

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**



**Département de Métallurgie**

**PROJET DE FIN D'ETUDE**

**En vue de l'obtention de**

**Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie des Matériaux**

**Effets du vieillissement thermique sur la fissuration  
par corrosion sous contrainte de la soudure  
en acier inoxydable duplex 2205**

***Proposé et dirigé par :***

**Kamel ABADLI**

***Etudié par :***

**Sami BEDJOU**

***Promotion juin 2015***

## ملخص

الفولاذ المقاوم للصدأ على الوجهين تمتلك مقاومة جيدة للتآكل الإجهاد. وتتأثر هذه المقاومة عندما المزدوجة لحام الفولاذ المقاوم للصدأ في ظروف الشيخوخة الحرارية. والهدف من عملنا هو لدراسة آثار الشيخوخة الحرارية في درجات حرارة 320 و 350 درجة مئوية على تآكل الإجهاد تكسير مزدوج لحام الفولاذ المقاوم للصدأ. النتائج التي تم الحصول عليها تشير إلى أن هطول الأمطار لرئيس المرحلة ألفا في درجة الحرارة الفريت إلى 320 إلى 350 درجة مئوية لمدة 250 ساعة، ويسرع عملية transgranular تكسير في وسط الكلوريد في لحام الصلب المزدوجة 2205 درجة مئوية.

**كلمات مفتاحية:** الحديد الصلب الغير القابل للاكسدة ذو البنية المزدوجة, ظاهرة الازمان , الطور الفا بريم , البنية المكروسكوبية , مقاومة التآكل الإجهاد, لحام الصلب

### Résumé :

Les aciers inoxydables duplex possèdent une bonne résistance à la corrosion sous contrainte. Cette résistance est affectée lorsqu'une soudure en acier duplex se trouve dans des conditions de vieillissement thermique. L'objectif de nos travaux est d'étudier les effets du vieillissement thermique aux températures 320 et 350 °C sur la fissuration par corrosion sous contrainte d'une soudure en acier duplex.

Les résultats obtenus montrent que la précipitation de la phase alpha prime dans la ferrite aux températures 320 et 350 °C pendant 250 heures, accélère le processus d'une fissuration transgranulaire dans un milieu chloruré dans la soudure en acier duplex 2205 °C .

**Mots clés :** acier inoxydable duplex, phase alpha-prime, microstructure, résistance à la corrosion sous contrainte, vieillissement, soudure

### Abstract:

Duplex stainless steels possess good resistance to stress corrosion. This resistance is affected when a duplex stainless steel welding is in thermal aging conditions. The aim of our work is to study the effects of thermal aging at temperatures 320 and 350 ° C on the stress corrosion cracking of duplex stainless steel welding.

The results obtained show that the precipitation of the alpha prime phase in the ferrite temperature to 320 to 350 ° C for 250 hours, accelerates the process of transgranular cracking in a chloride medium in the duplex steel weld 2205 ° C.

**Key words:** Duplex stainless steels, alpha prim phase, microstructure, stress corrosion cracking resistance, heat treatment, aging, welding.

# **Remerciements**

**Avant toute chose, je tiens à exprimer ma gratitude et ma profonde reconnaissance à ma famille.**

**Au terme de ce travail, je tiens à remercier mon encadreur Mr.ABADLI Kamel pour l'intérêt qu'il a apporté à ce travail, pour ses conseils et son aide précieuse.**

**Je tiens à remercier Mr. DJEGHLAL pour m'avoir honoré en acceptant de présider le jury de ce mémoire.**

**Je remercie aussi Mr KASSER et M. BOUABDALLAH d'avoir accepté de juger mon travail ;**

**Je tiens à remercier aussi Mlle Hania pour son aide précieuse.**

**Je n'oublie pas de remercier les enseignants du département de Métallurgie à l'école nationale polytechnique pour m'avoir offert une bonne formation au bout des années de la graduation, ainsi qu'à tous mes camarades de la promotion.**

**Finalement, mes remerciements vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au déroulement ce cet humble travail.**

# Liste Des Figures

## CHAPITRE I ACIERS DUPLEX

<b>Figure I.1 :</b> Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex.....	1
<b>Figure I.2 :</b> Effet des éléments d'alliage sur la formation des différents précipités.....	3
<b>Figure I.3 :</b> Diagramme d'équilibre Fe-Cr.....	3
<b>Figure I.4 :</b> Coupes du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.....	4
<b>Figure I.5 :</b> La microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205.....	5
<b>Figure I.6 :</b> évolution du coefficient de partage en fonction de la température.....	6
<b>Figure I.7 :</b> Evolution de la teneur en ferrite fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C.....	7
<b>Figure I.8 :</b> Distribution et morphologie des phases $\sigma$ et $\gamma$ dans une matrice austénoferritique, pour l'acier duplex 22 05.....	8
<b>Figure I.9 :</b> Micrographie électronique de carbure de chrome.....	8
<b>Figure I.10 :</b> Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex.....	10
<b>Figure I.11 :</b> Principe du soudage manuel par le procédé TIG (ou GTAW).....	14
<b>Figure I.12 :</b> Cycle thermique du soudage ( point A).....	15
<b>Figure I.13 :</b> Variation de la température $\theta_m$ en fonction de la distance x aux alentours de joint soudé.....	16
<b>Figure I.14 :</b> Structure de la soudure dans un acier austéno-ferritique.....	17
<b>Figure I.15 :</b> La structure métallographique de la soudure (MB, ZAT et ZF).....	17
<b>Figure I.16 :</b> limite de la solubilité du chrome dans le fer et limite spinodale.....	20

## CHAPITRE II

### Corrosion sous tension des aciers inoxydables

<b>Figure II.1 :</b> Température critique de piqûration et indice de résistance à la piqûration pour les aciers inoxydables austéno ferritiques.....	26
<b>Figure II.2 :</b> Courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable en milieu acide sulfurique.....	27
<b>Figure II.3 :</b> Points de fonctionnement d'un métal ou d'un alliage métallique.....	28
<b>Figure II.4 :</b> Points de fonctionnement d'un acier inoxydable en milieu acide chloruré et non chloruré.....	29

<b>Figure II.5</b> : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte.....	30
<b>Figure II.6</b> : Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC.....	31
<b>Figure II.7</b> : Représentation de la corrosion sous contrainte.....	31
<b>Figure II.8</b> : Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte.....	33
<b>Figure II.9</b> : corrosion sous contraintes et propagation des fissures.....	34
<b>Figure II.10</b> : Courbes élémentaires anodique et cathodique et courbe globale de polarisation.....	34
<b>Figure II.11</b> : Représentation schématique d'un système de corrosion (échelle semi-log)...	35

## **Chapitre III**

### **PROCEDURE EXPERIMENTALE**

<b>Figure III.1</b> : Position relative de l'acier à étudier dans le diagramme d'équilibre Pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.....	40
<b>Figure III.2</b> : Micrographie optique du métal de base.....	40
<b>Figure III.3</b> : La longueur des tubes à souder.....	42
<b>Figure III.4</b> : fours des traitements thermiques $T_{max}=1200^{\circ}C$ .....	44
<b>Figure III.5</b> : microduromètre et duromètre utilisés.....	44
<b>Figure III.6</b> : La polisseuse utilisée.....	45
<b>Figure III.7</b> : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique.....	45
<b>Figure III.8</b> : Dispositif utilisé pour l'attaque électrolytique.....	46
<b>Figure III.9</b> : Microscope utilisé.....	46
<b>Figure III.10</b> : Le cycle de choc thermique à $1050^{\circ}C$ .....	47
<b>Figure III.11</b> : Logiciel de traitement d'image.....	48
<b>Figure III.12</b> : dispositif de mesure des paramètres de corrosion	
<b>Figure III.13</b> : extrapolation des droites de TAFEL	
<b>Figure III.12</b> : voltamètre voltalab.....	49
<b>Figure III.13</b> : Les paramètres de la polarisation.....	50
<b>Figure III.14</b> : l'étuve utilisée.....	50

## Chapitre IV

### Résultats et interprétation

<b>Figure IV.1</b> : Microstructure de la soudure a)MB, b) ZAT et c) ZF.....	52
<b>Figure IV.2</b> : Micrographie optique du métal de base.....	53
<b>Figure IV.3</b> : micrographie optique de 3 zones.....	53
<b>Figure IV.4</b> : micrographie optique de la zone fondue.....	54
<b>Figure IV.5</b> : microstructure du métal de base après 50h à 320°C .....	54
<b>Figure IV.6</b> : microstructure du métal de base après 150h à 320°C.....	55
<b>Figure IV.7</b> : microstructure du métal de base après 200 à 320°C.....	55
<b>Figure IV.8</b> : microstructure du métal de base après 250 à 320°C.....	55
<b>Figure IV.9</b> : microstructure de la zone fondue après 100 à 320°C.....	56
<b>Figure IV.10</b> : microstructure de la zone fondue après 250 à 320°C.....	56
<b>Figure IV.11</b> : microstructure du métal de base après 50h à 350°C.....	57
<b>Figure IV.12</b> : microstructure du métal de base après 100h à 350°C.....	57
<b>Figure IV.13</b> : microstructure du métal de base après 200h à 350°C.....	57
<b>Figure IV.14</b> : microstructure du métal de base après 250h à 350°C.....	58
<b>Figure IV.15</b> : microstructure de la zone fondue après 100h à 350°C.....	58
<b>Figure IV.16</b> : microstructure de la 3 zones et la zone fondue après 250h à 350°C.....	58
<b>Figure IV.17</b> : évolution de la dureté globale à 320°C et 350°C.....	59
<b>Figure IV.18</b> : Effets du vieillissement à 320°C sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite dans la MB.....	59
<b>Figure IV.19</b> : Effets du vieillissement à 350°C sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite dans la MB.....	60
<b>Figure IV.20</b> : Diagramme TTT des aciers inoxydables .....	60
<b>Figure IV.21</b> : fissure dans l'échantillon vieilli à 320°C pendant 100h.....	61
<b>Figure IV.22</b> : fissure dans l'échantillon vieilli à 320°C pendant 150h.....	61
<b>Figure IV.23</b> : fissure dans un échantillon non attaqué vieilli à 320°C pendant 250h....	62
<b>Figure IV.24</b> : fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 150h.....	62
<b>Figure IV.25</b> : une autre fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 150h.....	63
<b>Figure IV.26</b> : fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 200h.....	63
<b>Figure IV.27</b> : une autre fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 200h.....	63
<b>Figure IV.28</b> : fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 250h.....	64
<b>Figure IV.29</b> : une autre fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 250h.....	64
<b>Figure IV.30</b> : courbe de polarisation des échantillons vieillis à 320.....	65
<b>Figure IV.31</b> : courbe de polarisation des échantillons vieillis à 320°C.....	65
<b>Figure IV.32</b> : courbe de polarisation des échantillons vieillis à 350°C.....	66
<b>Figure IV.33</b> : courbe de TAFEL, échantillons vieillis à 350°C.....	66
<b>Figure IV.34</b> : courbe de polarisation des échantillons vieillis à 350°C.....	67
<b>Figure IV.35</b> : courbe de TAFEL, échantillons vieillis à 320°C.....	67
<b>Figure IV.36</b> : courbe de TAFEL, échantillons vieillis à 320°C.....	68
<b>Figure IV.37</b> : courbes de TAFEL avant corrosion sous contraintes.....	69
<b>Figure IV.38</b> : courbes de TAFEL après corrosion sous contraintes.....	69

# Liste Des Tableaux

## CHAPITRE I ACIERS DUPLEX

<b>Tableau I.1 :</b> Composition chimique de quelques nuances d'aciers duplex.....	2
<b>Tableau I.2 :</b> Détails des principaux précipités et intermétalliques observés dans les aciers duplex après vieillissement.....	10
<b>Tableau I.3 :</b> Propriétés physiques typiques des différents aciers inoxydables.....	12
<b>Tableau I.4 :</b> Propriétés physiques à la température ambiante des aciers duplex.....	13

## Chapitre III PROCEDURE EXPERIMENTALE

<b>Tableau III.1 :</b> Composition chimique du métal de base UNS S 31803.....	39
<b>Tableau III.2 :</b> Composition chimique de l'acier inoxydable duplex UNS S 31803 selon la norme ASTM.....	39
<b>Tableau III.3 :</b> Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.....	41
<b>Tableau III.4 :</b> La composition chimique de métal d'apport SAF 22 09.....	41

## Chapitre VI Résultats et interprétation

<b>Tableau IV.1 :</b> Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 320°C dans une solution NaCl.Na <sub>2</sub> S.....	65
<b>Tableau IV.2 :</b> Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 350°C dans une solution NaCl.Na <sub>2</sub> S.....	67
<b>Tableau IV.3 :</b> Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 320°C dans une solution NaCl.Na <sub>2</sub> S.....	68
<b>Tableau IV.4 :</b> Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 320°C dans une solution NaCl.Na <sub>2</sub> S pendant 200h.....	70

# Sommaire

Introduction générale.....	
I. Aciers duplex .....	1
I.1 Introduction .....	1
I.1.1 Classification des aciers duplex : .....	2
I.1.2 Influence des éléments d'addition sur les aciers inoxydables.....	2
I.1.3 Structures et transformations structurales.....	5
I.1.4 Les principales propriétés des aciers inoxydables duplex .....	11
I.2 Définition du soudage.....	13
I.2.1 Le Procédé TIG.....	14
I.2.2 Soudabilité des aciers inoxydables duplex.....	14
I.2.3 Le cycle thermique de soudage.....	15
I.2.4 Les principaux défauts aux joints soudés.....	17
I.3 Vieillessement.....	18
I.3.1 Introduction.....	18
I.3.2 Définition du vieillissement.....	19
I.3.3 Effets du vieillissement .....	19
I.3.4 Mécanismes de durcissement des aciers ferritiques .....	20
II. Corrosion sous tension des aciers inoxydables	
II. introduction :.....	23
II.1 Résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques .....	23
II.1.1 Corrosion généralisée.....	23
II.1.2 Résistance à la corrosion intergranulaire.....	24
II.1.3 Résistance à la corrosion par piqûres et crevasses. ....	25
II.2 passivité .....	27
II.3 Définition de la corrosion sous contrainte .....	30
II.3.1 microstructure et composition chimique.....	32
II.3.2 la température.....	32
II.3.3 les contraintes .....	32
II.3.4 Mécanisme de corrosion sous contrainte .....	33



II.4	Droites de Tafel.....	34
II.5	la polarisation .....	47
III. procédure expérimentale		
III.	Matériaux utilisés .....	37
III.1	Composition chimique et structure .....	37
III.1.1	Caractéristiques mécaniques de l'acier étudié .....	39
III.2	Réalisation de la Soudure .....	39
III.2.1	Le procédés de soudage .....	39
III.2.2	Métal d'apport utilisé .....	39
III.2.3	Les paramètre de soudage .....	39
III.2.4	Soudage des tubes en aciers inoxydable duplex.....	40
III.3	le travail expérimental.....	41
III.3.1	Les traitements de vieillissement.....	41
III.3.2	Essai de dureté : .....	42
III.3.3	Essai de microdureté .....	42
III.3.4	Préparation Métallographique.....	43
III.3.5	observation microstructurales par microscope optique.....	44
III.3.6	Choix de cycles de traitements thermiques : .....	45
III.3.7	l'analyse et traitement d'images.....	45
III.3.8	Essai de polarisation .....	47
III.3.9	Essais de corrosion sous contrainte .....	50
IV. résultats et interprétations		
IV.	Introduction :.....	52
IV.1	La microstructure de la soudure.....	52
IV.1.1	Métal de base .....	53
IV.1.2	La zone affectée thermiquement.....	53
IV.1.3	La zone fondue .....	53
IV.2	évolution de la microstructure au cours du vieillissement .....	54
IV.2.1	le vieillissement à 320°C.....	54
IV.2.2	le vieillissement à 350°C.....	56
IV.3	Evolution de la dureté et la micro dureté au cours du vieillissement.....	59
IV.3.1	La dureté globale .....	59
IV.3.2	La micro-dureté des phases ferritiques ( $\delta$ ) et austénitiques ( $\gamma$ ) .....	59

IV.4	Résultats des fissurations par corrosion sous contraintes .....	61
IV.4.1	les fissurations dans les échantillons vieillis à 320°C .....	61
IV.4.2	les fissurations dans les échantillons vieillis à 350°C .....	62
IV.5	Résultats des essais de polarisation .....	65
IV.5.1	les courbes de polarisation avant essai de corrosion sous contraintes ...	65
IV.5.2	les courbes de polarisation après corrosion sous contraintes.....	68
IV.5.3	comparaison des courbes de TAFEL avant et après corrosion sous contraintes (CSC).....	70

conclusion générale

Bibliographie

# Introduction générale

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques dits « duplex » sont des aciers biphasés constitués d'environ 50% d'austénite  $\gamma$  et 50% de ferrite  $\delta$ . Ces aciers présentent à la fois certaines des propriétés des aciers austénitiques, dont ils conservent la ductilité, et des aciers ferritiques dont ils gardent le niveau de résistance mécanique. Ils constituent donc, de ce fait et aussi pour un certain nombre d'autres raisons telles que leur excellente résistance à la corrosion, et leur très bonne soudabilité tant opératoire que métallurgique, des matériaux d'une classe importante dans les matériaux d'engineering avec une variété d'application dans les industries chimiques, du pétrole, du gaz et les installations énergétiques.

Aujourd'hui, l'acier inoxydable duplex doit relever les défis afin de répondre aux besoins perpétuels de matériaux à haute performance, résistant aux milieux les plus agressifs. Les conditions d'utilisation de l'acier inoxydable duplex dans l'intervalle de température entre 320°C et 500°C engendrent une transformation de phase et une décomposition partielle de la ferrite en  $\alpha'$  et des carbures. Cette dernière présente une structure à faible résistance à la corrosion et le lieu favorable à l'amorçage et la croissance des piqûres.

Dans notre étude, l'acier duplex utilisé est le S31803(2205) soudé préalablement. Tous les échantillons subissent des traitements de vieillissement thermique (revenu) à deux températures différentes 320°C, 350°C pour des temps différents allant jusqu'à 250 heures dans le but de provoquer la précipitation des phases  $\alpha'$

Nous nous sommes intéressés dans cette étude à la précipitation de la phase  $\alpha'$  ses effets sur le durcissement de l'acier et de la soudure et sur la fissuration par corrosion sous contraintes.

Les essais de corrosion sous contraintes ont été réalisés par l'application de contraintes thermiques résiduelles engendrées par les cycles des chocs thermiques. Le milieu de corrosion choisi est une solution de NaCl-Na<sub>2</sub>S à 170°C.

Le vieillissement sera étudié par la quantification du durcissement de la ferrite et la résistance à la corrosion sera évaluée par voie électrochimique. La méthode d'investigation employée dans notre étude est la polarisation potentiodynamique. L'exploitation des courbes de polarisation et les courbes de TAFEL permettront de mesurer la résistance de polarisation  $R_p$ , les vitesses de corrosion et potentiels de corrosion.

Pour réaliser ce travail nous avons adopté un plan qui consiste à scinder l'étude en deux parties, une recherche bibliographique elle-même divisée en deux chapitres :

Le premier chapitre consiste à donner une vue générale sur les aciers inoxydables duplex, l'influence des éléments d'addition sur leurs propriétés, le soudage des aciers duplex et les changements structuraux des aciers inoxydables duplex pendant les traitements thermiques de vieillissement.

Le deuxième chapitre développe un aperçu sur la corrosion sous contraintes, les courbes de polarisation la résistance à la corrosion et les fissurations.

La deuxième partie concerne l'approche expérimentale de notre étude, elle comporte deux chapitres :

Dans le chapitre « Techniques expérimentales » nous présentons le matériau et les différents moyens d'investigation que nous avons utilisés le long de cette étude.

Dans le dernier chapitre nous exposons les résultats obtenus ainsi que les interprétations correspondantes.

Nous terminons ce travail avec une conclusion générale ou nous reprenons les points essentiels de notre étude.

# **CHAPITRE I**

## **ACIERS DUPLEX**

# I. Aciers duplex

## I.1 Introduction

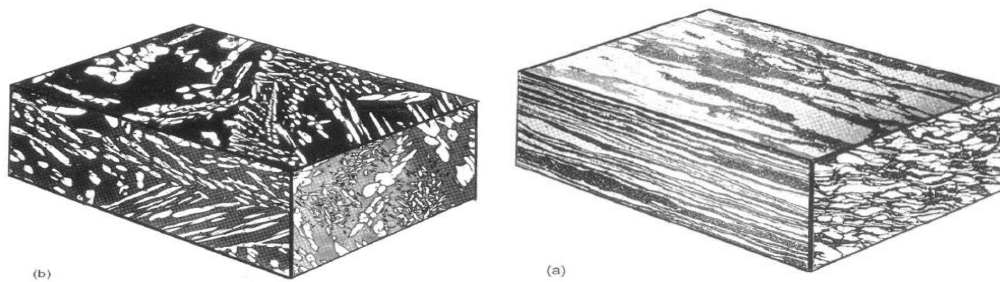
Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont apparus en 1933 et n'ont pas cessé d'évoluer depuis. Il s'agit d'aciers biphasés contenant une proportion ferrite/austénite de l'ordre de 50 %. Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en chrome (22% et plus) et de relativement basses teneurs en nickel (3.5 à 8%). Ils sont aussi désignés bien qu'improprement, comme appartenant à la famille des aciers austéno-ferritiques ce qui n'est pas justifié de par leur solidification d'abord en alliage ferritique (ferrite delta) suivie d'une transformation en phase solide en alliage austénitique ; ils devraient donc être désignés comme des aciers inoxydables ferrito-austénitiques [1]. Ces aciers sont choisis grâce à certaines propriétés comme :

- Les propriétés mécaniques en traction qui sont plus élevées par rapport à celles des aciers Austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique).
- La résistance à la corrosion est généralement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier dans le domaine de la corrosion sous contrainte.
- Ils ont une bonne résistance à la picuration et présentent un PREN (Pitting Résistance Equivalent Number) supérieur à 40. Le PREN est défini par la relation ;

$$PREN = \%Cr + 3.3\%Mo + 16\%N$$

La structure biphasée de ces aciers leur confère de très bonnes propriétés : l'austénite augmente la résistance à la corrosion uniforme et améliore la ductilité tandis que la ferrite assure une bonne résistance mécanique et une excellente résistance à la corrosion [2].

Dans la pratique, les aciers inoxydables duplex existent sous forme laminée ou moulée (figure I.1.)



**Figure I.1.** Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex  
a) Moulé, b) laminé [3]

La bonne résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques respectables de ces aciers en font des produits de choix pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder [4].

## I.1.1 Classification des aciers duplex :

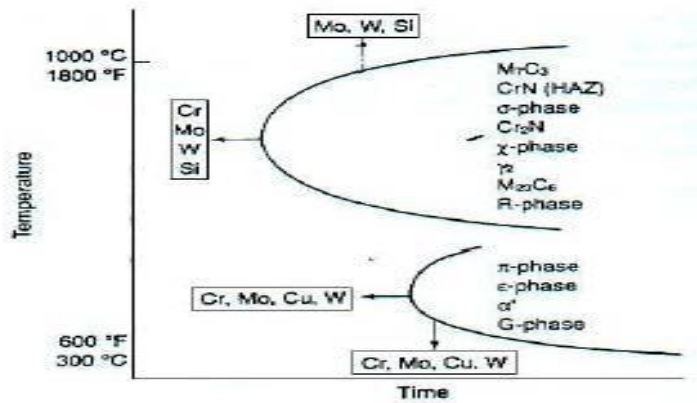
Le **tableau I.1** donne une classification de quelques nuances d'aciers inoxydables austéno ferritiques avec la composition chimique.

