

# Étude de la phase $\sigma$ dans l'acier 316Nb

A. PERRON - F. BUY - E. SUZON / CEA – Valduc, Laboratoire de recherche correspondant DAM-VA-11-02

C. TOFFOLON-MASCLET / CEA – Saclay

F. CORTIAL / DCNS Research – Centre d'Expertise des Structures et Matériaux Navals (CESMAN), La Montagne

V. VIGNAL / Institut Carnot de Bourgogne, Université de Bourgogne, Dijon, Laboratoire de recherche correspondant DAM-VA-11-02

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

La précipitation de la phase  $\sigma$  dans un acier stabilisé au niobium a été étudiée en détail au travers d'une étude expérimentale couplée à des calculs thermocinétiques basés sur la méthode CALPHAD [1]. Cette démarche vise, à travers l'extrapolation des résultats numériques recalés à haute température, à garantir la durée de vie de cet acier sur quelques dizaines d'années aux alentours de 300°C. La présente étude met en évidence la plus grande facilité de précipitation aux joints de grains des îlots de ferrite présents dans le matériau. Il a été possible d'observer et de modéliser une transformation directe ( $\delta \rightarrow \sigma$ ) contrôlée par la diffusion suivie par une transformation eutectoïde  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ .

Les aciers inoxydables austénitiques, de par leur qualité de résistance à la corrosion associée à de bonnes propriétés mécaniques à haute température sont des candidats tout désignés pour une utilisation en atmosphère hostile. Ils sont ainsi largement utilisés dans les industries chimiques, pétrolières et nucléaires pour élaborer des conduits, des tubes de surchauffeur de vapeur, des composants de coeur de centrales nucléaires de nouvelle génération et de réacteurs chimiques. L'emploi des aciers de type 316 s'est ainsi développé en raison de l'augmentation des températures et pressions d'utilisation des générateurs de vapeur. Ces aciers très riches en éléments d'alliage peuvent être le siège de transformations microstructurales, en particulier la formation dans le temps et à haute température de phases secondaires telles que des carbures ( $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  et  $MC$ ) des nitrides ( $Cr_2N$ ) ou des phases intermétalliques (phases sigma ( $\sigma$ ), khi ( $\chi$ ) ou Laves ( $\eta$ )).

La phase  $\sigma$  a été largement étudiée en raison de son caractère fragilisant pour les aciers austénitiques dû à sa grande dureté [2-5]. Par ailleurs, la présence de phase  $\sigma$  joue un rôle sur la résistance à la corrosion. En effet, cette phase riche en chrome et en molybdène peut appauvrir les zones avois-

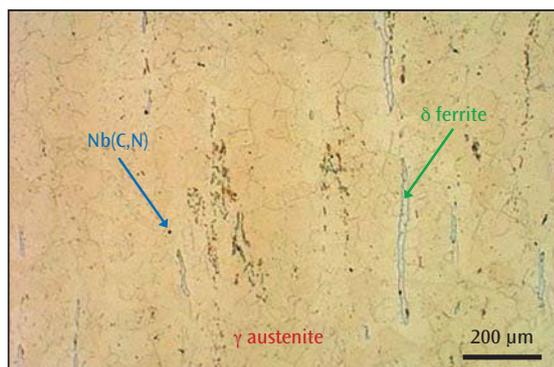


Figure 1.  
Microscopie optique du 316Nb.

nantes en ces éléments et amoindrir le caractère inoxydable. Pour ces deux raisons – dégradation des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion – la phase  $\sigma$  est indésirable dans les aciers. Notre objectif a consisté à évaluer à la fois sous un angle expérimental et de simulation numérique les mécanismes et cinétiques de précipitation de la phase  $\sigma$  dans l'acier 316Nb.

Élément	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	C	Nb	Si	N
%	bal.	19,30	12,50	2,70	1,40	0,06	de 1% à (8x%C)	0,40	≤ 0,05

Tableau 1.  
Composition du 316Nb (pourcentage massique).

## Le 316Nb

L'acier 316Nb, dont la composition est indiquée dans le **tableau 1**, se présente sous la forme d'une matrice austénitique  $\gamma$  parsemée d'environ 1 % d'îlots de ferrite  $\delta$ , résidus de la solidification de l'acier et de carbonitrides de niobium (**figure 1**).

