées avec le logiciel ThermoCalc à partir de la composition chimique du matériau. Cette approche est basée sur le principe de minimisation de l'énergie de Gibbs totale du système. Ainsi, pour une température et une composition données, le logiciel permet de déterminer les phases qui sont à l'équilibre thermodynamique et de calculer leurs fractions massiques. À 900°C, la simulation indique que la phase  $\sigma$  est effectivement stable et qu'elle représente environ 6 % du matériau. Le fait que la teneur mesurée expérimentalement soit plus faible indiquerait que les 7 h de palier ne sont pas suffisantes pour atteindre l'état d'équilibre.

La diffraction des neutrons permet ainsi d'accéder avec précision à l'évolution à 900°C de phases présentes en faible quantité dans le matériau. Ces essais, réalisés conjointement avec d'autres expériences, ont participé à l'obtention de diagrammes « Temps-Température-Taux de transformation » qui sont des outils précieux industriellement, car ils indiquent les domaines à éviter lors des différentes étapes de mise en forme ou de traitement thermique des pièces.



**Figure 2.** Évolution de la fraction massique des différentes phases au cours du cycle thermique déterminée par diffraction de neutrons. On constate que, dès la fin de la montée en température, la ferrite s'est intégralement transformée en phase  $\sigma$  selon la réaction eutectoïde, et que la teneur en phase  $\sigma$  augmente de nouveau dans la seconde moitié du palier par précipitation dans l'austénite.

## Références

- [1] W. JOLLY, C. TOFFOLON-MASCLET, J.-M. JOUBERT, B. MARINI, F. PORCHER, G. ANDRÉ, F. CORTIAL, P. PETIT, S. RINGEVAL, "In situ monitoring of isothermal phase transformation in two Nb stabilized austenitic stainless steels (316Nb) by neutron diffraction", *J. Alloys Compd.*, **688**, p. 695-702 (2016).
- [2] A. PERRON, C. TOFFOLON-MASCLET, X. LEDOUX, F. BUY, T. GUILBERT, S. URVOY, S. BOSONNET, B. MARINI, F. CORTIAL, G. TEXIER, C. HARDER, V. VIGNAL, P. PETIT, J. FARRÉ, E. SUZON, "Understanding sigma-phase precipitation in a stabilized austenitic stainless steel (316Nb) through complementary CALPHAD-based and experimental investigations", *Acta Mater.*, **79**, p. 16-29 (2014).
- [3] A. PERRON, F. BUY, C. TOFFOLON-MASCLET, F. CORTIAL, V. VIGNAL, P. PETIT, E. SUZON, « Étude de la phase  $\sigma$  dans l'acier 316Nb », *chocs avancées 2014*, p. 36-37 (2015).