**Tableau I.1 : Composition chimique de quelques nuances d'aciers duplex [5,6,7,8]**

Grade	UNS	EN	C	Cr	Ni	Mo	Mn	N	Cu	W
Première génération des aciers inoxydables duplex										
329	S32900	1.4460	0.08	23.0-28.0	2.5-5.0	1.0-2.0	1.0	-	23.0-28.0	2.5-5.0
3RE60	S31500	1.4417	0.03	18.0-19.0	4.3-5.2	2.5-3.0	1.5	0.05-0.10	18.0-19.0	4.3-5.2
UR50	S32404	-	0.04	20.5-22.5	5.5-8.5	2.0-3.0	2.0	-	1.00-2.00	-
La génération moderne des aciers inoxydables duplex										
2304	S32304	1.4362	0.03	21.5-24.5	3.0-5.5	0.0-0.6	2.5	0.05-0.20	-	-
2205	S31803	1.4462	0.03	21.0-23.0	4.5-6.5	2.5-3.5	2.0	0.08-0.20	-	-
<b>2205</b>	<b>S32205</b>	<b>1.4462</b>	<b>0.03</b>	<b>22.0-23.0</b>	<b>4.5-6.5</b>	<b>3.0-3.5</b>	<b>2.0</b>	<b>0.14-0.20</b>	-	-
<b>2209</b>	-	-	<b>0.009</b>	<b>22.25</b>	<b>8.55</b>	<b>3.29</b>	<b>1.57</b>	<b>0.10</b>	<b>0.10</b>	-
DP-3	S31260		0.03	24.0-26.0	5.5-7.5	5.5-7.5	1.0	0.10-0.30	0.20-0.80	0.100-50
UR52N	S32520	1.4507	0.03	24.0-26.0	5.58.0	3.0-5.0	1.5	0.20-0.35	0.50-3.00	-
255	S32550	1.4507	0.04	24.0-27.0	4.5-6.5	2.9-3.9	1.5	0.10-0.25	1.50-2.50	-
DP-3W	S39274	-	0.03	24.0-26.0	6.8-8.0	2.5-3.5	1.0	0.24-0.32	0.20-0.80	1.50-2.50
2507	S32750	1.4410	0.03	20.0-26.0	6.0-8.0	3.0-5.0	1.2	0.24-0.32	0.5	-
Zeron100	S32760	1.4501	0.03	24.0-26.0	6.0-8.0	3.0-4.0	1.0	0.20-0.30	0.50-1.00	0.50-1.00

## I.1.2 Influence des éléments d'addition sur les aciers inoxydables

les éléments d'addition interviennent sur la nature de la structure ( le taux de phase austénite/ ferrite et la formation de différents précipités) en fonction de la température maximale atteinte et de la durée de maintien à cette température. L'effet combiné de tous les éléments d'alliage et dans une certaine mesure, les impuretés déterminent le profil des propriétés d'une catégorie d'acier comme le montre la **figure I.2**



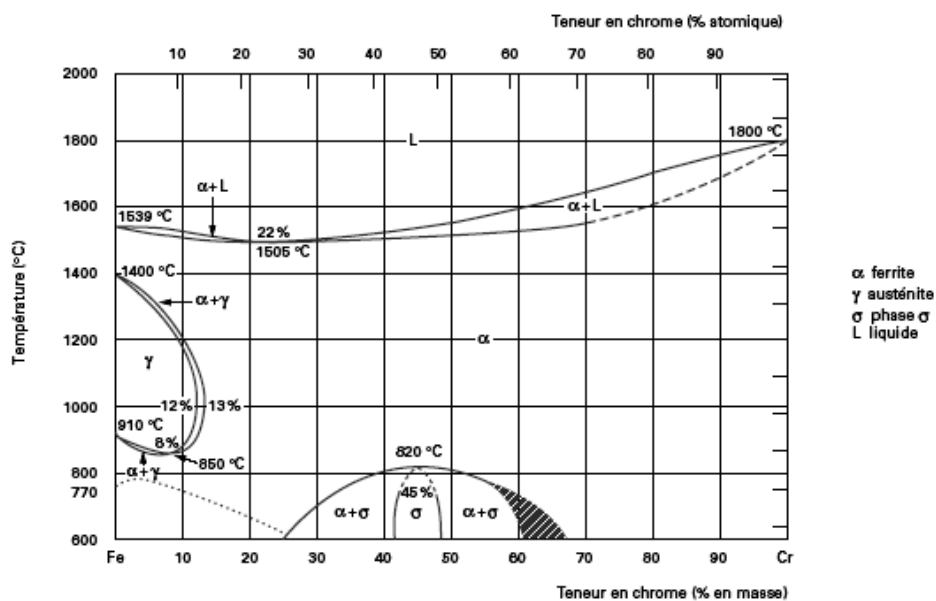
**Figure I.2 :** Effet des éléments d'alliage sur la formation des différents précipités[9].

Selon leurs effets sur la structure de l'acier inoxydable, Les éléments d'addition peuvent être regroupés en deux groupes :

- ✓ Les éléments alphagène : favorisent la formation d'une structure ferritique a température ambiante. Ce sont notamment : le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.
- ✓ Les éléments gammagène : favorisent la prépondérance à la température ambiante d'une structure austénitique. Ce sont notamment : le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt et le manganèse [10].

- Le chrome :

Le chrome, cristallisant dans le système cubique centré et de caractère carburigène, constitue l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Il génère la passivation de l'acier, par la formation d'un film passif que l'on trouve sous forme d'oxyde complexe de type  $(Fe, Cr)_2O_3$  et d'hydroxyde  $Cr(OH)_3 \cdot nH_2O$  dans le film passif. De plus, le chrome favorise le domaine ferritique et élargit son domaine d'existence.



**Figure I.3:** Diagramme d'équilibre Fe-Cr [11].



- Le molybdène :

Il se présente dans l'acier sous forme de carbure de molybdène MoC plus fins et mieux dispersés dans la matrice ce qui améliore notablement la résistance à la corrosion des aciers inoxydables en particulier les résistances par piqure et intergranulaire. C'est aussi un élément stabilisateur de la ferrite.

- Le silicium :

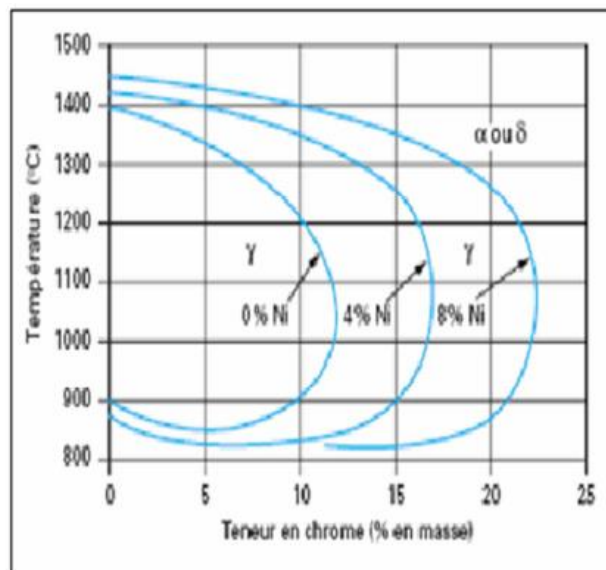
C'est un élément stabilisateur de la ferrite, il améliore la résistance à l'oxydation à haute température, et à des teneurs élevées et dans certaines conditions, il augmente la résistance à la corrosion, par exemple en milieu concentré d'acide nitrique.

- Le titane :

Considéré comme stabilisant de la phase ferritique, il se combine dans les aciers ferritiques avec le carbone pour former le carbure de titane TiC et avec l'azote pour former un nitrure de titane. la phase ferrite reste stable à des températures plus élevées.

- Le nickel :

Il est de structure cubique à faces centrées favorise l'extension du domaine austénitique. Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliage des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques. Le nickel améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension.



**Figure I.4** : Coupes du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [12]

- Le carbone :

Le carbone possède une action gammagène puissante, il élargit fortement le domaine Austénitique. En outre, il peut donner lieu à la précipitation des carbures qui, bien qu'ils aient un pouvoir durcissant peuvent conduire néanmoins à des problèmes de tenue à la corrosion. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse. Le fait d'ajouter du carbone à un alliage binaire Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase austénitique γ.

- Le manganèse

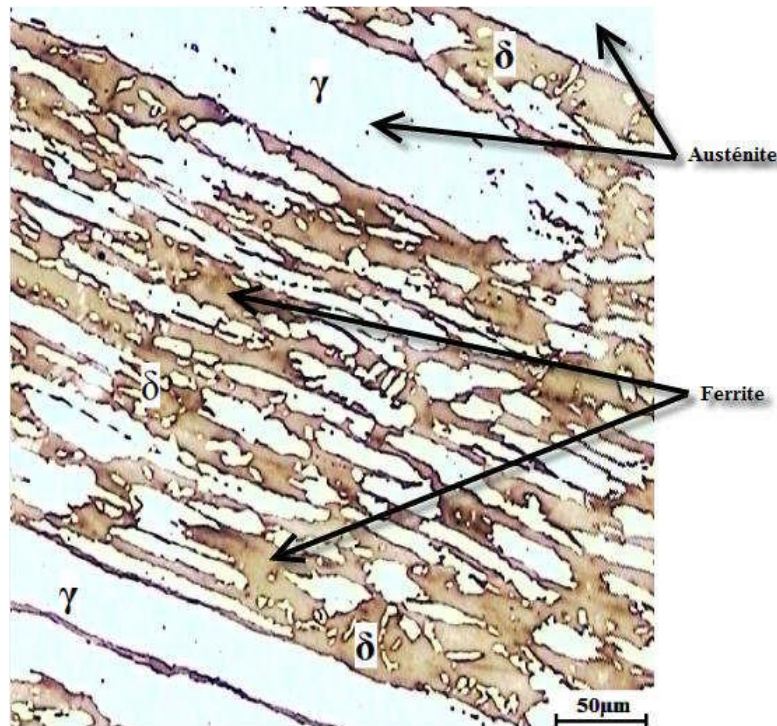
Le manganèse stabilise le fer ( $\gamma$ ) et quand il se trouve en présence de nickel il améliore beaucoup de fonctions attribuées au nickel. Dans les aciers inoxydables se produit une interaction entre le manganèse et le soufre pour former les sulfures de manganèse. Ces derniers confèrent à l'acier inoxydable un effet substantiel sur la résistance à la corrosion, et spécialement la corrosion par piqure[10].

Une équation a été établie dans le but de quantifier l'effet des éléments alpha gènes, c'est l'équation du chrome équivalent :

$$Cr_{eq} = \%Cr + \% Mo + 0.7 \% Nb.$$

### I.1.3 Structures et transformations structurales

Les aciers inoxydables duplex se composent de deux phases ferritique et austénitique La teneur en austénite varie de 40 à 60%. La structure micrographique de l'acier inoxydable duplex 2205 est montrée dans la Figure I.5. Cet acier présente une structure biphasique d'égale proportion.



**Figure I.5:** La microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205

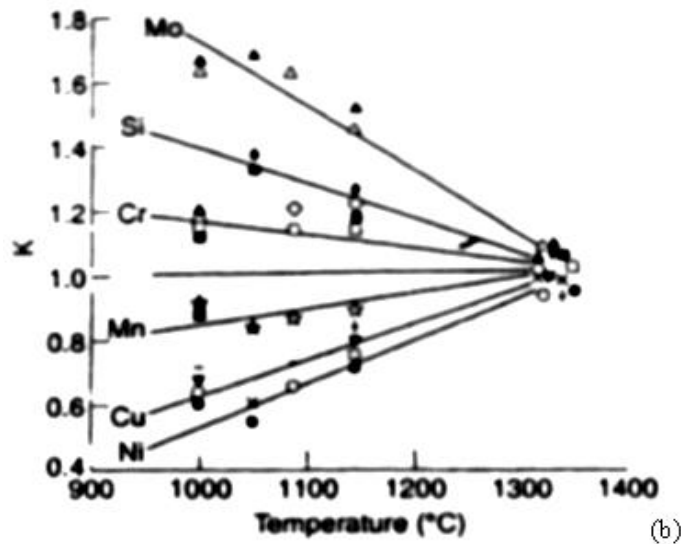
Les alliages austéno-ferritiques présentent de nombreuses évolutions structurales par traitements isothermes à 1000°C, ceux-ci concernent la phase ferritique car d'une part celle-ci est enrichie en chrome et molybdène (éléments alphas), et d'autre part, que les vitesses de diffusion des éléments sont plus élevées dans la ferrite que dans l'austénite dû à sa plus faible compacité. On peut distinguer essentiellement trois catégories d'évolutions structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques [24].

- celles se produisent au-dessus de 1050°C.
- celles se produisent entre 600°C et 1050°C.
- celles se produisent en dessous de 600°C.

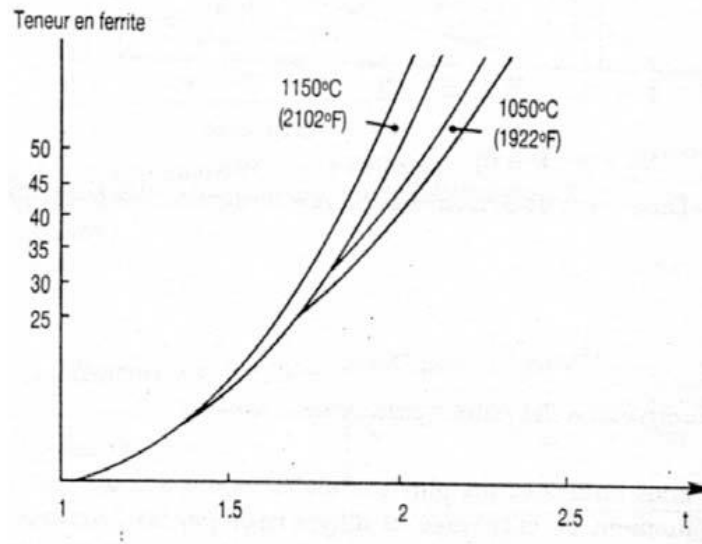
### *I.1.3.1 Transformation structurales au-dessus de 1050 °C*

Suite aux opérations de soudage ou de coulée, les aciers inoxydables duplex se solidifient en mode ferritique (ferrite  $\delta$ ), l'austénite se forme par une transformation ultérieure à l'état solide. Cette transformation est réversible car une augmentation de la température au-dessus de 1050 °C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite dans l'acier. Par conséquent, la concentration en ferrite des alliages austénoferritiques dépend de la température d'hypertrempe et augmente avec cette dernière comme le montre la figure II.3.

L'élévation des températures conduit à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases ; le facteur K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité dans la phase austénitique tend vers l'unité (figure I.6). Dans ce cas, la ferrite devient plus riche en éléments interstitiels comme le carbone et l'azote. Pour les teneurs en azote comprises entre 0.25 et 0.4%, les proportions de la ferrite et de l'austénite sont relativement proches à 1250°C. Pour une teneur en cet élément inférieure à 0.2%, la proportion de ferrite peut atteindre 80 à 85%. Cette observation a une répercussion importante sur la structure de la ZAT lors des opérations de soudage. Les grains peuvent devenir équiaxes avec le prolongement du traitement à haute température, ou peuvent devenir aciculaires avec la structure Widmanstätten lors d'un refroidissement intermédiaire [3].



**Figure I.6** : évolution du coefficient de partage en fonction de la température. [3]



**Figure I.7** : Evolution de la teneur en ferrite fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C [3]

### ***1.1.3.2 Transformations à température comprise entre 600 et 1050 °C***

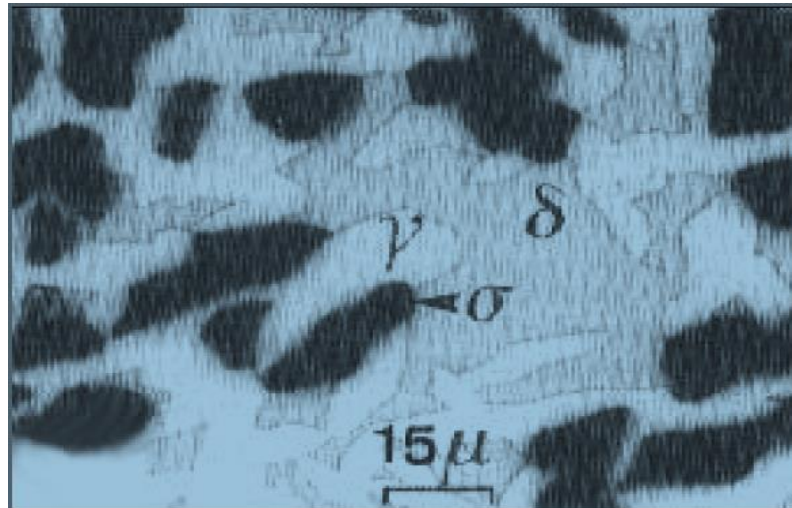
Le maintien isotherme des aciers inoxydables duplex entre 600 et 900 °C provoque des réactions métallurgiques complexes dans la ferrite donnant lieu à la formation d'un certain nombre de précipités et phases intermétalliques. La plupart de ces précipités fragilisent l'acier et leur formation est donc à éviter. Dans l'intervalle de température 600-1000 °C, la décomposition de la ferrite  $\delta$  est caractérisée principalement par la précipitation de la phase  $\sigma$ , des carbures de chrome de types  $M_7C_3$  ou  $M_{23}C_6$ , de la phase  $\chi$  et de l'austénite secondaire  $\gamma_2$ .

- **Phase  $\sigma$**

Découverte en 1927 par Bain et Griffith,  $\sigma$  est une phase intermétallique, amagnétique, dure et fragile. Cette phase précipite généralement dans un large domaine de température allant de 600 à 950 °C. Outre le fer, la phase sigma contient du chrome et du molybdène ; elle peut aussi contenir du silicium et du tungstène [25, 26].

La précipitation de la phase  $\sigma$  dans l'acier duplex 2205 s'amorce préférentiellement dans les interfaces  $\gamma/\delta$  dès les premières minutes de vieillissement, les interfaces  $\delta/\delta$  peuvent aussi être le siège d'une telle précipitation. Ce phénomène se caractérise par la diffusion des atomes d'éléments alphas Cr et Mo, du grain ferritique vers les interfaces. L'absence de toute précipitation intragranulaire de cette phase prouve le caractère hétérogène de cette précipitation. La phase  $\sigma$  peut aussi précipiter dans les interfaces ferrite/carbures  $M_{23}C_6$ , et co-précipite avec l'austénite secondaire  $\gamma_2$ . La phase  $\sigma$  a été observée dans les différentes zones des soudures d'aciers duplex (métal de base, ZAT, métal fondu) [4].

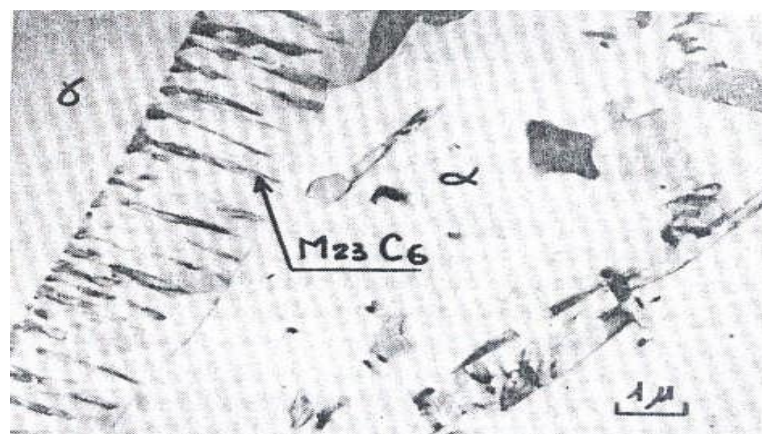
La précipitation de la phase  $\sigma$  dans l'acier duplex 2205 entraîne une forte détérioration de ses propriétés mécaniques, elle communique à l'alliage une très grande fragilité, une réduction de la résilience et de la résistance à la corrosion.



**Figure I.8:** Distribution et morphologie des phases  $\sigma$  et  $\gamma$  dans une matrice austéno-ferritique, pour l'acier duplex 2205 (d'après [Redjaïmia 1991]).

- **Carbures de chrome**

Lors des traitements thermiques entre 700°C et 950°C, le carbone forme un précipité avec le chrome, il s'agit d'un carbure de formule général  $M_{23}C_6$  où M représente des atomes métalliques, en particulier chrome et fer (figure I.9). Les carbures précipitent préférentiellement aux joints de grains ferrite/austénite. Le carbure est un précipité très riche en chrome, sa formation appauvrit fortement les zones qui l'entourent en cet élément ; la résistance à la corrosion de l'acier se trouve ainsi affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. La précipitation des carbures de chrome dans les aciers inoxydables duplex se fait d'une manière discontinue ; la croissance de ces carbures s'accompagne d'une migration de l'interface  $\delta/\gamma$  de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique [27]. La précipitation des carbures est favorisée par la diminution de la solubilité du carbone dans l'austénite à des températures inférieures à celles de mise en solution. Les carbures de chrome ont été  $M_{23}C_6$  observés dans les soudures de l'acier duplex 2205, leur formation est favorisée par la présence de fortes teneurs en chrome et en carbone [27,24].



**Figure I.9 :** Micrographie électronique de carbure de chrome [28]

- **Précipitation des nitrures**

Pour les nuances des aciers duplex contenant des additions en azote maîtrisé (tel que l'acier 2205), une précipitation de chrome peut avoir lieu. La structure de ces nitrures est hexagonale, et l'enthalpie de leurs formations est voisine de celle des carbures vers  $900^\circ\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Les précipités apparaissent tout d'abord dans les joints  $\alpha / \gamma$  et  $\alpha / \alpha$ . Des précipités intergranulaire, principalement en zone affectée thermiquement fortement ferritique ont été également observées [17].

- **Austénite secondaire**

L'azote est généralement introduit dans les aciers inoxydables duplex pour renforcer la stabilité de l'austénite et améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique de l'acier. Grâce à sa solubilité élevée, cet élément est maintenu en solution solide lors du chauffage de l'acier à des températures supérieures à  $1100^\circ\text{C}$ . Lors du refroidissement depuis ces températures, la ferrite devient sursaturée en cet élément ; une précipitation compétitive de l'austénite secondaire et des nitrures de chrome est ainsi déclenchée. La composition chimique de l'acier, la taille des grains et la vitesse de refroidissement sont des facteurs déterminants du type de précipité qui domine la microstructure de l'acier. Deux types d'austénite secondaire sont en général rencontrés dans l'acier duplex 2205 :

- ✓  $\gamma_2$  intergranulaire : précipite aux interfaces  $\delta/\gamma$  ; elle peut précipiter au sein de la ferrite soit sous forme de fines lattes pour des vieillissements à des températures inférieures à  $400^\circ\text{C}$ , soit sous forme d'ellipses ou de lentilles de 2 à  $10\ \mu\text{m}$  pour des vieillissements à des températures supérieures à  $500^\circ\text{C}$  [4].
- ✓  $\gamma_2$  intragranulaire : précipite dans les grains ferritiques. Celle-ci se forme par un mécanisme de germination et de croissance contrôlé par diffusion ; elle peut prendre deux aspects différents à savoir celle de type Widmanstätten ou de type aciculaire.
- ✓

### ***1.1.3.3 Transformation aux températures inférieures à $600^\circ\text{C}$***

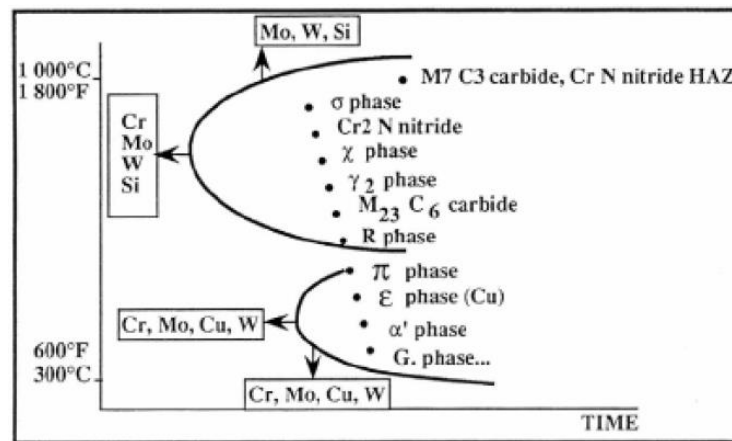
A des températures inférieures à  $600^\circ\text{C}$ , les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter une fragilisation de la ferrite par transformation localisée de cette dernière en phase  $\alpha'$ . La phase  $\alpha'$  est très riche en chrome, jusqu'à 80%, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la ferrite. Elle se forme par décomposition spinodale ( $280 \leq T \leq 475^\circ\text{C}$ ) ou par germination et croissance selon la teneur en chrome et la température (souvent à température voisine de  $500^\circ\text{C}$  car elle nécessite alors un processus de diffusion avec création d'interfaces). La transformation spinodale est une transformation homogène qui se fait sans apport d'énergie. Ce processus est dû à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre de la ferrite.

D'autres précipités à base de carbone, d'azote ou de chrome principalement, et d'autres phases intermétalliques, telles que les phases  $\pi$ ,  $\chi$ ,  $\varepsilon$ , **G** ou **R** peuvent se former par maintien en température.

Dans les aciers austéno-ferritiques, ces transformations se produisent dans la ferrite. Elles ne sont pas visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni

même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographie très proche, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique à transmission, la microscopie atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la diffusion des neutrons aux petites angles [4]. Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion  $\alpha/\alpha'$  et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G.