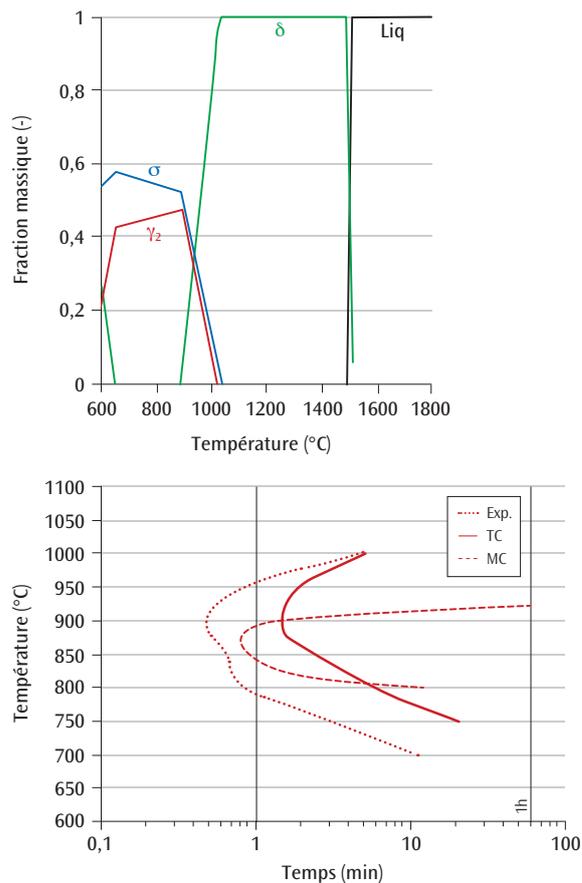
L'addition de niobium (Nb) améliore la tenue au fluage grâce à la précipitation fine de carbonitrides de niobium Nb(C,N) qui se forment à haute température et empêchent la formation de carbures de chrome nocifs vis-à-vis de la corrosion. En contrepartie à ce rôle protecteur, le niobium favorise la formation de la phase  $\sigma$ .

Des expertises menées au microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'une sonde EDS (electron dispersive spectrometry) ont permis de révéler la composition locale des îlots de ferrite, sièges des premiers stades de transformation de la phase  $\sigma$ . À travers des traitements thermiques appropriés, ces sites riches en chrome et en molybdène favorisent la germination de la phase  $\sigma$  dans la ferrite (**figure 2**).

La précipitation de la phase  $\sigma$ , processus lent dans l'austénite [2], s'avère relativement rapide dans la ferrite (de l'ordre de quelques minutes aux environs de 850°C). Nous avons pu restituer, grâce aux logiciels ThermoCalc muni du module DICTRA et MatCalc développés par la société Thermo-Calc Software pour le premier et la Technische Universität de Vienne pour le second, un diagramme temps-température-précipitation relatif à l'acier 316Nb (**figure 3**).

Les résultats obtenus ont permis de mieux appréhender les mécanismes de transformation des périphéries des îlots de ferrite en phase  $\sigma$  puis la transformation eutectoïde de l'intérieur des grains de ferrite suivant la réaction  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ,  $\gamma_2$  étant une phase austénitique enrichie en chrome et appauvrie en nickel par rapport à la matrice.

En marge de ce travail, une étude portant sur l'évolution des propriétés mécaniques en



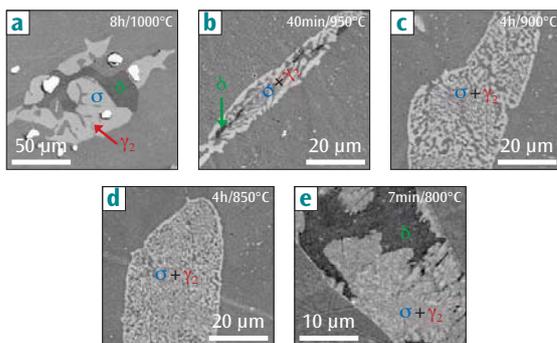
**Figure 3.**

Diagramme de refroidissement de la ferrite et diagrammes temps-température-précipitation expérimentaux et calculés par les logiciels ThermoCalc et MatCalc de la phase  $\sigma$  dans la ferrite  $\delta$ .

fonction du taux de phase créé a montré que le peu de phase  $\sigma$  créée lors de la fabrication de ce matériau ne présentait pas de caractère nocif. L'extrapolation des résultats obtenus sur des années à plus basse température confirme la stabilité de cet acier pendant toute sa durée de vie.

**Figure 2.**

Transformation de la ferrite en phase  $\sigma$  suivant différents traitements thermiques (observation MEB).



## Références

- [1] A. PERRON *et al.*, "Understanding sigma-phase precipitation in a stabilized austenitic stainless steel (316Nb) through complementary CALPHAD-based and experimental investigations", *Acta Materialia*, **79**, p. 16–29 (2014).
- [2] J. ENERMAN *et al.*, "Quantitative metallography of sigma phase precipitates in AISI 347 stainless steel", *Materials Science and Technology*, **20**, p. 1245-1251 (2004).
- [3] D.Y. LIN, T.C. CHANG, "Effect of s phase formation on mechanical properties of stainless steel SUS 309 L after isothermal aging", *Steel research int.*, **75**, p. 204-208 (2004).
- [4] V.E. MAY, "Sigma phase embrittlement of austenitic stainless steel FCCU regenerator internals", *Materials Performance*, **24**, p.18-22, (1985).
- [5] T. SOURMAIL, "Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels", *Materials Science and Technology*, **17**, p. 1-14 (2001).