Le diagramme de la figure I.10 récapitule les différents précipités qui peuvent se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de températures :



**Figure I.10** : Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex [29]

**Table I.2** – Détails des principaux précipités et intermétalliques observés dans les aciers duplex après vieillissement. [30]

Phases	Formule chimique nominale	Structure cristallographique	Température de formation (°C)	Groupe d'espace	Paramètre de maille (nm)
$\sigma$	Fe-Cr-Mo	quadratique centré	600-1000	P4 <sub>2</sub> /mnm	a = 0,879-0,883 c = 0,454-0,459
$\chi$	Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub>	cubique centré	700-900	I43m	0,892
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	cubique faces centrées	500-950	Fm $\bar{3}$ m	1,056-1,065
Cr <sub>2</sub> N	Cr <sub>2</sub> N	trigonale	600-1050	P $\bar{3}$ 1m	a = 0,478-0,480 c = 0,444-0,447
CrN	CrN	cubique faces centrées		Fm $\bar{3}$ m	0,4097-0,4577
G	Ni <sub>16</sub> Si <sub>7</sub> Ti <sub>6</sub>	cubique faces centrées	300-500	Fm $\bar{3}$ m	1.14
$\pi$	Fe <sub>7</sub> Mo <sub>13</sub> N <sub>4</sub>	cubique	550-600	P4 <sub>1</sub> 32	0,647
$\tau$		orthorhombique	550-650	Fmmm	a = 0.405 b = 0,484 c = 0,286
R	Fe-Cr-Mo	trigonale	550-650	R3	a = 1,090 c = 1,934



### ***I.1.3.4 La précipitation de la phase G***

Si la précipitation de  $\alpha'$  est considérée comme le mécanisme principal de fragilisation des aciers inoxydables austéno-ferritiques lors de vieillissements thermiques à des températures relativement faibles, le rôle d'une phase riche en nickel et en silicium, appelée phase G, est plus controversé. Cette phase est généralement observée par MET comme étant de structure cubique à faces centrées ayant une relation d'orientation cube sur cube avec la ferrite. Elle est plus reconnaissable par sa structure que par sa composition qui est donnée comme étant  $Ni_{16}Ti_{6}Si_7$  avec un haut niveau de substitution des atomes Ni et Si [10].

Dans tous les cas, la phase G apparaît sous forme de petits précipités grossièrement sphériques finement dispersés plus ou moins uniformément dans la ferrite. Il en existe deux types : un dans la matrice ferritique de diamètre de l'ordre de quelques nanomètres et l'autre proche des dislocations, généralement plus gros (4 à 5 fois plus gros) [4].

Les précipités sont d'autant plus gros que la température de vieillissement est élevée. On les observe en général pour des températures supérieures à 350 °C. Une augmentation du temps de vieillissement à 350 °C ne modifie pas énormément leur taille, alors qu'à 400 °C, elle grandit de façon plus importante [4].

Les auteurs ayant utilisé la sonde atomique pour l'étude de l'évolution microstructurale de ces aciers ont pu remarquer que les précipités de phase G se formaient aux interfaces  $\alpha-\alpha'$ . On peut expliquer ce phénomène par le rejet de Ni et de Si à partir des phases  $\alpha'$  et  $\alpha$  respectivement [31]. La composition de la phase G est assez complexe. Elle est enrichie par tous les éléments sauf en Fe et en Cr [4]. Certains auteurs ont également obtenu des clichés de diffraction complexes et sont arrivés à la conclusion qu'il n'était pas inconcevable que la phase G soit associée à une autre phase intermétallique de symétrie d'ordre 5 ou qu'elle soit séparée en petits domaines. L'addition de Mo comme celle de Ni ou de Si semble jouer un rôle important.

En effet, il a été constaté que la densité de particules de phase G dans un acier CF8 (contenant 0,07 % de Mo en poids) était considérablement plus faible que celle d'un acier CF8M (contenant 2,56 % de Mo) et que leur taille était légèrement plus petite [4].

## **I.1.4 Les principales propriétés des aciers inoxydables duplex**

### ***I.1.4.1 Propriétés mécaniques***

Les aciers inoxydables duplex possèdent des propriétés mécaniques très importantes comparées à celles des autres catégories d'aciers inoxydables (austénitiques, ferritiques et martensitiques). Les caractéristiques mécaniques des aciers duplex sont présentées dans le (Tableau I.2).



**Tableau I.3** : Les propriétés mécaniques de quelques types d'aciers inoxydables duplex[13]

Désignation	La norme UNS	Résistance à la traction	Limite élastique	Élongation	Dureté max	
					HB	HRB
2303	S32304	600	400	25.0	290	32
2205	S31803	620	450	25.0	293	31
2205	S32550	760	550	15.0	302	32
2507	S32750	795	550	15.0	310	32

**a/ Caractéristiques de traction :**

Les valeurs élevées de la résistance à la traction et de la limite élastique résultent de la simultanéité des mécanismes suivants [14] :

- Durcissement par solution solide interstitielle (C, N).
- Durcissement par solution solide substitutionnelle (Cr, Mo, Ni).
- Durcissement dû à la ferrite.

**b/ Dureté :** les aciers inoxydables duplex présentent des duretés très élevées. Ces duretés varient entre 290 et 310 (HB) selon le type d'alliage. En plus, du durcissement par les éléments d'alliage (interstitielles ou substitutionnelles) et par la phase ferritique, les aciers austéno-ferritiques peuvent être durcis par traitement thermique. Le premier domaine entre 700°C et 900°C où il y a formation des phases intermétalliques.

Le deuxième domaine est compris entre 300°C et 550°C où on peut obtenir un durcissement notable tout en conservant une bonne ductilité.

**c/ Ductilité :** les aciers inoxydables duplex possèdent une bonne ductilité grâce à la présence de la matrice austénitique, qui conserve aussi une bonne ténacité.

**d/ Résilience :** la résilience des alliages austéno-ferritiques reste excellente même à basse température. Leur usage peut être envisagé jusqu'à -50°C, voire des températures inférieures avec des précautions particulières [15].

#### ***1.1.4.2 Propriétés physiques***

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles, voisins de ceux des aciers au carbone [1], ce qui les rend convenables aux conditions de cyclages thermiques. De plus, la conductivité thermique est plus importante que celles des aciers austénitiques. Aussi, comme les aciers inoxydables austéno ferritiques contiennent environ 50% de ferrite, ils présentent un certain degré de magnétisme. Quelques propriétés physiques des aciers inoxydables duplex sont données dans les tableaux I.3 et I.4

**Tableau I.4** : Propriétés physiques typiques des différents aciers inoxydables [14].

Grades		Températures (°C)	Module de Young (GPa)	coefficient d'expansion thermique ( $10^{-6}K^{-1}$ )	Chaleur spécifique ( $JKg^{-1}K^{-1}$ )	Conductivité thermique ( $Wm^{-1}K^{-1}$ )
Ferritique	A516	20	205	12.5	450	60
	S43000	20	205	10	480	22
	S44700	20	205	10	480	21
Austénitique	S30400	20	205	16	520	16
	N08904	20	205	16	544	15
Duplex	S31803	20	200	-	470	14
		100	190	13	500	15
		200	180	14	530	17
		300	170	14.5	560	18
	S32304	20	200	13	470	16

**Tableau I.4:** Propriétés physiques à la température ambiante des aciers duplex [16].

Désignation	UNS number	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Chaleur spécifique (J/kg°K)	Résistivité électrique ( $\mu\Omega$ /m)	Module d'Young (GPa)
2304	S32304	7.75	482	—	200
2205	S31803	7.85	482	0.80	200
2505	S32550	7.81	488	0.84	201
2507	S32550	7.79	485	—	200

## I.2 Définition du soudage

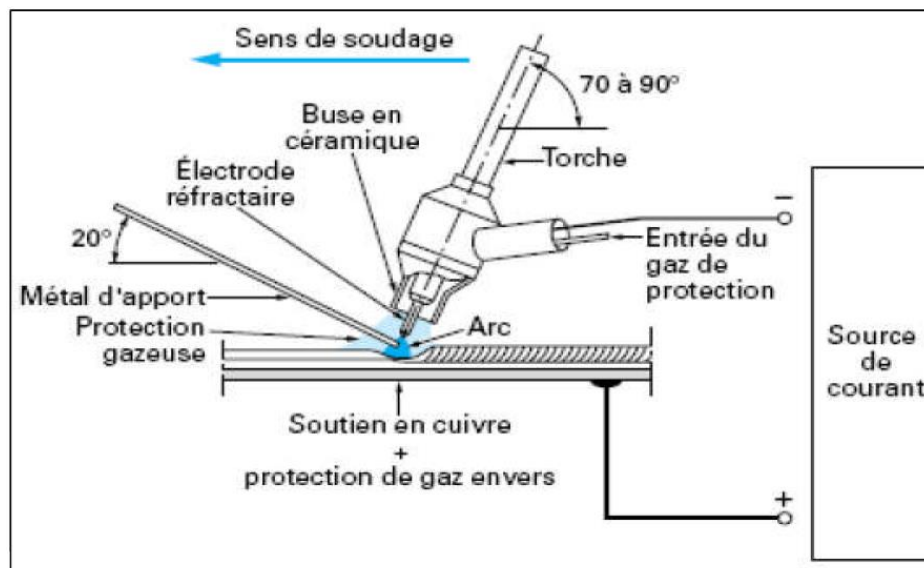
Le soudage est défini comme étant un procédé d'assemblage qui y a pour but d'assurer une continuité physique entre les deux éléments à rassembler. Cette dernière peut être obtenue par deux méthodes fondamentales différentes, soit par contact liquide/liquide (fusion locale le cas de notre soudure) ou par contact solide/solide (cas de la diffusion). Pour chaque matériau, la soudabilité recouvre trois aspects essentiels sont [17] :

- La soudabilité opératoire qui étudie les conditions de réaliser une jonction entre les deux métaux.
- La soudabilité locale ou métallurgique qui enveloppe l'étude de toutes modifications locales telles que les changements structuraux et les modifications physico-chimiques.
- La soudabilité globale s'attache à définir les propriétés d'ensembles de la construction pour mettre en évidence la sensibilité de joint soudé à la fissuration.

## I.2.1 Le Procédé TIG

Le soudage TIG est un procédé à l'arc sous protection d'un gaz inerte avec une électrode infusible (tungstène) où l'arc jaillit entre l'électrode de tungstène et la pièce à souder au sein de l'enceinte protégée (l'atmosphère du gaz inerte). Le métal d'apport est amené soit manuellement ou automatiquement dans le bain de fusion (**Figure I.11**).

L'électrode en tungstène peut contenir des éléments d'alliages qui favorisent l'émission électronique telle que le thorium. L'utilisation de gaz neutre permet la protection de l'arc et le bain fondu à l'atmosphère ambiante, dont le bain est protégé de l'atmosphère par la forme conique invisible de gaz inerte de protection Argon ou mélange Argon-Hélium (sont utilisés pour les aciers inoxydables qui conviennent tels que les aciers austénitiques, ferritiques et martensitique) ou par mélange Argon-Hydrogène( il est déconseillé pour les aciers ferritiques, martensitique et austéno-ferritiques car la présence de l'hydrogène dans le bain de fusion peut provoquer une fragilisation du joint soudé) Pour le soudage sans métal d'apport des aciers inoxydables duplex, on utilise souvent un mélange Argon-Azote pour but de maintenir l'équilibre ferrite-austénite dans le joint soudé, l'azote est utilisé pour baisser la teneur en ferrite à la racine des joints soudés grâce à son puissant pouvoir gammagène. Pour le soudage avec métal d'apport, les produits utilisés comme métal d'apport sont soit sous forme de baguettes(en soudage manuel) ou sous forme de fil (en soudage automatique)[17].



**Figure I.11** : Principe du soudage manuel par le procédé TIG (ou GTAW) [27].

## I.2.2 Soudabilité des aciers inoxydables duplex

Souvent les aciers inoxydables ont une bonne soudabilité, ils se solidifient en ferrite (phase  $\delta$ ) et subissent une transformation partielle en austénite au cours du refroidissement. La structure de la soudure dépend de l'équilibre entre les éléments alphas et gammas et de même de cycle thermique de soudage tel que :

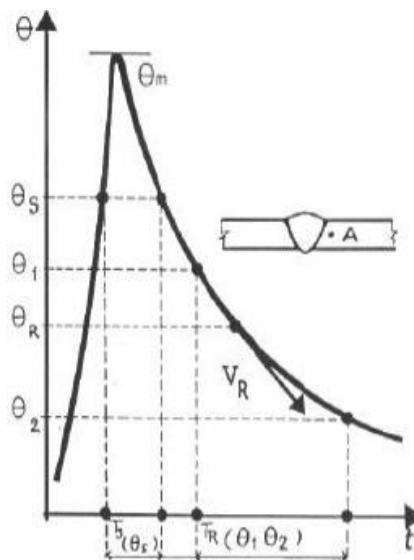
- Les cycles thermiques rapides provoquent une forte formation de ferrite dans le joint soudé ce qui a pour effet de détériorer les caractéristiques de résilience.
- Les cycles thermiques lents favorisent la formation de l'austénite au refroidissement Et ils provoquent aussi la précipitation des nitrures et les phases intermétalliques (phase  $\sigma$ ) dont les effets néfastes sur la résistance à la corrosion et sur la résilience. Généralement, pour éviter ces phénomènes, il faudra prendre précaution de garder l'énergie de soudage entre 8 et 18 kJ/cm et de maintenir la température entre passes au-dessous de 100 à 120°C [18].

### I.2.3 Le cycle thermique de soudage

L'assemblage des pièces par le soudage s'effectue par un apport important d'énergie donc une importante chaleur localisée sur la pièce dont leur propagation sur la pièce provoque un traitement thermique qui est caractérisée par ces effets suivants :

- Un chauffage très rapide jusqu'à une température comprise entre la température initiale (de la pièce) et la température de fusion (au cordon).
- Un refroidissement qui succède immédiatement au chauffage dont la cinétique dépend essentiellement des paramètres de soudage.

La propagation de la chaleur du cordon vers l'extrémité de la pièce selon un gradient thermique provoque des phénomènes métallurgiques durant l'opération de soudage, et en un point donné de l'assemblage, il faut donc connaître la variation de la température en fonction de temps, c'est-à-dire, le cycle thermique de soudage. Selon ce cycle, on peut enfin déterminer le choix des procédés de soudage et les modes opératoires. La courbe  $\theta = f(t)$  tracé en un point A au voisinage d'une soudure est représentée dans la **Figure I.1**



**Figure I.12 :** Cycle thermique du soudage ( point A)[19].

où :

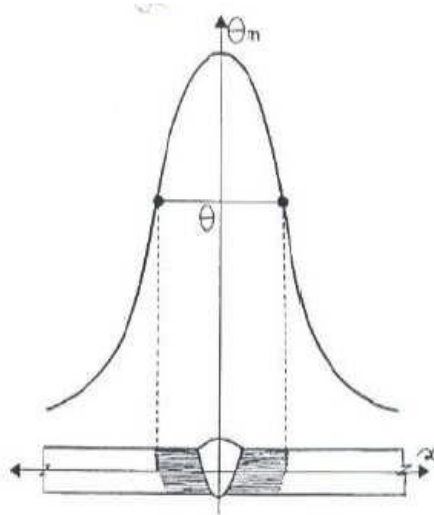
L  $\theta_m$  : La température maximale atteinte.

TS : Le temps de séjour au-dessus d'une température  $\theta_S$ .

TR ( $\theta_1, \theta_2$ ) : Temps de refroidissement entre deux températures  $\theta_1$  et  $\theta_2$ .

VR : Vitesse de refroidissement à une température  $\theta_R$ .

En plus, en un point de l'assemblage, ces dernières grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent place en ce point. Par exemple, la répartition thermique aux alentours d'une soudure qui se détermine par la courbe  $\theta_m = f(x)$  (Figure I.8), qui donne la variation de la température maximale  $\theta_m$  atteinte en chaque point en fonction de la distance ( $x$ ).



**Figure I.13** : Variation de la température  $\theta_m$  en fonction de la distance  $x$  aux alentours de joint soudé [19].

A travers le cycle de soudage, le gradient thermique provoque des changements microstructuraux dans le métal de base. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point. Après soudage, on distingue successivement, selon l'axe de cordon ( $x$ ), les zones suivantes

(Figure I.14 et I.15) :

- ✓ Métal de Base (MB) : Métal des pièces à assembler (de l'acier inoxydable duplex), il est caractérisé par une structure en bande constituée de grain d'austénite et de ferrite (50/50).
- ✓ La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) : C'est la partie de métal de base qui n'a pas été fondue (la zone entre le cordon et le métal de base non fondue), mais elle a subi des modifications microstructuraux à cause de la chaleur du soudage. Elle est caractérisée par une structure granulaire.
- ✓ La Zone de Liaison (ZL) : C'est une zone de frontière entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue.
- ✓ La Zone Fondue (ZF) : C'est une zone de métal fondu après solidification, cette zone est caractérisée par une structure aciculaire de type Widmanstätten et dendritique.

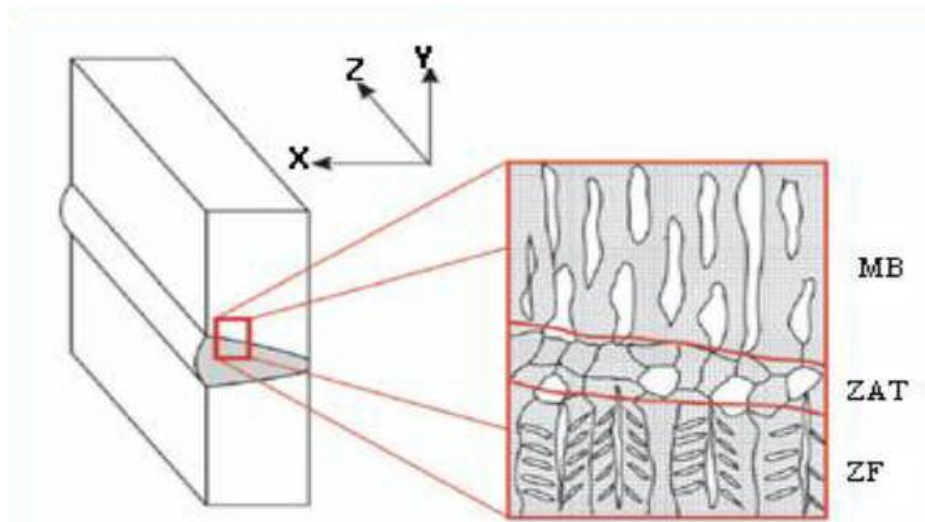


Figure I.14 : Structure de la soudure dans un acier austéno-ferritique [17]

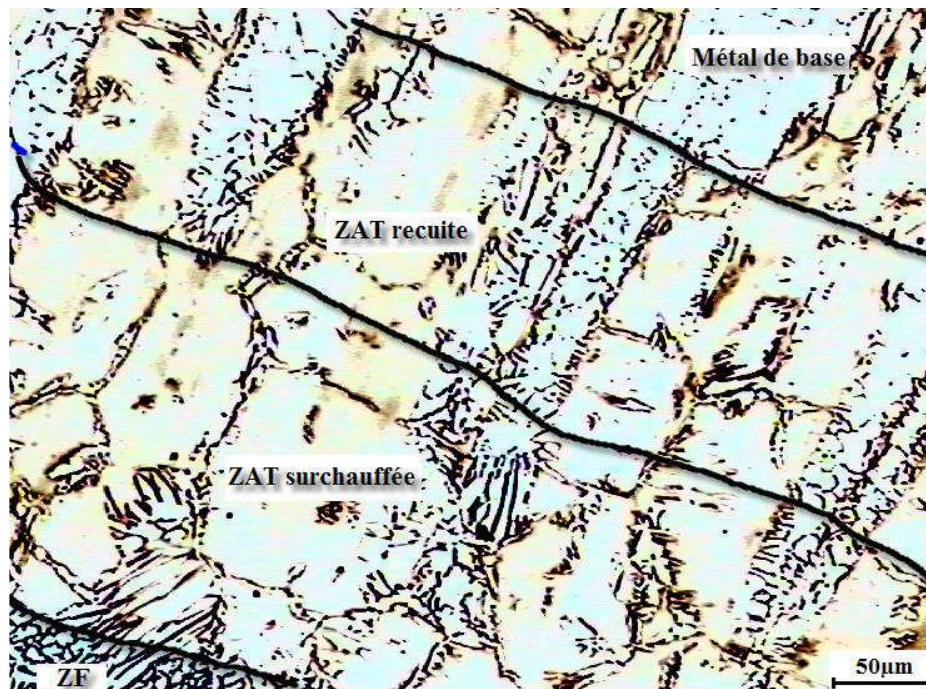


Figure I.15 : La structure métallographique de la soudure (MB, ZAT et ZF)[17]

#### I.2.4 Les principaux défauts aux joints soudés

Les principaux défauts qui peuvent se rencontrer en pratique sont dus à une exécution défectueuse des joints soudés que se soient des défauts opératoires ou des défauts de soudage interne. Parmi ces défauts, on trouve :

- **Le manque de pénétration** : Ce défaut est grave, il engendre une réduction de la section du métal de la soudure et constitue une amorce rupture.
- **Le manque de fusion** : Il est dû au fait que le métal de base n'a pas été chauffé à une température suffisante d'où l'absence de la liaison avec le métal d'apport fusionné.

- **La porosité** : Résulte de l'inclusion de gaz dans le métal fondu sous forme des bulles isolées, ces cavités se nomment des soufflures ou des piqûres.
- **Les inclusions** : On distingue les inclusions d'oxyde et les inclusions de laitier, sont essentiellement notables dans les procédés soudage non protégés.
- **La fissuration à chaud** : On distingue deux types de fissures : les fissures de solidification sont localisées dans les directions de solidification et les fissures de liquation sont remarquables dans la ZAT.
- **La fissure à froid** : Elles sont souvent apparaissent à des basses températures (au dessous 200°C). Elles sont fines et non pas d'orientation privilégiée par rapport à la microstructure, elles se développent souvent dans la ZAT mais parfois dans le métal fondu.
- **La fissuration au réchauffage** : Elle est de caractère intergranulaire, et se rencontre essentiellement dans la ZAT à gros grains et rarement dans le métal fondu.
- **Les microfissures** : Ce sont des fissures à l'échelle microscopique, elles sont souvent liées à la présence d'hydrogène et à la trempe. En plus des défauts cités, on constate des défauts au niveau des cordons, qui peuvent accentuer les risques de corrosion et la rupture par la fatigue, ce sont :
  - **Les cordons trop bombés** : sont dus à l'intensité trop faible du courant et un balancement insuffisant de l'électrode.
  - **Les cordons trop étalés** dus à la très importance de l'intensité du courant et le surchauffage des pièces.
  - **Les cordons irréguliers** résultent souvent d'un choix défectueux de l'intensité du courant de soudage ou de l'utilisation d'électrodes non appropriées au métal des pièces.

## I.3 Vieillessement

### I.3.1 Introduction

Depuis sa découverte en 1949, le phénomène de fragilisation des alliages Fe-Cr a donné lieu à de nombreuses études. Tout d'abord, cette fragilisation se traduit par une augmentation de la dureté de l'alliage et une diminution de sa résilience. Ce phénomène survient dans un large domaine de température s'étendant de 300°C à 500°C. Il a été constaté que l'effet est d'autant plus marqué que la teneur en Cr de l'alliage augmente.

En parallèle à l'évaluation des conséquences, les causes à l'origine de ces phénomènes ont été étudiées. Les dimensions caractéristiques du phénomène de décomposition de la ferrite sursaturée en Cr observé dans cette gamme de température sont de l'ordre du nanomètre. Si l'on ajoutait à cela le manque de contraste électronique entre le Fe et le Cr rendant peu pertinente les techniques classique de microanalyse, on comprend les difficultés des premières approches. Ainsi dans les années 1980, très peu de résultats scientifiques, relatifs à ce phénomène, ont été publiés.

Les travaux de Fisher et al. Peuvent être cités en premier lieu, puisqu'ils parviennent en 1953, à observer à l'aide d'un microscope électronique à transmission, une fine précipitation de



particules sphériques d'un diamètre moyen de 20 nm dans un alliage binaire Fe-Cr 28.5% de Cr vieilli pendant 3 ans à 482°C. Ces auteurs suggèrent pour, pour expliquer cette observation, l'existence d'une lacune de miscibilité à basse température (<500°C) dans le diagramme de phase Fe-Cr. Un peu plus tard, Williams et Paxton confirment les résultats de Fisher et proposent la présence de cette lacune de miscibilité sous le domaine d'existence de la phase  $\alpha/\alpha'$ , phase bien connue pour son caractère extrêmement fragilisant. Imai et al. En 1966, suivi de Chandra et Schwartz en 1971, proposent puis confirment par des mesures magnétiques, qu'une réaction de type spinodale se produit à l'intérieur de la lacune de miscibilité. Chandra et Schwartz indiquent que la ferrite est sujette à une séparation de phases jusqu'à des températures de l'ordre de 550°C. Cette décomposition donne lieu à la formation de phases riches en Fe et de phases  $\alpha'$  riches en chrome. Les deux phases sont de structures cubiques centrées [10].

### **I.3.2 Définition du vieillissement**

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés des matériaux, son effet se traduit par un durcissement, une diminution de la ductilité et une diminution de la ténacité. Le phénomène de vieillissement thermique peut se produire dans les composants en aciers inoxydables duplex, durant les processus de fabrication, de soudage et après de longue période d'exposition à la température de service. Ce phénomène a été observé dans les composants en duplex du système de refroidissement du réacteur (RCS-Reactor Cooling System) dont la température opératoire est de 290-330°C et dans les composants d'échangeurs thermiques en duplex avec une température maximale de 350°C [20].

Le phénomène principal à l'origine du vieillissement thermique est la formation de précipités  $\alpha'$  suite à la démixtion du chrome présent dans la phase ferritique de ces aciers. Comme conséquence la ferrite devient dure et fragile. Le mécanisme de durcissement de la ferrite est attribué au cisaillement des précipités  $\alpha'$ . Cependant, plusieurs phénomènes contribuent aussi au durcissement [21].

L'intensité du vieillissement varie avec les conditions d'expositions (durée et température) mais aussi avec la composition chimique, la proportion et la morphologie de la ferrite. C'est pourquoi les paramètres métallurgiques et de fabrication jouent un rôle important, rendant le problème de vieillissement plus complexe encore.

### **I.3.3 Effets du vieillissement**

#### ***I.3.3.1 Sur les propriétés mécaniques***

Le vieillissement des aciers ferritiques entraîne une augmentation de leur dureté globale et une chute de résilience. Les propriétés de traction sont également modifiées. Dans tous les cas, la ductilité diminue et, de façon générale, la limite d'élasticité augmente. L'évolution de la résistance mécanique est plus complexe. Il a été établi que les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques varient considérablement d'un alliage à un autre et que plus l'acier contient de chrome plus la cinétique et le degré de fragilisation sont élevés [21].



### I.3.3.2 Sur les mécanismes de déformation et de rupture

Selon la teneur en chrome, la déformation après vieillissement est accompagnée de l'apparition du maillage mécanique. Cependant, le maillage n'est pas la seule cause possible de fragilisation. En effet, Nichol et al. [23] remarquent du glissement localisé (empilement de dislocations) susceptible d'être à l'origine de la rupture par concentration locale de contraintes. Dans les deux cas, la rupture des aciers ferritiques devient fragile et se produit par clivage transgranulaire [Nichol, 22].

### I.3.4 Mécanismes de durcissement des aciers ferritiques

Plusieurs mécanismes contribuent au durcissement des aciers ferritiques. Les principaux mécanismes cités par la plupart des auteurs sont les effets de cohérence, les effets de module et les effets chimiques.

- L'origine du **durcissement par effet de cohérence** vient de l'existence de contraintes internes dues à la présence de précipités de phase  $\alpha'$  cohérents avec la matrice mais de paramètre de maille légèrement différent. Le passage d'une dislocation dans le champ de ces contraintes va être facilité ou au contraire rendu plus difficile suivant leur signe. La dureté du matériau est ainsi augmentée. Si les précipités sont en réalité des fluctuations de composition chimique, comme c'est le cas lorsque la précipitation a lieu par décomposition spinodale, le même mécanisme est mis en jeu. En effet, la fluctuation de la teneur en chrome entraîne une variation du paramètre de maille et donc des contraintes internes.
- **Le durcissement par effet de module** provient de la différence des modules de cisaillement de la matrice et des précipités ( $\mu_{Fe} < \mu_{Cr}$  où  $\mu$  est le module de cisaillement). Cette différence entraîne comme dans le premier mécanisme une variation d'énergie élastique des dislocations à l'intérieur des précipités. Dans le cas de la décomposition spinodale (voir figure II.1), le même raisonnement peut être effectué à condition de considérer le module de cisaillement comme étant fonction de la teneur en chrome.

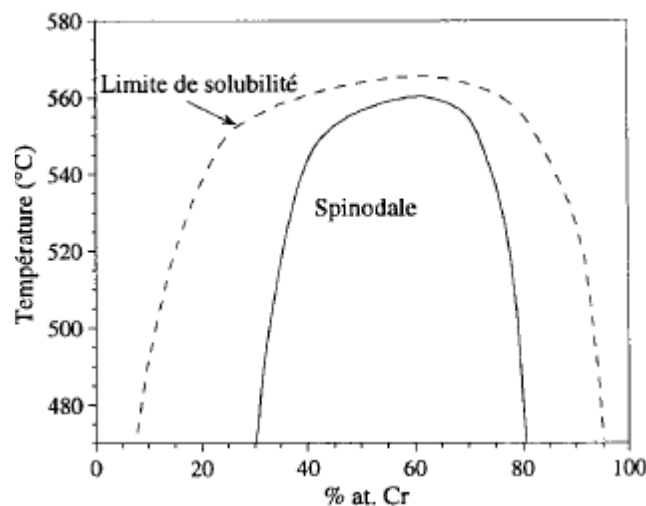


Figure I.16 : limite de la solubilité du chrome dans le fer et limite spinodale [4]

Lorsqu'un précipité est cisailé, une interface supplémentaire se crée augmentant ainsi l'énergie totale du système. C'est l'origine du durcissement par effet chimique ou par création d'interface. D'autres mécanismes de durcissement existent tels que la friction de réseau .qui est considéré comme étant celui ayant le plus d'influence sur la fragilisation des aciers ferritiques. [22].

# **CHAPITRE II**

## **Corrosion sous tension des aciers inoxydables**

## **II. Introduction :**

la propriété principale qui définit les aciers inoxydables est leur résistance à la corrosion et, en particulier, à l'oxydation qui en fait des matériaux de choix pour les industries de la chimie, de la pétrochimie, de la pâte et du papier, de production d'énergie, de l'agro-alimentaire, de l'eau, de la construction et du génie civil. Cette résistance à la corrosion est liée à leur teneur élevée en chrome (de 10 à 30%) et renforcée par les additions du molybdène jusqu'à 7% et d'autres éléments d'alliage comme le tungstène, le cuivre, le nickel, l'azote. Le nickel et l'azote sont utilisés pour renforcer la structure austénitique des aciers inoxydables car ils jouent souvent un rôle positif sur leur tenue à la corrosion, à la différence du carbone [10].

La corrosion sous contrainte peut affecter toutes les structures et les composants métalliques soumis à des contraintes sous un environnement corrosif. Ces conditions provoquent la formation et la croissance rapide des fissures dans les structures. Ceci peut être particulièrement dangereux surtout quand le facteur de sécurité est primordial (industrie pétrochimique, installations de gaz, industrie chimique, aéronautique, industrie nucléaire). L'étude de la corrosion sous contrainte exige une approche interdisciplinaire qui implique l'électrochimie, la science des matériaux et la mécanique.

### **II.1 Résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques**

#### **II.1.1 Corrosion généralisée**

Les aciers inoxydables martensitiques, ferritiques et austénitiques ont une bonne résistance à de nombreux types d'attaques corrosives ; la capacité de résistance à la corrosion est fonction de la composition chimique, du traitement thermique, des phases présentes, de la distribution des éléments chimiques dans chaque phase, de la possibilité de précipitation de carbures, du milieu agressif (températures, composition chimique).

Bien que les aciers inoxydables austéno-ferritiques aient des propriétés mécaniques appréciables, c'est la résistance à la corrosion qui est la principale raison de l'utilisation de ces aciers : le comportement à la corrosion de ces aciers est comparable ou supérieur à celui des aciers inoxydables austénitiques ayant les mêmes teneurs en chrome et molybdène.

Cette résistance est due à l'existence d'une couche passive superficielle d'oxyde de chrome dont les propriétés sont déterminées principalement par la composition du métal. La composition de cette couche passive dépend soit de la composition de l'acier en raison des divers processus d'enrichissement, soit de la dissolution préférentielle, par exemple du fer, au contact des divers milieux agressifs : les propriétés de résistance à la corrosion de cette couche passive sont dues à une teneur élevée en chrome, aidée d'une importante contribution des autres éléments chimiques comme le nickel, le molybdène, le cuivre, l'azote et le silicium. Les couches superficielles sont plus épaisses sur la phase ferritique que sur celle de l'austénite, mais cela ne signifie pas que la ferrite soit plus résistante à la corrosion généralisée que l'austénite ; c'est en effet le contraire que l'on a observé sur les courbes intensité-potentiel, où il est montré que l'austénite est moins attaquée en raison de sa plus forte teneur en nickel. Les autres éléments, répartis différemment entre l'austénite et la ferrite influencent également la résistance à la corrosion :

La teneur en chrome est fondamentale pour la résistance à la corrosion : le chrome, dans un acier inoxydable se trouve sous trois manières :

- en solution solide réparti entre la ferrite et l'austénite avec une teneur dans la ferrite plus élevée.
- Sous forme d'oxyde de chrome dans la couche de passivation
- Sous forme de carbure de chrome, de molybdène, de titane ou de niobium.

Il est difficile de dépasser une teneur de 25% en raison des risques de formation de la phase  $\sigma$ , phase dangereuse qui augmente la fragilisation et diminue la résistance à la corrosion.

Le nickel améliore la résistance à la corrosion caverneuse, car il contrôle le pourcentage  $\gamma/\alpha$ . Le meilleur compromis est d'avoir ce pourcentage voisin de 50% et, par conséquent, la teneur en nickel ne peut pas dépasser 7 - 8% environ : une teneur trop élevée augmente les risques de formation de la phase  $\sigma$ .

Le molybdène [Nillson 1992, De Cristofaro 1993] le molybdène se concentre dans la ferrite et améliore considérablement la résistance à la corrosion, limite la corrosion par piqûration, par crevasses et la corrosion en milieu acide réducteur, mais cet élément a un très fort effet alphasagène et de plus, sa teneur ne peut pas dépasser 3 - 4% environ, en raison des risques de précipitation de la phase  $\sigma$ .

L'azote, élément gammagène, se concentre dans l'austénite a un effet gammagène très puissant et améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion par piqûration et par crevasse, en raison de son effet inhibiteur de la dissolution active en milieu acide.

Le cuivre améliore la résistance à la corrosion en milieu acide réducteur et à la corrosion par piqûration et par crevasse, bien que son effet sur l'amorçage des piqûres soit controversé.

La présence de plusieurs phases modifie la résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques. Les diverses phases qui peuvent précipiter sont très chargées en chrome, molybdène et nickel. Ces précipités appauvrissent en ces éléments essentiels la matrice, dont la résistance à la corrosion peut localement diminuer. Il semble que la phase  $\alpha'$  soit moins dangereuse car probablement elle appauvrit moins la matrice ferritique. De même, la phase  $\epsilon$  riche en cuivre ne semble pas être la cause d'une corrosion localisée très marquée.

Les phases intermétalliques peuvent aggraver les phénomènes de corrosion sous contrainte. Parmi les nombreux modes d'attaque corrosive, il est important de rappeler que les aciers inoxydables austéno-ferritiques subissent rarement une corrosion généralisée (pour laquelle les vitesses de dissolution sont rigoureusement identiques sur toute la surface).

## **II.1.2 Résistance à la corrosion intergranulaire.**

La résistance à la corrosion intergranulaire des aciers inoxydables austéno ferritiques est plus élevée par rapport aux autres catégories d'aciers grâce au taux élevé du chrome (20-25 %) et à la présence du nickel et du molybdène.

- la teneur en chrome dans la ferrite est élevée, même après précipitation des carbures ; L'appauvrissement en chrome dans les régions limitrophes aux joints provoqué par les précipitations des carbures de chrome n'est pas significative et le taux en chrome de ces zones reste supérieur à 13 % ce qui préserve leur inoxydabilité.

La présence de ferrite modifie la résistance à la corrosion intergranulaire de ces aciers, en diminuant le domaine de température où l'acier subit le processus de sensibilisation.

Lorsque les aciers inoxydables austéno-ferritiques (teneur en ferrite entre 30 et 60%) possèdent des teneurs en molybdène entre 2 et 3%, ils ne sont pratiquement pas sensibles à la corrosion intergranulaire dans des solutions d'acide sulfurique additionnées de sulfate de cuivre. Cette influence favorable du molybdène est probablement due à son action sur les phénomènes de diffusion et de précipitation, sur l'amélioration de la passivité et à la diminution de la vitesse de dissolution. D'autre part, le molybdène a une affinité pour le carbone très supérieure à celle du chrome et les carbures de molybdène sont plus fins et très dispersés dans la matrice ; ce qui limite la précipitation des carbures de chrome et permet d'éviter la précipitation intergranulaire.

- la diffusion du chrome dans la ferrite (réseau cristallin moins compact que celui de l'austénite) est beaucoup plus rapide que dans l'austénite (les coefficients de diffusion du chrome dans la ferrite et dans l'austénite, à 700°C sont dans le rapport 100 à 1) ; si la précipitation de carbures de chrome a lieu aux joints de grains, il est possible de remplacer plus rapidement le chrome formant  $M_23C_6$  avec le chrome contenu dans la matrice ;

- le mécanisme le plus plausible d'action de la ferrite semble être le suivant : après traitement à haute température, avant revenu de sensibilisation, le carbone se rassemble aux interfaces, notamment autour des îlots de ferrite qui entourent les grains d'austénite. Pendant le revenu à 700°C, le carbone précipite autour et à l'intérieur de ces îlots (si la durée de revenu est suffisante). Les carbures ne forment donc pas un réseau continu comme dans les aciers inoxydables austénitiques. Le cheminement de l'attaque corrosive inter granulaire n'est pas continu.

### **II.1.3 Résistance à la corrosion par piqûres et crevasses.**

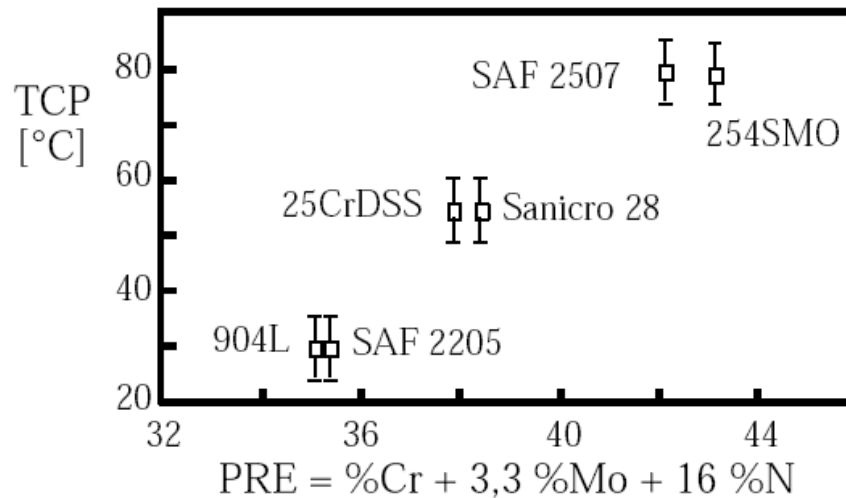
La résistance à la corrosion localisée est fortement dépendante de la composition chimique : les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont la même résistance à la corrosion que les aciers austénitiques ayant la même teneur en chrome et en molybdène [Audouard 1986, Liljay 1986].

La résistance à la corrosion par piqûres peut être exprimée par l'indice PRE (Pitting Résistance Equivalent) :

$$PRE = \%Cr + 3,3 \%Mo + k \%N$$

où k est un nombre compris entre 10 et 30. Généralement on utilise  $k = 16$ . Cet indice de résistance à la piqûration ne tient pas compte de l'effet du nickel et du cuivre, qui ont une grande influence sur la propagation de fissures. L'expérience montre qu'une bonne résistance à la piqûration en eau de mer nécessite une valeur de PRE égale ou supérieure à 30. Cet indice

est surtout utile pour déterminer la température critique de piqûration (TCP) suivant la composition chimique de chaque acier (**Figure II.1**)



**Figure II.1** : Température critique de piqûration et indice de résistance à la piqûration pour les aciers inoxydables austénoferritiques, [Audouard 1986].

Dans la relation précédente, les teneurs en soufre et en inclusions non métalliques (sulfures, silicates et oxydes) ne sont pas prises en compte. Cependant, dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques, l'attaque par piqûration se produit habituellement aux interfaces des phases où la quantité en impuretés est plus élevée.

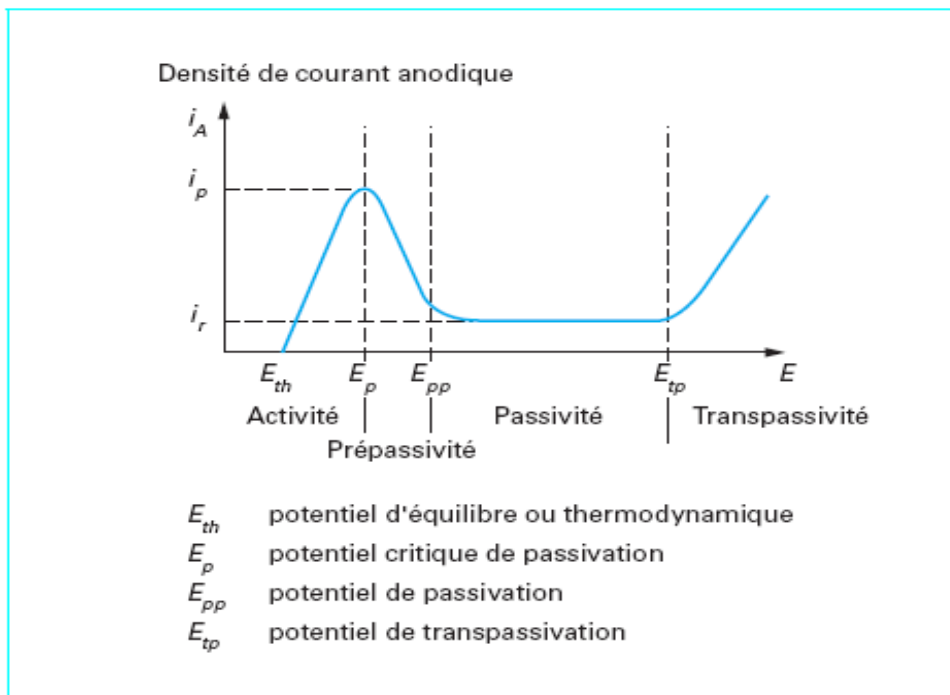
Le phénomène de la corrosion par piqûration peut être divisé en deux étapes :

- **amorçage** : les éléments les plus efficaces semblent être le chrome, le molybdène et l'azote, alors que le nickel a une action faible et le cuivre une action quasi-nulle ; il faut rappeler que le chrome et le molybdène se concentrent dans la ferrite, alors que le nickel et l'azote se concentrent dans l'austénite.
- **propagation** : le molybdène, l'azote, le nickel et le cuivre semblent être les éléments les plus favorables ; il faut rappeler également que ces éléments sont concentrés dans l'austénite. La répartition des éléments chimiques entre l'austénite et la ferrite, la formation de gradients de concentration en chrome, la précipitation d'autres phases ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ,  $\chi$ ,  $\gamma''$ ) pendant le revenu, le milieu agressif (teneur en chlorures, température, pH, potentiel d'oxydo-réduction) influent sur l'attaque intergranulaire, soit pendant l'amorçage, soit pendant la propagation des piqûres.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont habituellement une très bonne résistance à la corrosion par piqûration et par crevasse : cette bonne résistance dépend de leur état métallurgique. Les variations de la composition chimique, à l'échelle microscopique, peuvent être à l'origine de la corrosion : les différentes phases qui peuvent précipiter dans la ferrite ( $\chi$ ,  $\sigma$ ,  $\alpha'$ , carbures et nitrures de chrome) sont toutes riches en chrome et en molybdène et elles sont entourées de régions appauvries en ces éléments. Ces régions peuvent être des sites d'amorçages de corrosion par piqûration.

## II.2 passivité

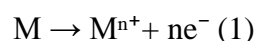
Le phénomène de passivité présente une très grande importance dans la mesure où il constitue la base du mécanisme de résistance à la corrosion des aciers inoxydables. Le phénomène de passivité se caractérise par la présence d'un film très mince (épaisseur de l'ordre de 10 à 20 nm), appelé film passif ou couche passive, à la surface de l'alliage métallique qui rend sa vitesse de corrosion négligeable. Le film passif, fortement solidaire du substrat métallique, empêche ou rend insignifiant le contact entre l'alliage et les agents plus ou moins agressifs du milieu environnant. Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, et se maintenir, il est nécessaire que l'alliage Fe-Cr ait une teneur minimale en Cr de l'ordre de 11%. Autrement dit, il existe un effet de seuil au-delà duquel le phénomène de passivité peut exister et au-dessous duquel il est impossible. De plus, si la couche passive devait être détruite localement par suite d'un endommagement accidentel (rayure par exemple), elle possède la propriété de pouvoir se reconstituer dans un grand nombre de milieux, ce qui traduit la propriété d'auto-passivation de l'alliage métallique dans ce milieu. La courbe de polarisation anodique  $i = f(E)$  a la forme caractéristique de la **Figure II.2** ci-dessous.



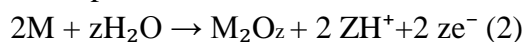
**Figure II.2 :** Courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable en milieu acide sulfurique [12]

Cette courbe présente un maximum pour  $E = E_p$  et se décompose en quatre principaux domaines :

**1- Pour  $E_{th} < E < E_p$  :** il y a dissolution selon la réaction :



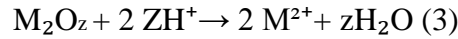
**2- Pour  $E_p < E < E_{pp}$  :** ( $E_{pp}$  représentant le potentiel de passivation), on observe une réaction qui se produit simultanément avec la précédente :



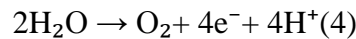


La formation de l'oxyde  $M_2O_z$  freine la dissolution du substrat métallique et on note corrélativement une diminution de la densité de courant.

**3- Pour  $E_{pp} < E < E_{tp}$**  : ( $E_{tp}$  représentant le potentiel de transpassivation), la densité de courant reste constante, ce qui signifie que l'alliage métallique se passive spontanément dans le milieu considéré. Dans cet état stationnaire, les réactions se déroulant à l'interface substrat métallique/couche passive sont identiques aux deux précédentes et à l'interface couche passive/solution, la réaction traduisant la dissolution de la couche passive est de type :

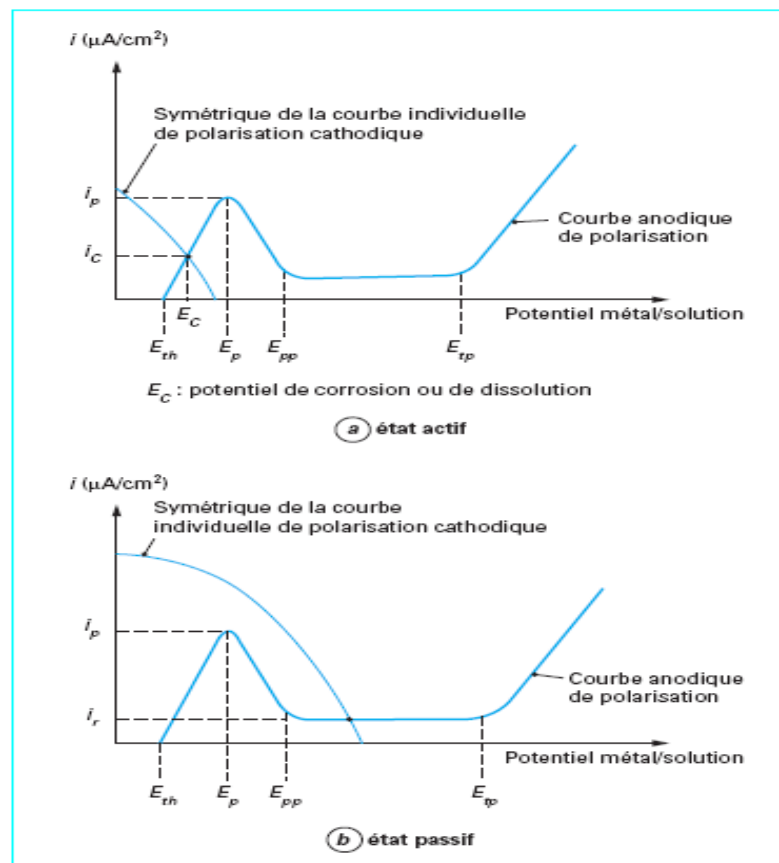


**4- Pour  $E > E_{tp}$**  : la densité de courant augmente de nouveau (transpassivité) et il se produit une réaction (oxydation de l'eau) qui entraîne la destruction de la couche passive [13] :



On remarque que plus le potentiel augmente, plus le métal s'oxyde et se dissout vite. Cependant, il finit par constituer à sa surface une très mince couche d'oxyde insoluble, cette couche de passivité ou couche passive est un composé oxygéné d'adsorption.

La hauteur du pic d'activité  $E_p$  dépend à la fois de l'alliage (teneurs en Cr, Ni et Mo) et du pH. Cette relation prend d'ailleurs une importance technologique tout à fait considérable pour cette famille.



**Figure II.3** : Points de fonctionnement d'un métal ou d'un alliage métallique

Ainsi, pour un acier inoxydable dans des eaux plus ou moins salées, le pic disparaît totalement à partir d'une valeur seuil se situant entre  $pH=1$  et  $pH=3$  (en l'absence d' $H_2S$ ). Au-

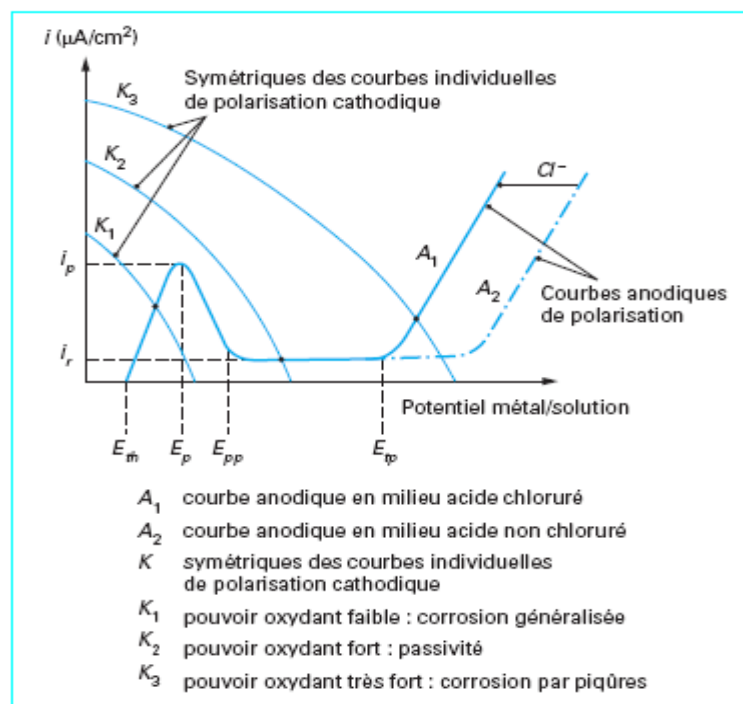
dessus de ce seuil de pH, dans tous ces milieux que l'on appellera neutres par extension, il est donc absolument impossible d'observer une corrosion uniforme de l'acier inoxydable [33].

On voit l'intérêt que présente le phénomène de passivité. Cependant, il est nécessaire de s'assurer que cette protection est stable car une détérioration de la couche passive due à une attaque chimique comme par exemple des ions de chlorures provoquera une corrosion importante.

a) Le **potentiel de corrosion EC** (Figure II.3 a) est défini par l'intersection de la courbe anodique et de la courbe cathodique de polarisation  $i_p$ . Si le métal est plongé dans la solution, la densité du courant de corrosion est  $i_c$ . Dans ce cas, le film passif préalablement formé va être détruit car un état passif stable ne peut être maintenu.

b) Au **potentiel critique de passivation  $E_p$** , la densité du courant cathodique est supérieure à la densité du courant critique de passivation (Figure II.3 b) Le métal ou l'alliage métallique se passives spontanément (auto passivation) dans le milieu considéré. On est en présence d'un état passif stable. C'est le cas des aciers inoxydables dans un grand nombre de solutions.

c) Le **pouvoir oxydant de la solution** joue également un rôle important. Dans le cas d'un alliage métallique passivable, tel qu'un acier inoxydable (Figure II.4), l'accroissement de la teneur en oxydant augmente d'abord la densité du courant de corrosion à l'état actif (courbe cathodique K1), puis la rend négligeable à l'état passif (courbe cathodique K2). Par contre, si la concentration de l'oxydant augmente encore (courbe cathodique K3), le point de fonctionnement se trouve dans le **domaine transpassif** et on observe alors une rupture localisée de la couche passive.



**Figure II.4 :** Points de fonctionnement d'un acier inoxydable en milieu acide chloruré et non chloruré[1]

### II.3 Définition de la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion localisée due à une perturbation de la passivité qui résulte de l'action synergique sur un matériau d'un milieu corrosif et d'une contrainte mécanique ou d'une déformation imposée au-dessous de la limite conventionnelle d'élasticité (figure II.5). L'action conjuguée de ces deux facteurs peut être suffisante pour provoquer la formation de microfissures, cette fissuration se produit à partir d'une rupture locale de la couche passive. La corrosion sous contrainte est donc liée à l'existence même de la passivité [13,15].

Les conditions opératoires et les facteurs influençant de la corrosion sous contrainte sont bien montrés dans la (Figure II.5) On peut distinguer trois parties :

- **Le système :**

Le système est soit un matériau, une soudure ou un revêtement. Les facteurs sont la composition chimique, la structure et les propriétés électrochimiques et mécaniques.

- **Les contraintes :**

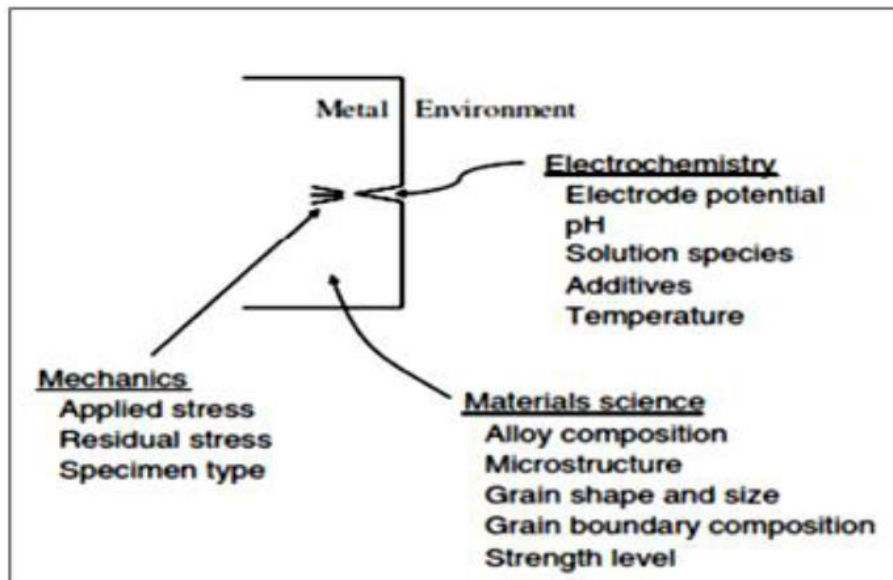
Les contraintes peuvent être résiduelles ou appliquées. Les contraintes résiduelles peuvent être d'origine thermique ou mécanique. Les facteurs sont la nature des contraintes (traction, compression,...), leur intensité.

- **L'environnement :**

C'est le milieu corrosif qui peut être liquide ou gazeux. Il est caractérisé par la constitution, les concentrations, le pH et la température [13].

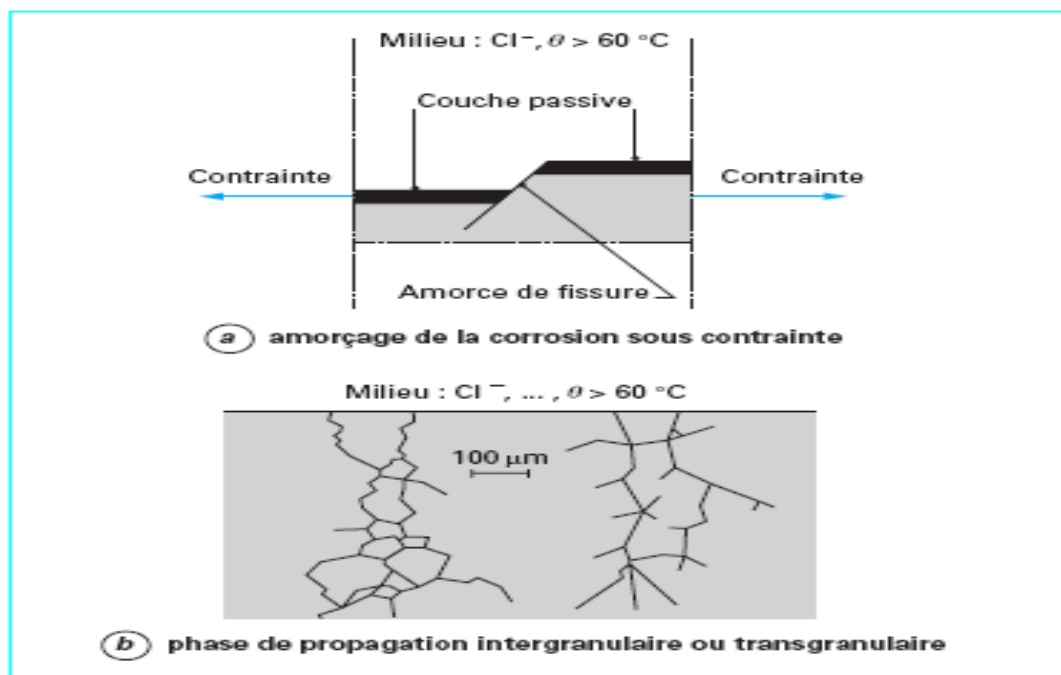


Figure II.5 :Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte [13]



**Figure II.6 :** Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC [34]

La résistance à la corrosion sous contrainte peut être accrue en augmentant de la fraction volumique de ferrite, car les îlots de ferrite peuvent freiner, dans certains cas, la propagation des fissures. La ferrite a aussi un effet de drainage sur les impuretés (surtout le phosphore) dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques. L'effet de la ferrite n'est pas toujours favorable, ou, tout au moins, suffisant : en raison de la répartition des éléments chimiques entre la ferrite et l'austénite, ces deux phases peuvent avoir un comportement soit anodique, soit cathodique ; le niveau de répartition des deux phases, la présence d'autres phases et le milieu agressif sont des facteurs importants pour le couplage galvanique entre la ferrite et l'austénite.



**Figure II.7:** Représentation de la corrosion sous contrainte

### II.3.1 microstructure et composition chimique

Le rapport entre la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et la microstructure ou la composition reste complexe. Les conditions métallurgiques qui incluent les phases actuelles dans la matrice et joints de grains, la composition des phases, la ségrégation des joints de grains sont des facteurs important pour la corrosion sous contrainte.

- La présence d'une certaine quantité de ferrite dans un acier inoxydable initialement austénitique peut bloquer les fissures, suggérant que la ferrite soit plus résistante à la corrosion sous contrainte [23].
- La précipitation uniforme de carbure dans une matrice d'austénite a été trouvée pour améliorer la résistance [10]. La contrainte a aussi un rôle très important sur la fissuration des aciers inoxydables austéno ferritiques

### II.3.2 la température

La température est l'un des paramètres les plus importants car la fissuration est rencontrée principalement dans les branches chaudes. La température a une influence directe sur le temps nécessaire à la fissuration qui diminue avec l'augmentation de cette dernière. Puisque la corrosion sous contrainte est un phénomène lié aux solutions à haute température, le contenu d'oxygène est inévitablement bas.

La susceptibilité à la fissuration n'est pas particulièrement sensible au pH, mais en général elle est plus grave dans les solutions les plus acides. Cependant, dans la propagation des fissures, c'est le pH local dans le bout de fissure qui est important plutôt que le pH de la solution [24].

### II.3.3 les contraintes

- aux fortes contraintes, avec des déformations notables, la ferrite, dont la résistance mécanique est plus élevée que celle de l'austénite, serait suffisamment sollicitée pour que la fissuration débute et se propage rapidement de façon préférentielle : la ferrite a une plus grande sensibilité à la fissuration que l'austénite, due au maclage mécanique et à la noblesse de l'austénite par rapport à la ferrite. Il n'est pas étonnant que l'interface  $\alpha/\gamma$  soit la plus exposée à la fissuration car la sollicitation y est maximale.
- aux faibles contraintes, en raison de la plus faible résistance mécanique de la matrice austénitique, celle-ci se déforme pratiquement seule, la ferrite n'étant guère sollicitée. Cependant, l'austénite est suffisamment protégée cathodiquement par la ferrite qui est toujours anodique, et subit seulement une faible corrosion générale, et non plus une fissuration.

### II.3.4 Mécanisme de corrosion sous contrainte

Le phénomène de corrosion sous contrainte est d'une étude assez complexe due principalement à la multiplicité des facteurs tant mécaniques que chimiques susceptibles d'entrer en jeu.

Les fissures se développent à plusieurs branches et perpendiculairement à l'axe de contrainte de traction. Généralement il est difficile de détecter ces fissures aux étapes initiales du développement par des techniques non destructives jusqu'à ce qu'elles se sont développées à des proportions catastrophiques. L'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donnés, fonction de la contrainte  $\sigma$  appliquée.

Le procédé global de corrosion sous contrainte peut être divisé en deux étapes : le processus de déclenchement, qui dans beaucoup de cas est précédé par une période d'incubation et le processus de propagation. Les changements les plus importants ont lieu avant le processus de déclenchement, l'établissement d'un environnement local approprié à la fissuration. D'un point de vue pratique, cette étape est très importante particulièrement pour le déclenchement [20]. Dans le mécanisme de corrosion sous contrainte, on distingue deux phases :

#### II.3.4.1 Amorçage de la fissuration

L'initiation à la fissuration se fait en deux étapes :

- 1- Détérioration localisée du film passif qui est due à des opérations mécaniques ou à des attaques chimiques des ions agressifs comme les  $\text{Cl}^-$ .
- 2- Formation d'une piqure après que le film soit détruit localement qui sera la source de la fissuration.

Cette piqure va produire la fissuration de deux façons :

- D'abord, la piqure va augmenter l'état de contraintes de manière à ce que la charge externe appliquée soit intensifiée ou amplifiée localement autour de la piqure, les dislocations (et éventuellement l'hydrogène) viennent alors s'accumuler à la frontière entre cette zone de taille très réduite et le reste du métal. Lorsque la contrainte qui en résulte dépasse **une valeur critique**, il y aura déclenchement des fissures (figure II.8)

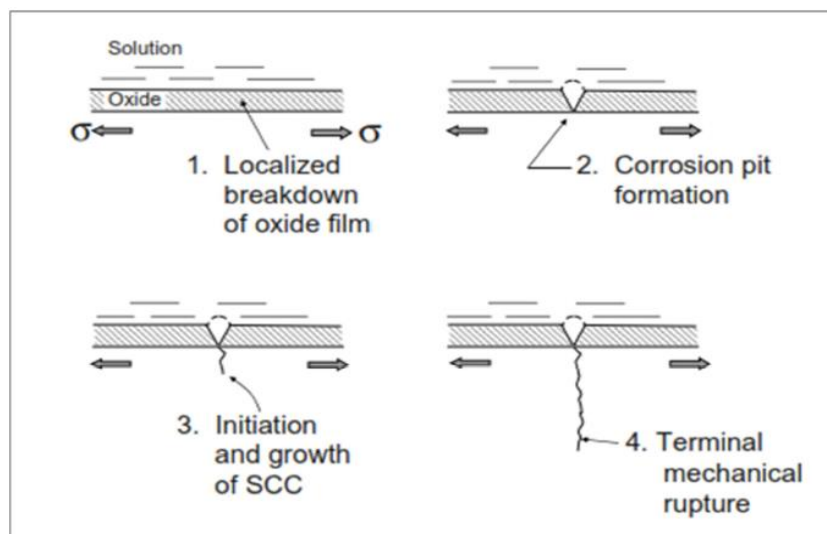


Figure II.8 - Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte [20].

### II.3.4.2 Etape de propagation

L'étape de propagation des fissures de CSC comprendrait deux stades. Après une durée correspondant à l'amorçage vrai, la CSC se propagerait dans un stade lent. Puis, au-delà d'une taille de fissure critique de quelques dizaines de micromètres, la fissuration entrerait dans un stade de propagation rapide [27]. La propagation des fissures peut être intergranulaire ou transgranulaire, ça dépend seulement du degré de sensibilisation, parfois on observe les deux types sur la même surface de rupture. À mesure que l'intensité d'effort augmente, la déformation plastique liée à la propagation des fissures augmente. Quand la région finale de rupture est approchée, la déformation plastique peut être appréciable parce que les alliages résistants à la corrosion sont fréquemment tout à fait malléables.



Figure II.9 :corrosion sous contraintes et propagation des fissures

## II.4 Droites de Tafel

l'évolution des densités de courant anodique  $I_a$  et cathodique  $I_c$  (appelées courbes élémentaires de polarisation) ainsi que la courbe globale de polarisation en fonction du potentiel  $E$  sont illustrés dans la figure suivante.

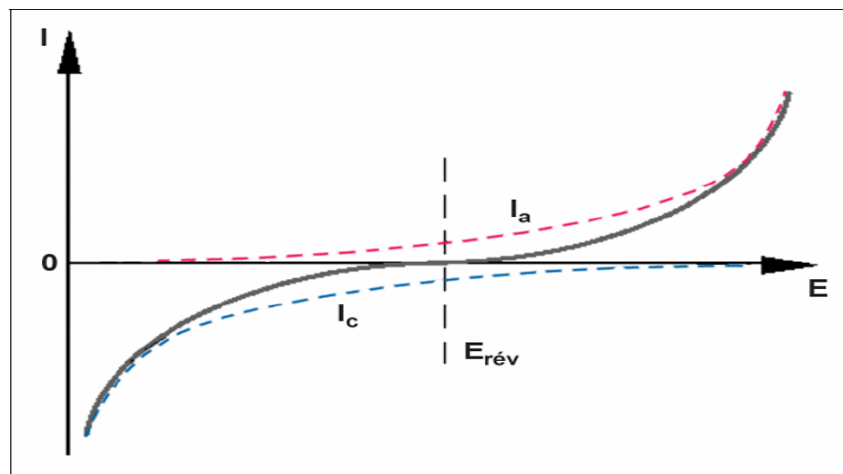
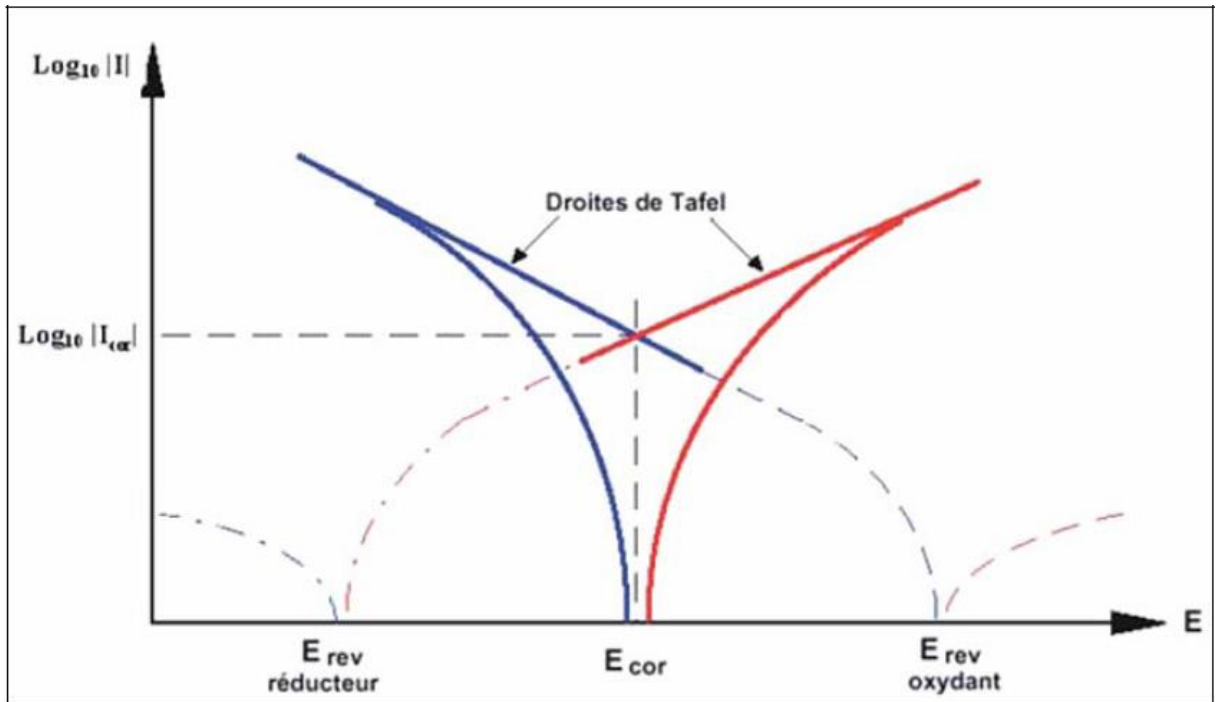


Figure II.10 : Courbes élémentaires anodique et cathodique et courbe globale de polarisation.

Au lieu des expressions "courant d'échange à l'équilibre  $I_0$ " et "du potentiel réversible d'électrode  $E_{rev}$ ", on utilisera dans ce cas "**densité de courant de corrosion  $I_{corr}$** " et "**potentiel de corrosion  $E_{corr}$** " qui sera tel, qu'en l'absence de courant extérieur, on aura égalité des valeurs absolues des densités de courants anodique de dissolution et cathodique de réduction. La courbe obtenue porte le nom de **courbe de polarisation**. Cette courbe (en traits pleins sur **Figure II.11**) résulte de la somme de la courbe anodique du réducteur et de la courbe cathodique de l'oxydant. L'une ou l'autre de ces réactions devient rapidement négligeable lorsque l'on s'éloigne du potentiel  $E_{corr}$ , et la courbe rejoint le domaine de Tafel correspondant.



**Figure II.11 :** Représentation schématique d'un système de corrosion (échelle semi-log).



**CHAPITRE III**  
**PROCEDURE**  
**EXPERIMENTALE**

### III. Matériaux utilisés

#### III.1 Composition chimique et structure

Le matériau utilisé pour la réalisation de ce travail est un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance 2205 (Figure III.1).le prélèvement des échantillons a été fait a partir d'un tube de 8 pouces (17.92 cm) de diamètre et de 9.7 mm d'épaisseur, fourni par l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (ENGTP) de Réghaia. Cet acier est très utilisé dans la fabrication des pipelines, des échangeurs thermiques et des réservoirs de navires.

Ce choix est expliqué par les raisons suivantes :

- Sa bonne soudabilité.
- Sa bonne résistance à la corrosion.

Les analyses chimiques ont été effectuées sur l'acier duplex 22 05 au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND) par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X.Les résultats de cette analyse sont inscrits dans le **Tableau III.1**.

**Tableau III.1** : Composition chimique du métal de base UNS S 31803.

Eléments	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	N	Cu
%	0.04	0.74	0.024	0.019	0.36	5.7	21.8	2.76	0.144	0.060

Les résultats obtenus dans le tableau IV.1 sont très proches de ceux indiqués par la norme ASTM (**tableau III.2**). Par conséquent, la composition chimique est conforme à la norme.

**Tableau III.2** : Composition chimique de l'acier inoxydable duplex UNS S 31803 selon la norme ASTM.

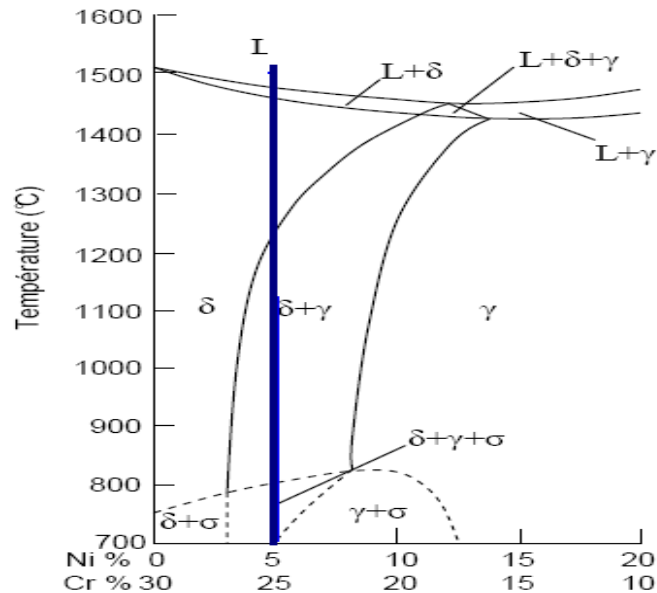
Eléments	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	N
%	0.03	2.00	0.03	0.02	1.00	4.5-6.5	21-23	2.5-3.5	0.08-0.2

L'étude du diagramme pseudo-binaire, nous permet de décrire toutes les transformations et les états structuraux de l'acier qui peuvent être enregistrées dès l'état liquide (haute température) jusqu'à l'état solide (température ambiante). Pour cela, on les distingue comme suit(**Figure III.1**) :

- Au dessus de 1480, l'acier est liquide
- Entre 1480 et 1460°C, la formation ou la précipitation de la phase ferritique  $\delta$  (en alliage liquide + ferrite  $\delta$ )
- Entre 1460 et 1220°C, l'acier se refroidit sans aucun changement de composition
- Au dessous de 1220°C, l'austénite précipite jusqu'à l'état ambiante.

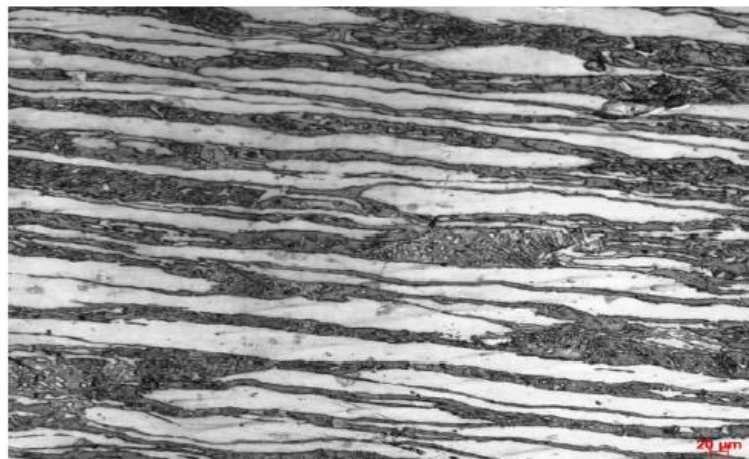
Dans l'état solide, selon un traitement thermique, la composition mixte (austénite 50% et ferrite 50% d'après la composition chimique de l'acier) peut être modifiée, soit par :

- La température de maintien lors de refroidissement entre 1000 et 1350°C
- La durée de maintien à chaud et la vitesse de refroidissement.
- Un traitement thermique à des basses températures (au-dessous de 1050°C) qui favorisent la précipitation d'autres phases qui provoque la variation des taux de phases et la fragilisation par durcissement des précipités.



**Figure III.1 :** Position relative de l'acier à étudier dans le diagramme d'équilibre Pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.

L'état initial du matériau étudié est caractérisé par la présence d'une structure biphasée dite en bande, constituée de deux phases, l'austénite  $\gamma$  (apparaît en gris clair) de structure c.f.c et la ferrite  $\delta$  (apparaît en gris foncé) de structure c.c. Dans cet état, les proportions des deux phases sont respectivement de 49.68% et 50.32 %. Un examen au microscope optique de l'état initial de l'acier permis d'obtenir la micrographie ci-contre (figure III.2) :



**Figure III.2 :** Micrographie optique du métal de base.

### III.1.1 Caractéristiques mécaniques de l'acier étudié

Dans le tableau III.3 sont rassemblées les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex UNS S 31803.

**Tableau III.3 :** Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.

désignation	Re0.002	Rm (MPa)	A(%)	KCV(daJ/cm <sup>2</sup> )	Dureté HRC
SAF 22 05	523	677	36	22.5	23

## III.2 Réalisation de la Soudure

### III.2.1 Le procédés de soudage

Dans notre étude, le procédé de soudage a été choisi pour la réalisation d'une soudure de bonne qualité où ils ont réalisés les procédés TIG manuel et l'arc électrique avec électrode enrobée :

- ✓ Le procédé TIG (Tungstène Inerte Gaz Welding) pour la réalisation de la première passe (passe de pénétration).
- ✓ Le procédé à l'arc avec électrode enrobée pour la réalisation des autres passes (les passes de bourrage et de finition). Le choix de ces procédés est conforme à la norme en raison de la très bonne qualité de la soudure obtenue.

### III.2.2 Métal d'apport utilisé

L'assemblage a été effectué pour raison d'obtention d'une soudure homogène, pour cela, le métal d'apport utilisé doit l'assurer par sa composition chimique qui est aussi très proche de celle de métal de base (2209) à fin d'assurer cette continuité au niveau de joint de soudure. Le métal d'apport choisi est selon la norme ASME SECTION IX 2000 :

- ER22 09 pour le procédé TIG sous forme de baguette
- E22 09 pour le procédé à l'arc électrique sous forme d'électrode enrobée.

La composition de ce métal est représentée dans le **Tableau III.4**.

**Tableau III.4 :** La composition chimique de métal d'apport SAF 22 09

Element	C	Si	Mn	Ni	Mo	Cr
Taux (%)	0.015	0.5	1.3	8.5	3.0	22.5

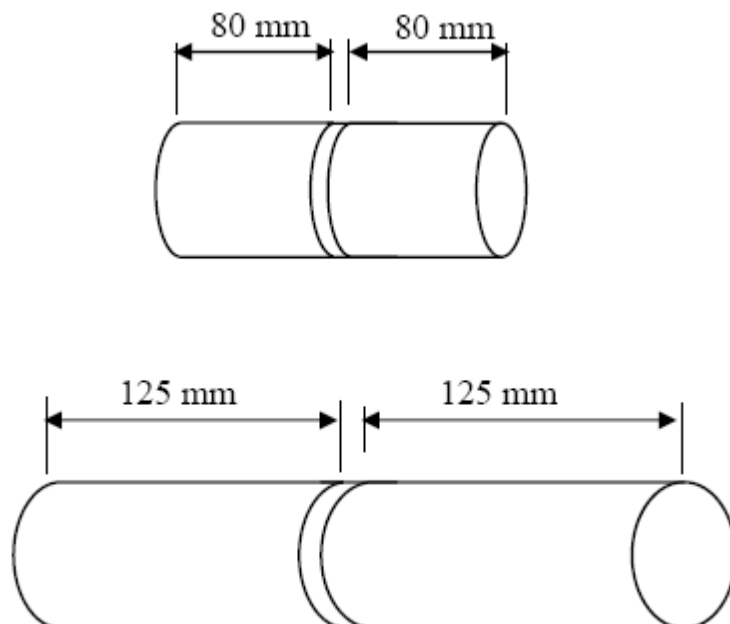
### III.2.3 Les paramètres de soudage

Les paramètres de cette soudure ont été choisis selon la composition de métal, les dimensions d'assemblage et des procédés utilisés. Pour notre soudure, ces paramètres sont ceux définis par la norme ASME SECTION IX 2000

### III.2.4 Soudage des tubes en aciers inoxydable duplex

Le soudage à été réalisé suivant ces différentes opérations :

**1. Tronçonnage de tube :** Le tube initialement tronçonné à froid avec une scie électrique selon les longueurs suivantes :



*Figure III.3:* La longueur des tubes à souder

**2. Préparation des bords :** Les tubes obtenus ont été chanfreinés en V, avec un angle de  $75 \pm 5^\circ$  et un talon de  $1 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$ . Ces derniers ont été réalisés par un tour.

**3. Nettoyage des bords :** Les bords des tubes ont été nettoyés avant de les assembler pour éviter toutes contaminations du bain fondu au cours d'exécution de la soudure.

**4. Pointage des tubes :** Pour maintenir les bords des tubes à souder fixe, ils ont réalisés un pointage à l'aide des plaquettes distantes et réparties le long du périmètre des tubes. Cela lui permettra de souder dans une position fixe, et au cours de soudage, les plaquettes seront dessoudées.

**5. Réalisation de la protection à l'envers :** Cette protection a été effectuée à cause du risque présenté par l'oxydation à l'envers du tube, en effet, une fente d'un petit diamètre a été faite pour permettre l'accès du gaz protecteur « l'argon » à l'intérieur de tube durant l'assemblage.

**6. Réalisation de la première passe (passe de pénétration) :** Cette passe a été réalisée par le procédé TIG avec une baguette de diamètre 2.4mm. Ensuite, lorsque cette passe est achevée, la protection à l'envers sera enlevée et le cordon subira un nettoyage à l'aide d'une brosse métallique en acier inoxydable.

**7. Contrôle de la température d'inter-passe :** Avant de réaliser les passes de finition, il faut contrôler la température d'inter-passes à l'aide d'un crayon thermo-chrome où cette dernière doit être aux environ de  $150^\circ\text{C}$ .

**8. Réalisation de la deuxième passe (passe de bourrage) :** Cette passe a été réalisée par le procédé de soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée, le diamètre de l'électrode est de 3.25mm.

**9. Réalisation de la troisième passe (passe de finition) :** précédemment, le contrôle de la température d'inter-passes qui est de 150°C, de même pour la réalisation de cette passe que la deuxième passe, sauf qu'avant d'exécuter cette passe de finition, ils ont enlevés le laitier produit lors de la deuxième passe par meulage et le cordon a été nettoyé par brossage.

**10. Finition de la soudure :** la soudure avant d'être finie, ils ont enlevés le laitier et nettoyés le joint de soudure par meulage brossage.

### **III.3 le travail expérimental**

L'objectif de notre étude est de suivre l'effet de vieillissement thermique à deux températures différentes sur le comportement structural et mécanique d'un acier inoxydable duplex soudé. Le plan de notre travail expérimental est le suivant :

- I. Traitement de vieillissement thermique à deux température différentes (320°C et 350°C) de 50h jusqu'à 250 h.
- II. Préparation métallographique et attaque électrolytique.
- III. Observation structurale par microscope optique avec analyse quantitative.
- IV. Mesure de dureté globale et de micro-dureté des phases dans les deux zones de l'échantillon (MB, zone soudée).
- V. Essai de corrosion sous contraintes :
  - Application des chocs thermiques (T=1200°C) 20 cycles (durée 5 min)
  - Essais de polarisation avant immersion
  - Essai de corrosion sous contraintes (immersion)
  - Essais de polarisation après immersion

#### **III.3.1 Les traitements de vieillissement**

On a réalisé les traitements thermiques de vieillissements à l'aide de deux fours électriques à résistance (**Figure III.4**) au niveau de laboratoire de métallurgie de l'école nationale polytechnique ; les conditions des traitements de vieillissement sont :

- 1) Des traitements de 50h ,100h ,150h ,200h , 250h à 320 °C.
- 2) Des traitements de 50h ,100h, 150h ,200h , 250h à 350 °C.



**Figure III.4 :** fours des traitements thermiques Tmax=1200°C

### III.3.2 Essai de dureté :

L'essai de dureté consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. Les duretés globales ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases. Les mesures de dureté ont été effectuées avec une charge de 30 kg avec le duromètre montré sur la figure III.5.

### III.3.3 Essai de microdureté

L'essai de microdureté consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. Les duretés des phases ferritique et austénitique ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases. Les mesures de microdureté ont été effectuées avec une charge de 50g avec un microduromètre de marque mitutoyo (**Figure III.5**). Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l'austénite dans les 3 zones (MB,ZAT,ZF). Les essais ont été réalisés avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.



**Figure III.5 :** microduromètre et duromètre utilisés

### III.3.4 Préparation Métallographique

Notre Préparation métallographique consiste tout d'abord à effectuer un polissage et une attaque électrolytique.

#### a) Le polissage

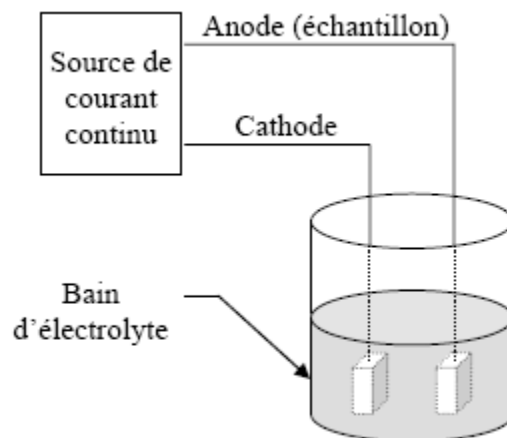
Les échantillons enrobés à froid ont été polis aux différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (120, 240, 400, 600, 800, 1000 et 1200) sous lubrification d'eau. Un polissage de finition est effectué en dernier sur un feutre avec une suspension d'alumine de  $3\mu\text{m}$ . Les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés à l'air avant d'être attaqués.



**Figure III.6 :** La polisseuse utilisée pour la préparation métallographique des échantillons

#### b) L'attaque électrolytique

On a attaqué les surfaces à observer pour pouvoir distinguer les joints de grains et les phases présentes. L'attaque utilisée est l'attaque électrolytique au KOH, cette attaque permet de révéler les joints de grains austénitiques et ferritiques. L'appareillage se compose d'un bûcher contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable et une source de courant continu (**Figure III.7**).



**Figure III.7 :** Schéma illustratif de l'attaque électrolytique.



**Les paramètres de l'attaque électrolytique sont :**

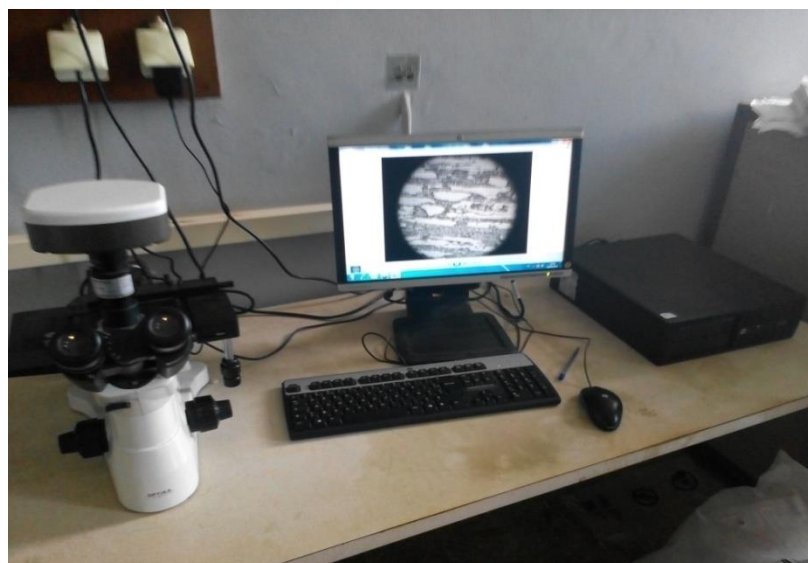
- Concentration : 10N (56 g de KOH, 100 ml H<sub>2</sub>O)
- Tension : 3 V
- Temps : 25 secondes



**Figure III.8 :** Dispositif utilisé pour l'attaque électrolytique

### **III.3.5 observation microstructurales par microscope optique**

L'observation des microstructures a été effectuée au niveau du laboratoire de métallurgie à l'ENP. L'appareil utilisé est un microscope optique muni d'une caméra numérique (figure III.9). Après traitements thermiques tous nos échantillons sont observés dans les trois zones (MB, ZAT, et ZF).



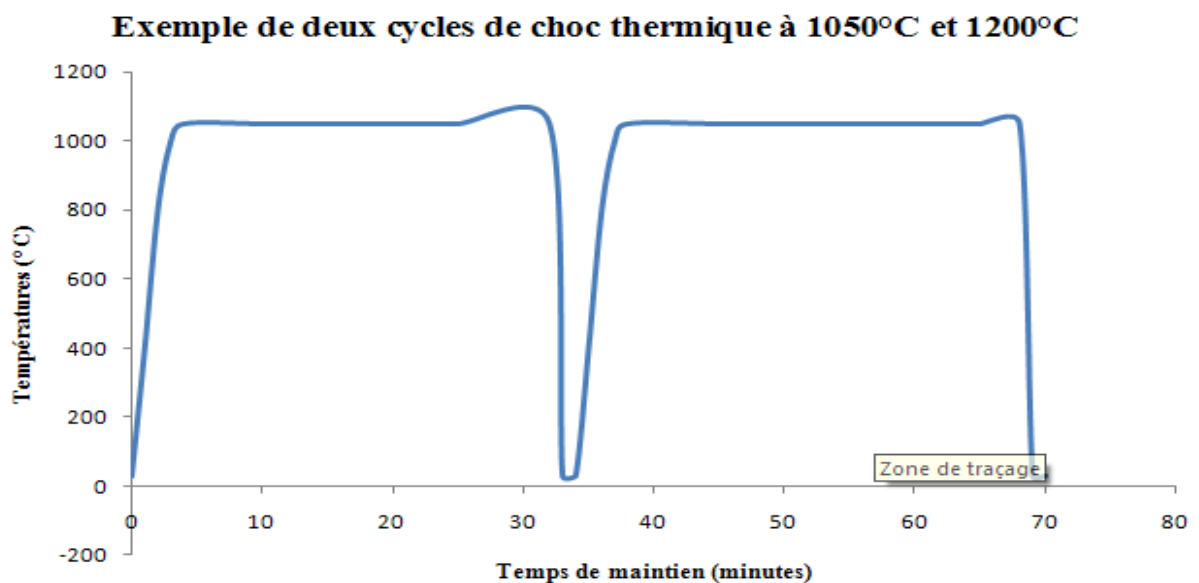
**Figure III.9 :** Microscope utilisé pour l'observation des différents échantillons.

### III.3.6 Choix de cycles de traitements thermiques :

Ces types de choc thermique sont effectués dans le four électrique dans le Laboratoire de métallurgie(ENP). Le but de ces cycles de choc thermique est d'étudier l'évolution de la microstructure après les chocs thermiques énergétiques et pour créer des contraintes résiduelles d'origine thermique qui permettront de simuler les conditions d'une corrosion sous contrainte, pour cela, nous avons pratiqué :

- Une série de 20 cycles de chauffage à 1200°C et trempe à l'eau.
- la durée de chaque cycle thermique dans le four est de 5 min.

La **Figure III.10** montre un cycle de choc thermique pour une température de chauffage de 1050°C.



### III.3.7 L'analyse et traitement d'images

L'utilisation de la microscopie optique et d'un logiciel de traitement et d'analyse d'image permet d'obtenir des valeurs quantitatives des paramètres de la structure de la soudure. Cette technique nous a permis d'utiliser le logiciel Image J pour calculer le taux de ferrite dans les trois zones. la figure suivante nous résume les étapes d'obtention du taux de ferrite (figure II.11).

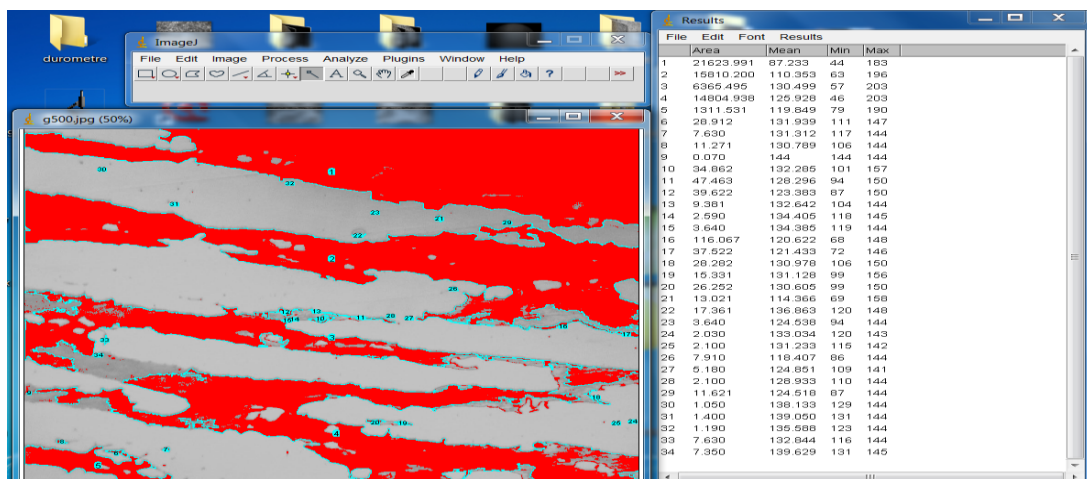
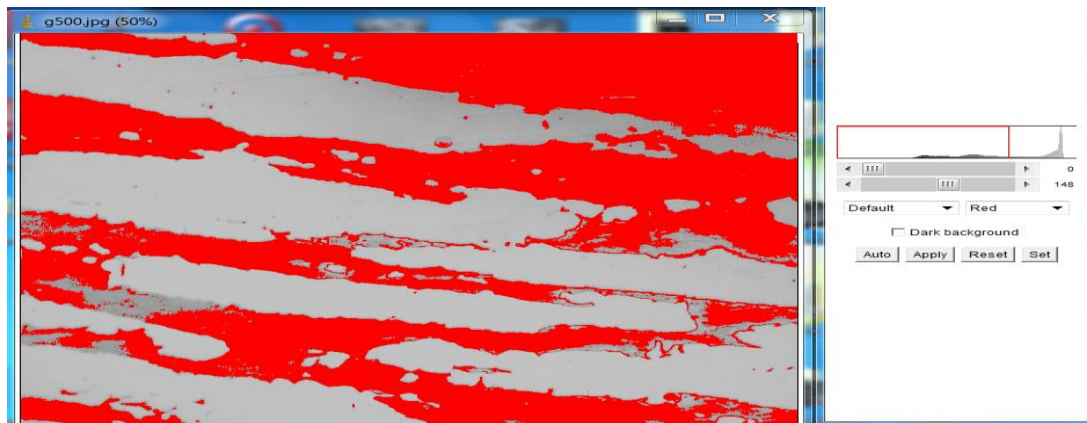
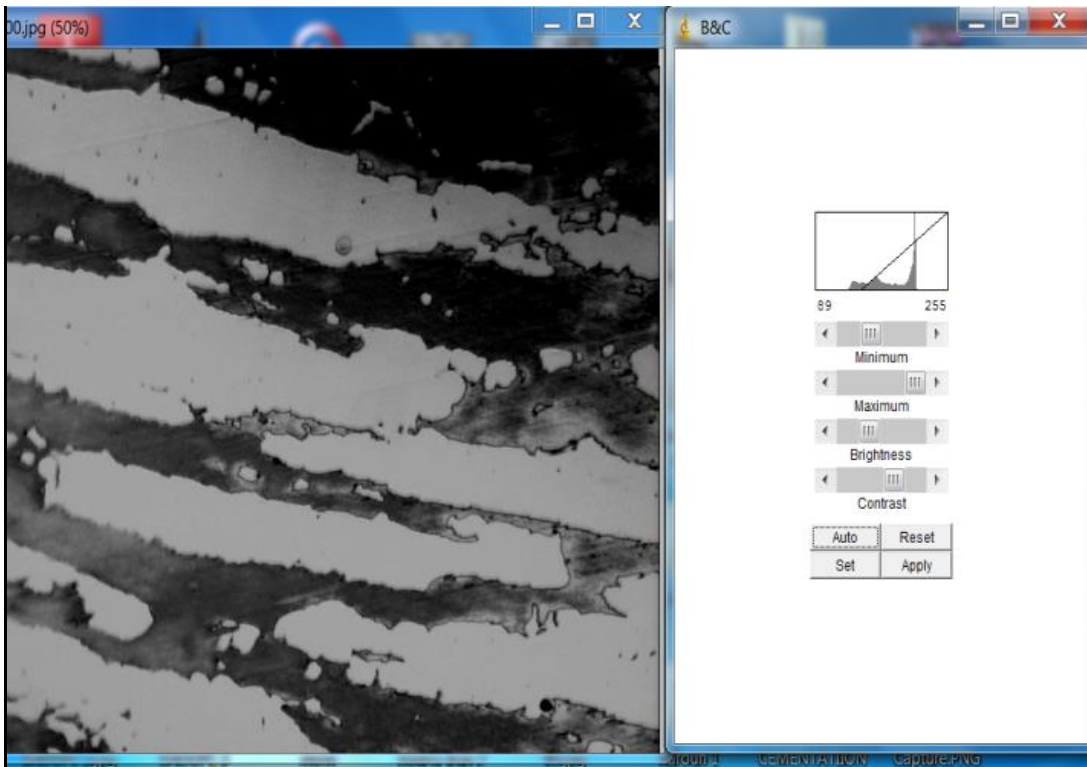


Figure III.11 : Logiciel de traitement d'image (Image J)

### III.3.8 Essai de polarisation

#### III.3.8.1 Description de montage

L'essai électrochimique est assuré par la méthode de polarisation. Le potentiostat fournit une différence de potentiel continue  $U$  entre les bornes de l'électrode de travail et l'électrode de référence.

Les expériences électrochimiques sont effectuées dans une cellule en verre, de forme cylindrique d'une contenance de 200 ml, la cellule est surmontée d'un couvercle muni de cinq rodages, permettant de placer en position fixe et reproductible les électrodes de travail ET, de référence ER et l'électrode auxiliaire (ou contre électrode) CE. Le montage utilisé est un montage classique à trois électrodes (électrode de travail, de référence et auxiliaire). Ce montage est constitué de deux circuits électriques de mesure :

- ✓ Un premier circuit permet la mesure du potentiel de l'électrode de travail ET par rapport à celui de l'électrode de référence ER.
- ✓ Un deuxième circuit permet la mesure de l'intensité du courant électrique entre ET et la contre électrode CE.

#### III.3.8.2 La polarisation

Les techniques électrochimiques ont pris, depuis quelques décennies, une position dominante dans l'évaluation de la résistance à la corrosion des matériaux car (i) elles sont basées sur des quantités électriques (courant, potentiel) et une manipulation aisée et (ii) ces quantités sont directement porteuses d'information liées à la corrosion. Les mesures électrochimiques donnent une information moyennée dans l'espace, provenant de la surface de l'électrode. Les essais se font via un dispositif à trois électrodes, dans un milieu artificiel dont la composition peut être variable.

L'appareil voltémétrique permet le balayage et l'amplification de la tension depuis la zone de comportement cathodique jusqu'à la zone de comportement anodique du matériau étudié.

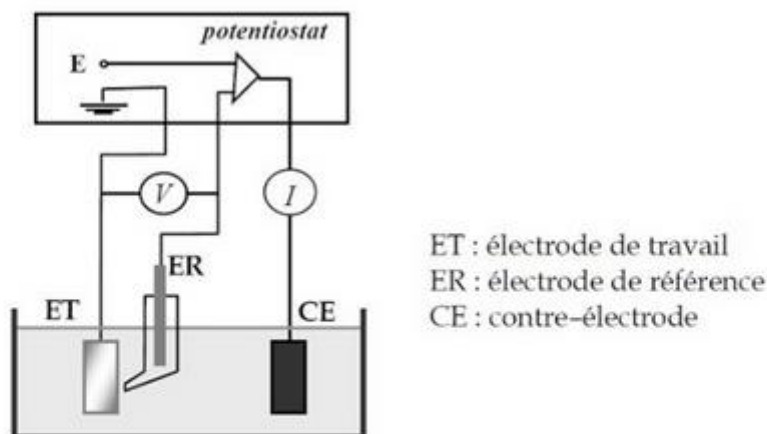


Schéma du dispositif pour le tracé d'une courbe  $i = f(E)$  en mode potentiostatique.

Figure III.12 : dispositif de mesure des paramètres de corrosion .

### Trois électrodes sont utilisées:

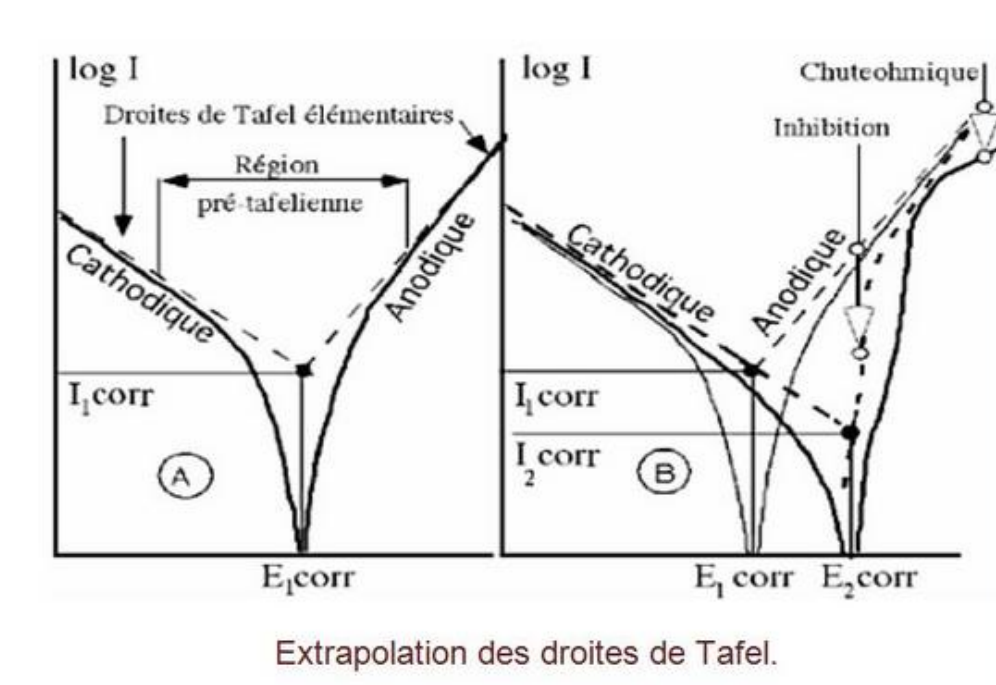
- **l'électrode de travail** : il s'agit de l'échantillon à étudier, entouré d'un cylindre en polytétrafluoroéthylène. L'ensemble échantillon-cylindre constitue l'embout de l'électrode à disque tournant afin de travailler sous un régime d'agitation dynamique reproductible assurant l'homogénéisation de la solution.

- **l'électrode de référence** : les tensions sont mesurées par rapport à une électrode de référence. Celle la plus souvent utilisée en laboratoire est saturée en chlorure de potassium (ECS). Elle est immergée dans une allonge qui communique avec l'électrolyte de la cellule par l'intermédiaire d'une fritte.

- **l'électrode auxiliaire** : un fil de platine est utilisé comme contre-électrode dans les études où des perturbations en tension ou en courant sont imposées au système.

### Extrapolation des droites de Tafel

Le tracé semi-logarithmique, la courbe de polarisation fait apparaître des portions linéaires dites « branches de Tafel » correspondant aux processus de transfert de charges. La figure illustre l'extrapolation des branches anodique (*ba*) et cathodique (*bc*). Lorsque la composante anodique est affectée par un processus d'inhibition à l'intérieur de la région pré-tafelienne, ou par chute ohmique à surtension élevée, seule la branche cathodique extrapolée à  $E_{corr}$  donne  $I_{corr}$  (figure). Le courant de corrosion  $I_{corr}$  est donc obtenu par l'intersection des droites de Tafel et de la verticale tracée en  $E_{corr}$ .



**Figure III.13:** extrapolation des droites de TAFEL

Cette technique permet de déterminer la valeur du courant de corrosion à partir de la résistance de polarisation  $R_p$ , pente de la courbe  $I=F(E)$  au voisinage du point  $I=0$  :



$$R_p = \left( \frac{dE}{di} \right)_{i=0}$$

La connaissance des coefficients  $B_a$  et  $B_c$  permet d'établir la relation de STERN et GEARY :

$$I_{\text{corr}} = \frac{1}{R_p(B_a + B_c)}$$

Les constantes  $B_a$  et  $B_c$  sont reliées aux pentes de TAFEL.

### III.3.8.3 Conditions des essais

L'étude a été faite dans une solution de NaCl de 0.3%. Les différentes expériences ont été faites à la température ambiante. La solution a été préparée comme suit : on a mesuré 30 g de NaCl et on a complété le volume jusqu'à 1000 cm<sup>3</sup>. L'appareil utilisé est un voltampéromètre équipé d'une cellule électrochimique à 3 électrodes. L'électrode de référence est une électrode au calomel saturé, la contre électrode est en platine. Le système est informatisé (**Figure IV.12**)



**Figure III.14:** potentiostat utilisés pour l'étude électrolytique

Pour le traçage des courbes de polarisation nous avons travaillé avec les conditions suivantes :

**Solution :** NaCl 0.3% ;

solution neutre et aérée

**Surface exposée :** 1,5 cm<sup>2</sup>

**Electrode de référence :**

Calomel saturé (ECS) ayant un potentiel standard de 244mV/ENH

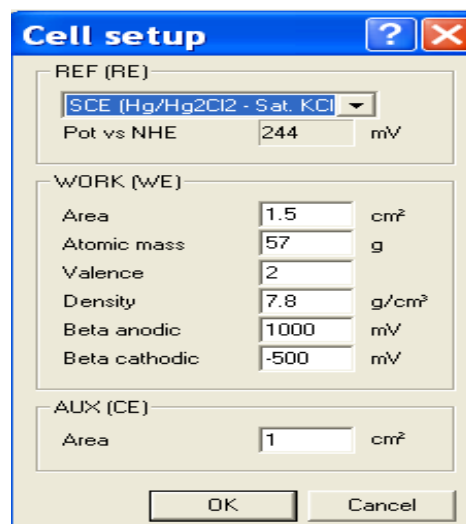
**Contre électrode :** platine

**Vitesse de balayage de potentiel :**

5 mV/sec (300 mV/min)

**Potentiel de début :** -1000 mV/ECS

**Potentiel de fin :** 500 mV/EC



**Figure III.15 :** Les paramètres de la polarisation

### III.3.9 Essais de corrosion sous contrainte

#### III.3.9.1 Préparation de la solution d'immersion

La solution choisie est composée d'un mélange Na Cl et de Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O. C'est une solution agressive qui peut amorcer la fissuration en 72h max. La préparation de la solution a été faite de la manière suivante :

- NaCl 150 g
- Na<sub>2</sub>S 50 g
- H<sub>2</sub>O 1000 cm<sup>3</sup>

#### III.3.9.2 Réalisation de l'essai de corrosion

Pour réaliser l'essai de corrosion sous contrainte résiduelle, les échantillons en acier duplex 2205 soudés et traités sont immergés dans la solution NaCl.Na<sub>2</sub>S pendant 72 heures. La température de la solution d'immersion est maintenue à 170°C à l'intérieur d'une étuve. Après immersion, la surface de chaque échantillon est examinée par microscopie optique.



**Figure III.16 :** l'étuve utilisée pour la réalisation des essais de corrosion.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et interprétations**



#### IV. Introduction :

A l'état d'équilibre, l'acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) 2205 a une structure biphasée (50% austénite et 50% ferrite). A l'état de soudure, les conditions du soudage, créent un état structural différent par la composition chimique, par la morphologie de la structure et par les propriétés.

##### IV.1 La microstructure de la soudure

La soudure comprend, sur le plan structural, trois zones. La **Figure IV.1** représente ces trois zones (le métal de base MB, la zone affectée thermiquement ZAT et la zone fondue ZF). Les trois zones sont composées des mêmes phases : austénite et ferrite. Les deux phases, distinguée par l'attaque électrolytique (KOH 10N) où la ferrite foncée et l'austénite en clair, diffèrent par leur morphologie et par leur fraction volumique.

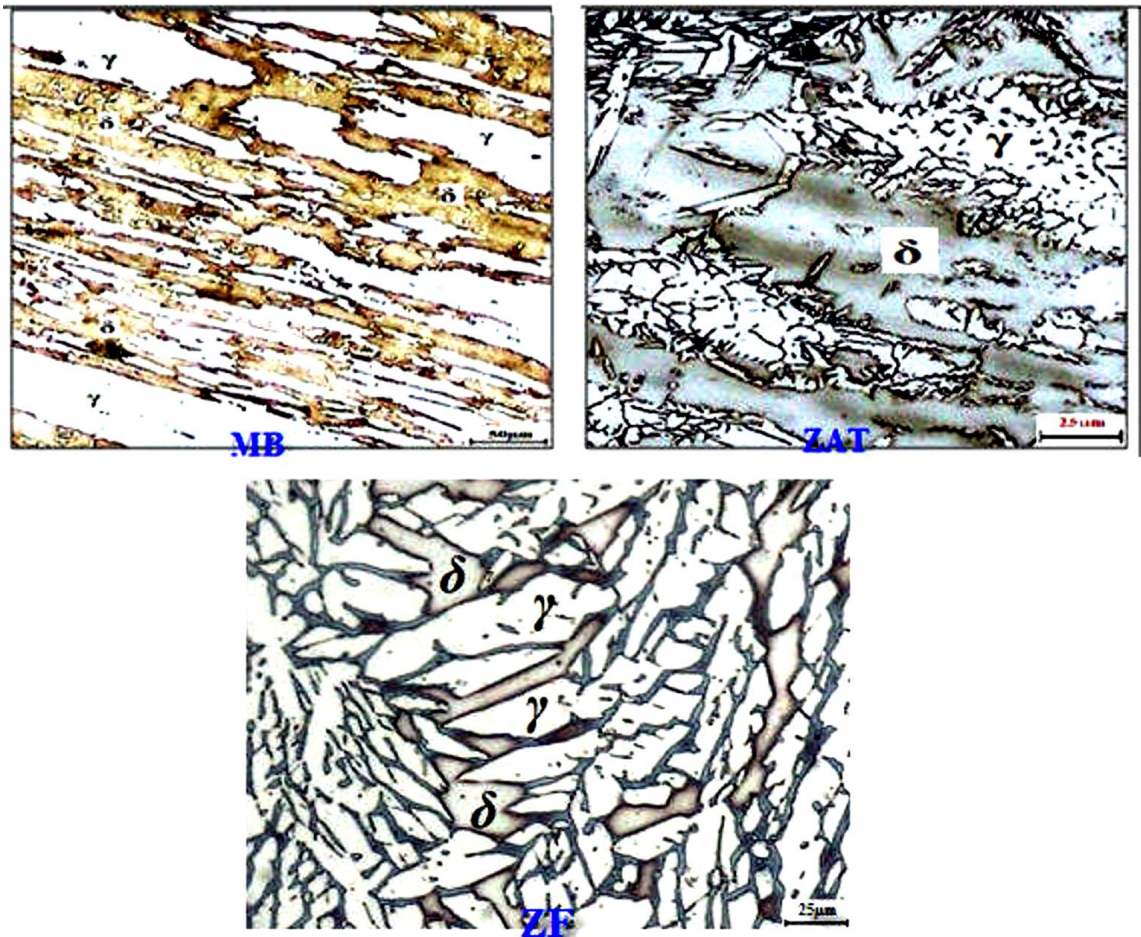
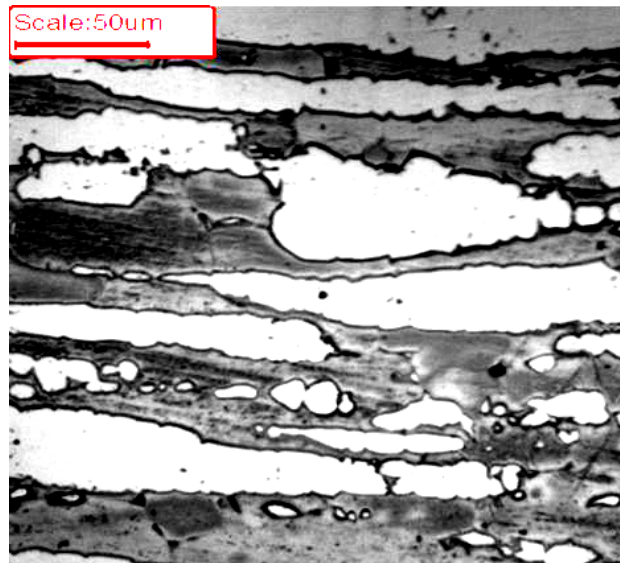


Figure IV.1 : Microstructure de la soudure a)MB, b) ZAT et c) ZF

### IV.1.1 Métal de base

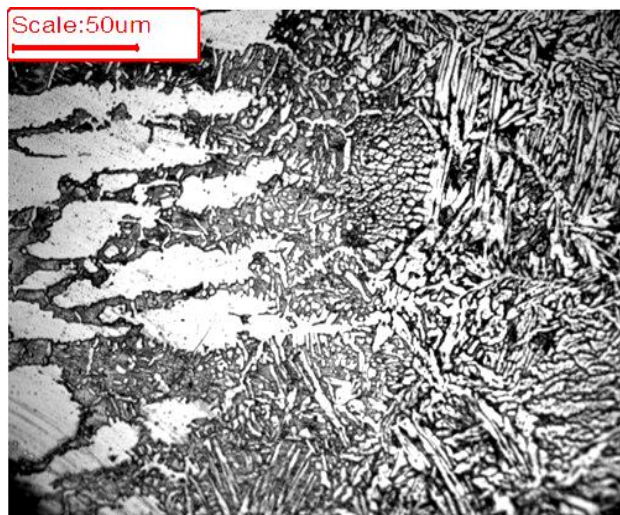
Après soudage le métal de base conserve sa structure initiale, qui est une structure biphasée, les deux phases austénitique et ferritique se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage (*Figure IV.2*).



**Figure IV.2 :** Micrographie optique du métal de base .

### IV.1.2 La zone affectée thermiquement

La Figure IV.3 montre la structure de la zone affectée thermiquement. C'est une structure granulaire de recristallisation des deux phases plus ou moins grossière. La structure en bande a disparu.



**Figure IV.3 :** micrographie optique des 3 zones (MB.MA.ZAT).

### IV.1.3 La zone fondue

La zone fondue a une structure biphasée aciculaire de type Widmanstätten. L'austénite se trouve dans les zones interdendritiques de la ferrite. Les dendrites se présentent en plusieurs directions avec des tailles différentes. La figure IV.4 montre une structure typique des soudures des aciers duplex.



**Figure IV.4 :** micrographie optique de la zone fondue

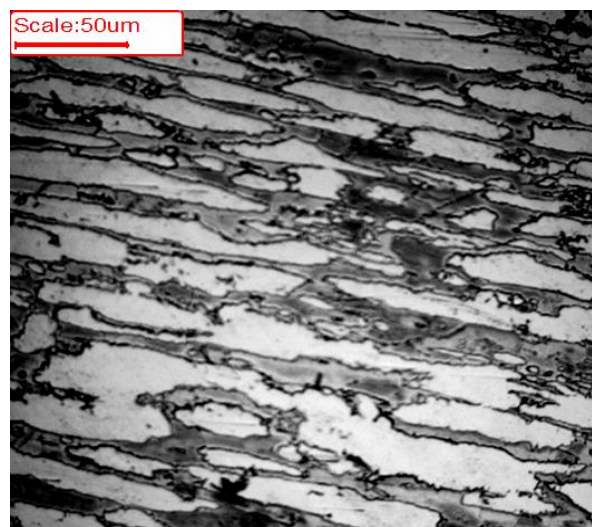
## **IV.2 Evolution de la microstructure au cours du vieillissement**

Les traitements de vieillissements ont été effectués à deux températures 320°C et 350°C pour des temps de maintien variant de 50h à 250 h. Nous avons constaté une l'évolution importante de la microstructure dans le métal de base et dans la zone affectée thermiquement. Par contre, la morphologie de la structure de la zone fondue ne semble pas subir des modifications

### **IV.2.1 le vieillissement à 320°C**

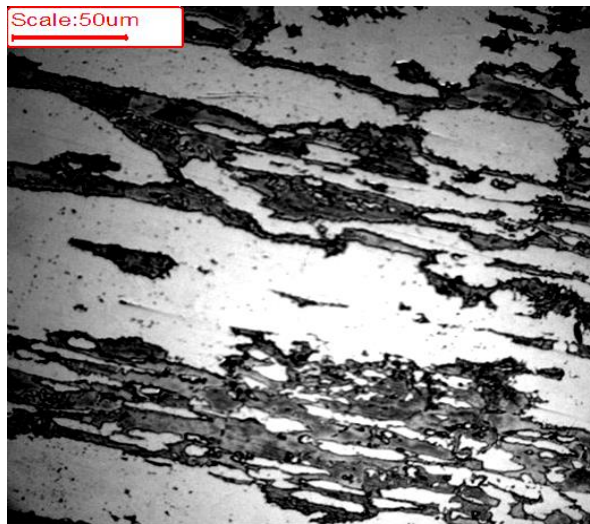
#### **IV.2.1.1 Le métal de base**

On constate dans les figures IV.5 à IV.8 un changement de la morphologie de la structure en bandes, ces dernière devient irrégulière après les traitements de vieillissement et se développe en fonction du temps de maintien. La phase ferritique est sous forme de bandes qui sont de plus en plus discontinues et qui tendent vers une structure granulaire après 200h de vieillissement. Après 250h de traitement, on constate que la structure de l'acier devient granulaire. La structure en bande provoquée par le laminage a disparue.

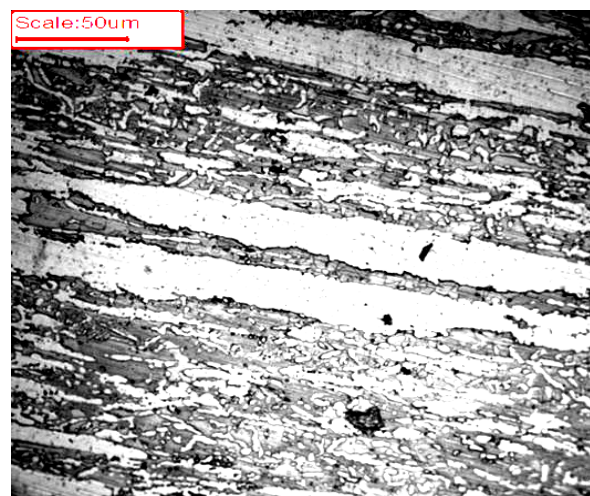


**Figure IV.5 :** microstructure du métal de base après 50h à 320°C.

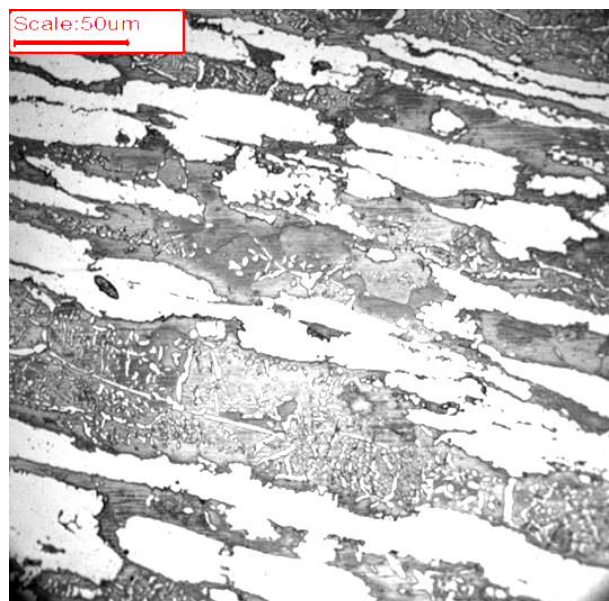




**Figure IV.6 :** microstructure du métal de base après 150h à 320°C



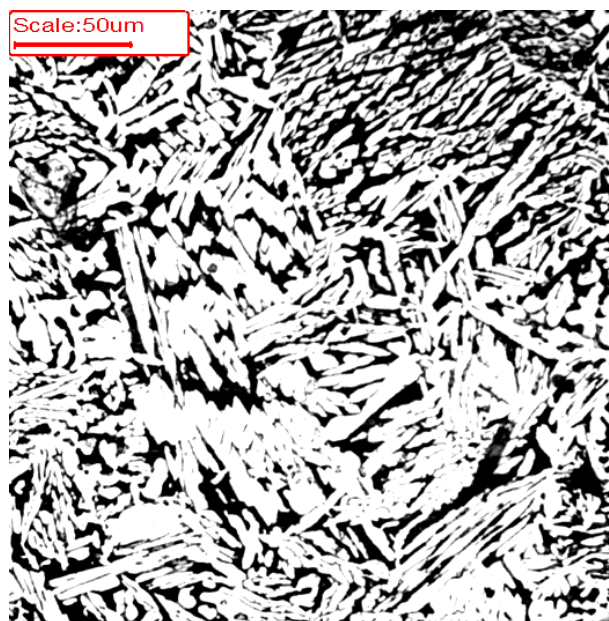
**Figure IV.7 :** microstructure du métal de base après 200 à 320°C



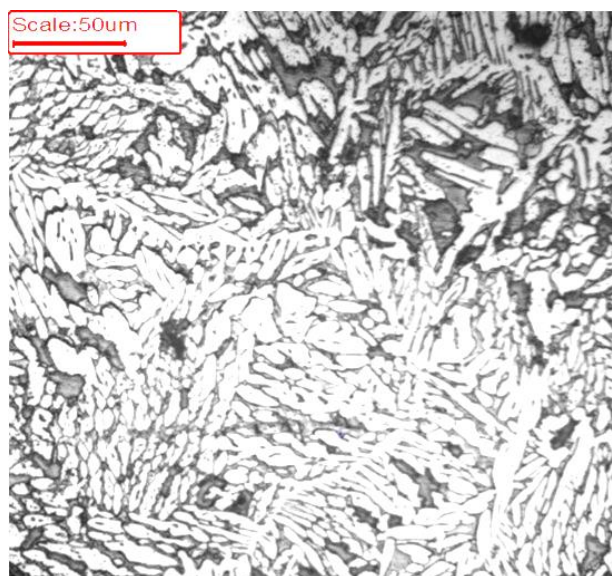
**Figure IV.8 :** microstructure du métal de base après 250 à 320°C

### ***IV.2.1.2 la zone fondue***

La structure de la sone fondue vieillie à 320°C jusqu'à 250h ne subit pas de modification. La forme des grains reste de forme aciculaire. Les figures IV.9 et IV.10 illustrent les microstructures de la zone.



**Figure IV.9 :** microstructure de la zone fondue après 100 à 320°C



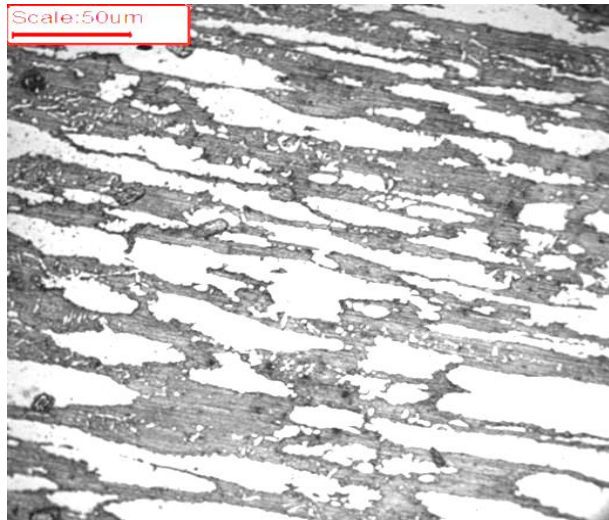
**Figure IV.10 :** microstructure de la zone fondue après 250 à 320°C

## **IV.2.2 le vieillissement à 350°C**

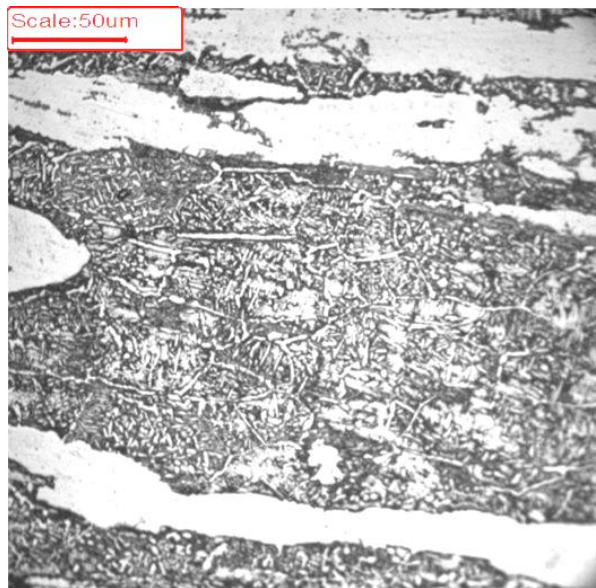
### ***IV.2.2.1 le métal de base :***

Pour une température de vieillissement 350°C, on remarque aussi les mêmes changements qui ont affectés le métal de base à 320°C, une discontinuité des grains ferritiques et leur développement, mais également leur tendance à prendre une forme granulaire après 200h de vieillissement. Les Figures IV.11 à IV.14 nous montrent ces changements.

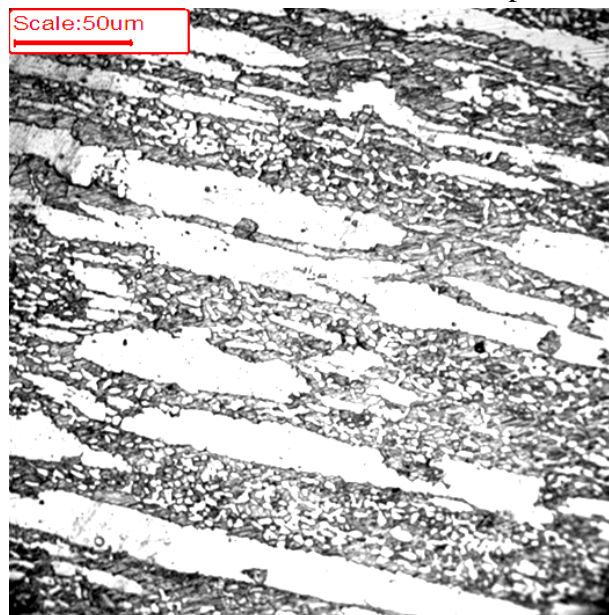




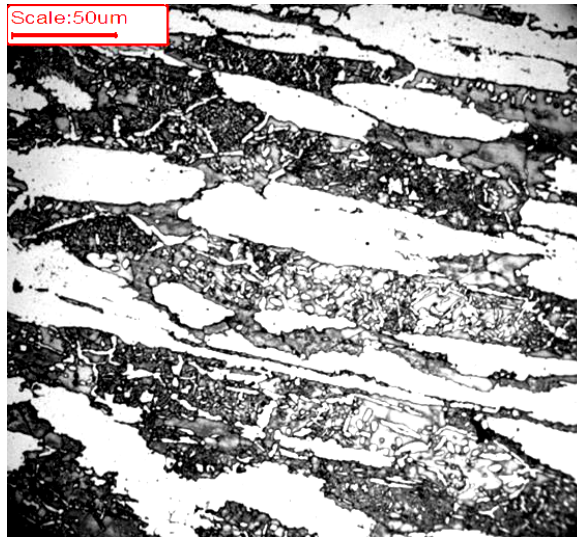
**Figure IV.11** : microstructure du métal de base après 50h à 350°C



**Figure IV.12** : microstructure du métal de base après 100h à 350°C



**Figure IV.13** : microstructure du métal de base après 200h à 350°C



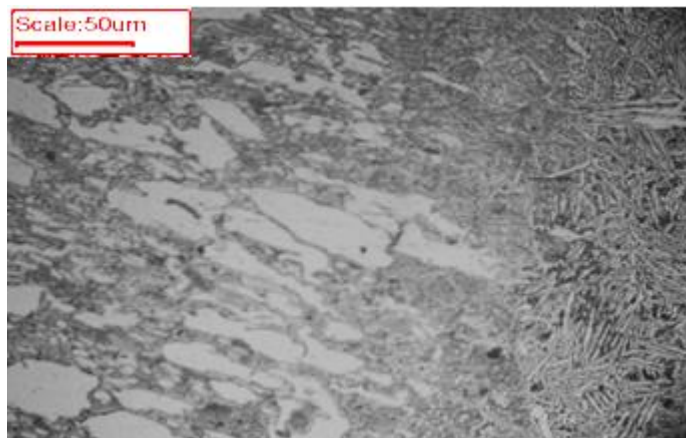
**Figure IV.14 :** microstructure du métal de base après 250h à 350°C

#### **IV.2.2.2** *La zone fondue :*

les Figures IV.15 et IV.16. montrent qu'après 250h de vieillissement, la structure de la zone fondue ne subit pas de modification.



**Figure IV.15 :** microstructure de la zone fondue après 100h à 350°C



**Figure IV.16 :** microstructure des 3 zones et la zone fondue après 250h à 350°C

### IV.3 Evolution de la dureté et la micro dureté au cours du vieillissement.

#### IV.3.1 La dureté globale

La dureté globale de l'acier augmente avec le temps de vieillissement. L'accroissement de la dureté est plus important au cours du vieillissement à 350 °C (Figure IV.17). L'écart en durcissement devient augmente avec la durée du traitement de vieillissement.

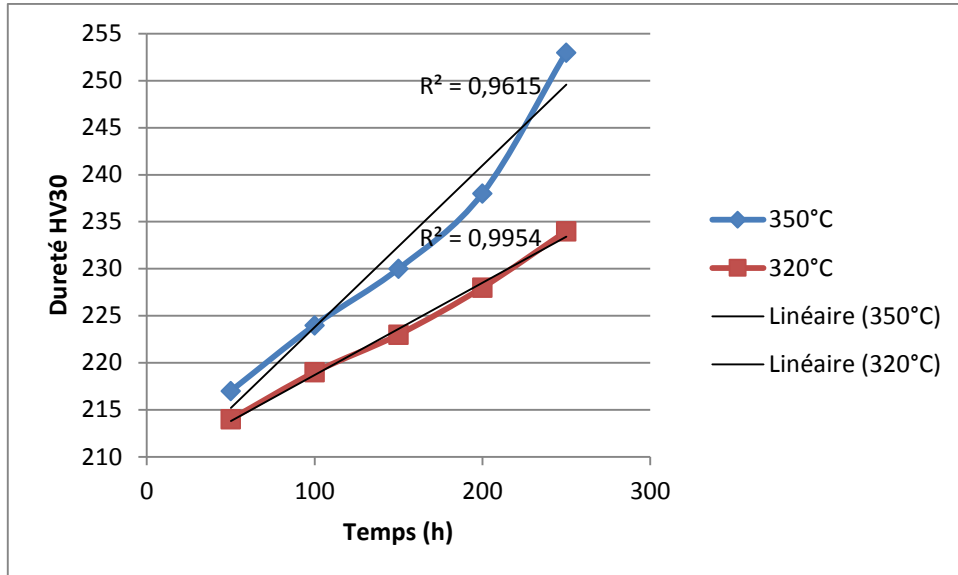


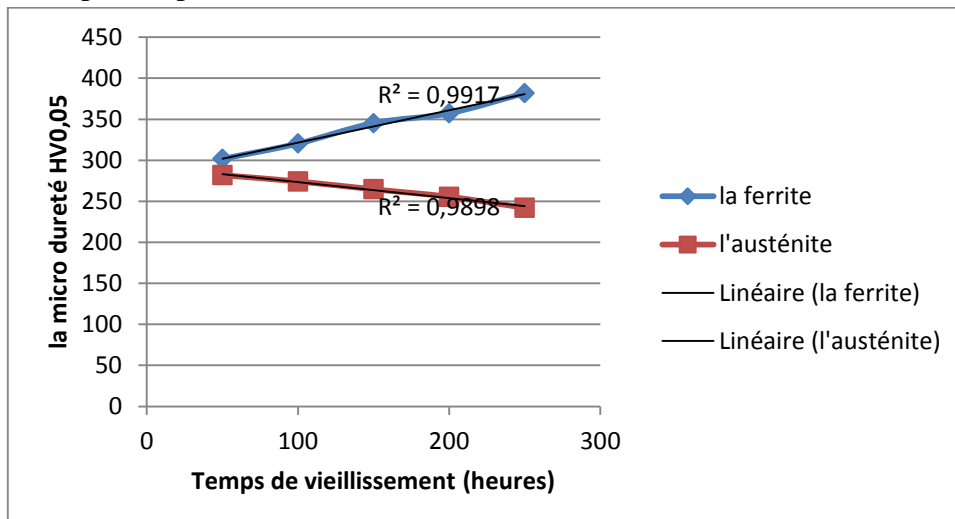
Figure IV.17 : évolution de la dureté globale à 320°C et 350°C

#### IV.3.2 La micro-dureté des phases ferritiques ( $\delta$ ) et austénitiques ( $\gamma$ )

Une variation de la dureté des deux phases a été constatée au cours du vieillissement. Les résultats des mesures sont présentés dans les figures suivantes.

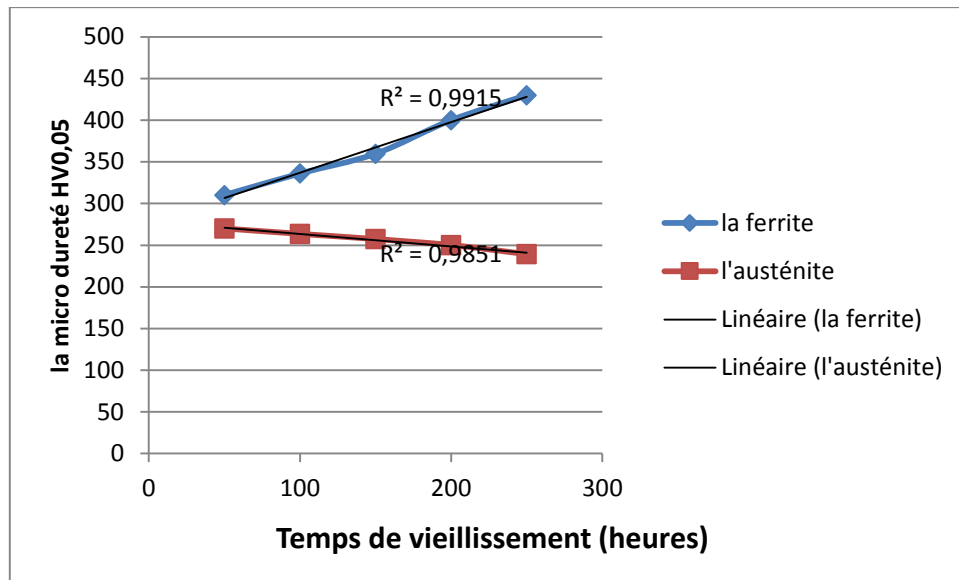
##### IV.3.2.1 Dans la zone de métal de base (MB)

La micro-dureté sur les phases  $\delta$  et  $\gamma$  dans le métal de base subit des variations notables au cours du vieillissement. Ces variations sont représentées dans les courbes les Figures IV.19 et IV.20, on remarque que la dureté de la ferrite augmente tandis que celle de l'austénite décroît. Le phénomène se produit de la même manière aussi bien à 320 qu'à 350 °C. Le durcissement de la ferrite est plus important au cours du vieillissement à 350°C.





**Figure IV.18 :** Effets du vieillissement à 320°C sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite dans la MB



**Figure IV.19 :** Effets du vieillissement à 350°C sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite dans le MB.

Comme les températures du vieillissement sont dans l'intervalle 250-350°C, les seules transformations qui peuvent avoir lieu sont la précipitation de la phase  $\alpha'$  et d'austénite secondaire  $\gamma_2$ . Ces deux phases sont très riches en chrome et en molybdène, elles se forment au sein de la ferrite et à l'interface  $\gamma / \delta$  et  $\delta / \delta$ . Comme  $\alpha'$  est très dure, elle confère à la ferrite un durcissement important accompagné d'une fragilisation ce qui nous mène à la détecter par mesure des variations de la dureté de la ferrite.

Les durcissements de la ferrite au vieillissement à 320 et à 350 °C sont dus à la précipitation de la phase durcissante  $\alpha'$  au sein de la ferrite (voir chapitre I). Le diagramme TTT montre que le temps d'incubation est plus court à 350 et 475 °C et que la cinétique est plus rapide à ces températures. Donc ceci explique le durcissement élevé à 350 °C

L'austénite subit une diminution de sa dureté. Au cours des traitements de vieillissement, la chute de la dureté est plus importante au cours du vieillissement à 350 °C. Cette baisse de la dureté est attribuée aux modifications de la configuration de la dislocation et à la diminution de leur densité et la relaxation des contraintes de soudage.

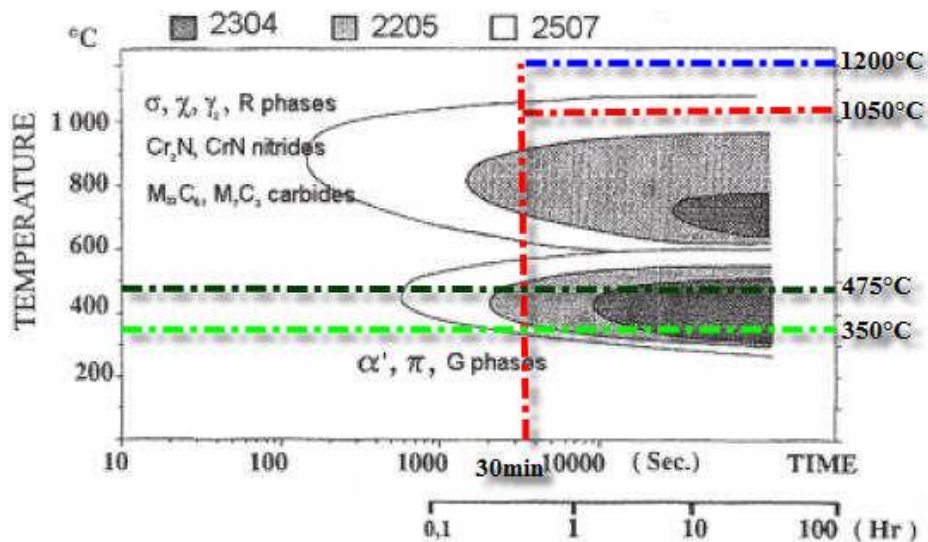


Figure IV.20 : Diagramme TTT des aciers inoxydable duplex

#### IV.4 Résultats des fissurations par corrosion sous contraintes

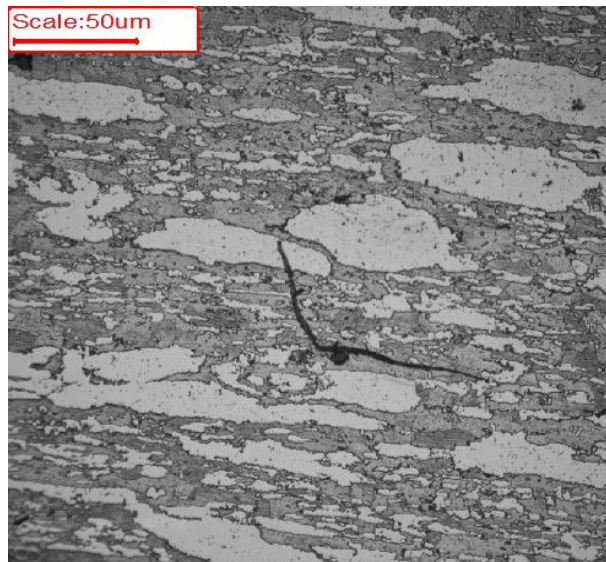
Après avoir fait subir aux échantillons des cycles de chocs thermiques (20 cycles entre 1200°C et 20°C) par chauffage à 1200°C pendant 5 min suivi d'une trempe à l'eau ; nous avons procédé aux essais de corrosion dans une solution de NaCl et Na<sub>2</sub>S à 170°C pendant 72h, ensuite nous avons réalisé des observations micrographiques pour voir les fissurations provoqués par les chocs thermiques. Les figures IV.21 à IV.29 montrent les résultats obtenus.

##### IV.4.1 les fissurations dans les échantillons vieillies à 320°C

Nous observons des fissures de taille importante de type transgranulaire. Ces fissures changent de direction au cours de leur propagation. La fissure traverse les grains aussi bien ferritiques qu'austénitiques (Figures IV.21 et IV.22).



Figure IV.21 : Fissure dans l'échantillon vieilli à 320°C pendant 100h



**Figure IV.22** : fissure dans l'échantillon vieilli a 320°C pendant 150h

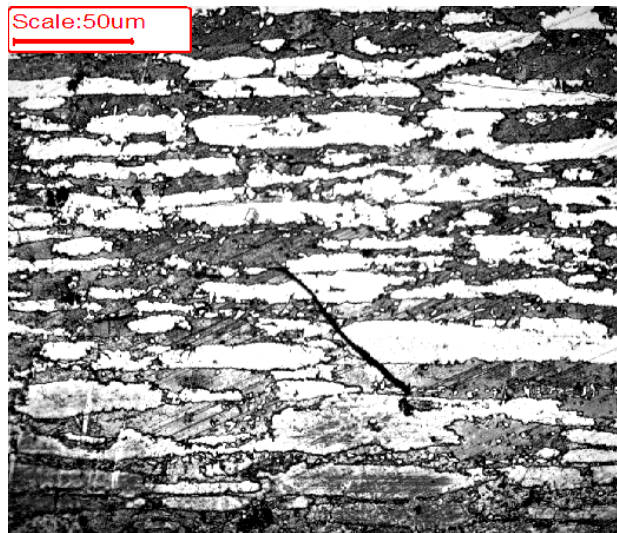
La taille des fissures semble augmenter avec la durée du vieillissement. La fissure correspondante a un état de vieillissement de 250 heures possède une taille plus importante que celles observées pour des durées plus faibles (Figure IV.23).



**Figure IV.23** : Fissure dans un échantillon non attaqué vieilli à 320°C pendant 250h

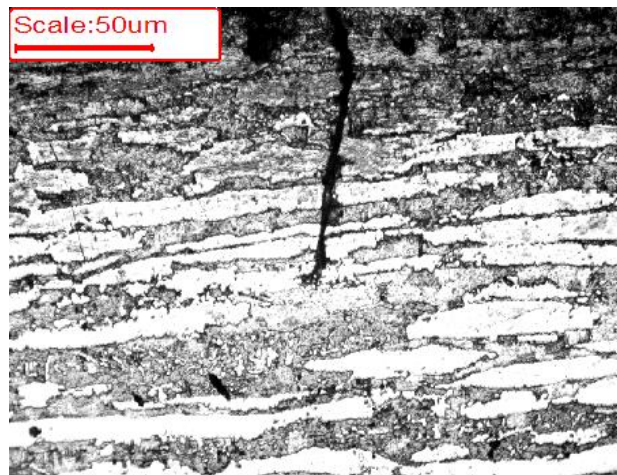
#### **IV.4.2 les fissurations dans les échantillons vieillis à 350°C**

La fissuration obtenue après vieillissement de 350 °C est de type intra granulaire qui se propage en traversant les grains ferritiques et austénitiques. Les fissures sont plus épaisses que celles obtenues après le vieillissement à 320°C (Figure IV.24 à IV.29)



**Figure IV.24** : Fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 150h

Cette fissuration s'est développée et semble très épaisse elle est également de type intra granulaire, elle a changé légèrement sa direction.

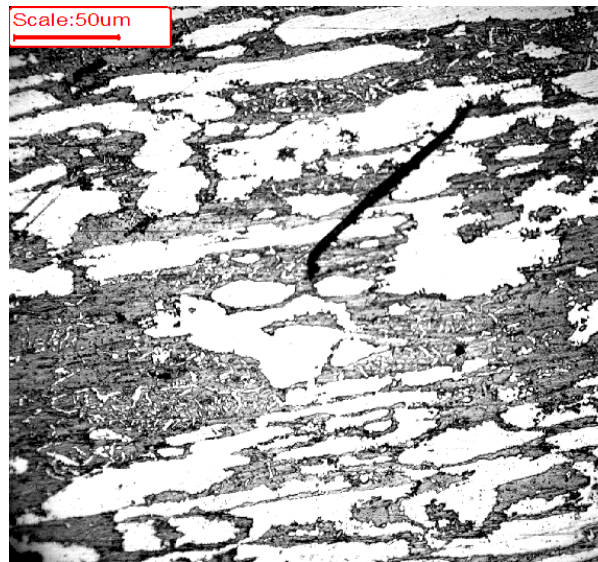


**Figure IV.25** : une autre fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 150h

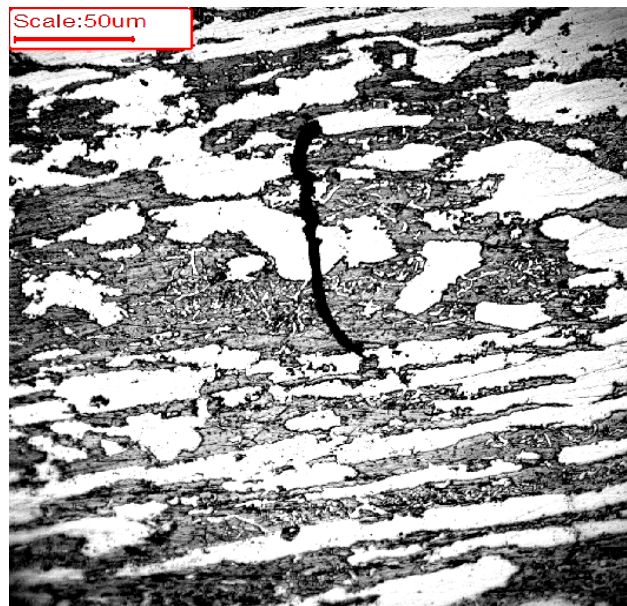


**Figure IV.26** : fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 200h

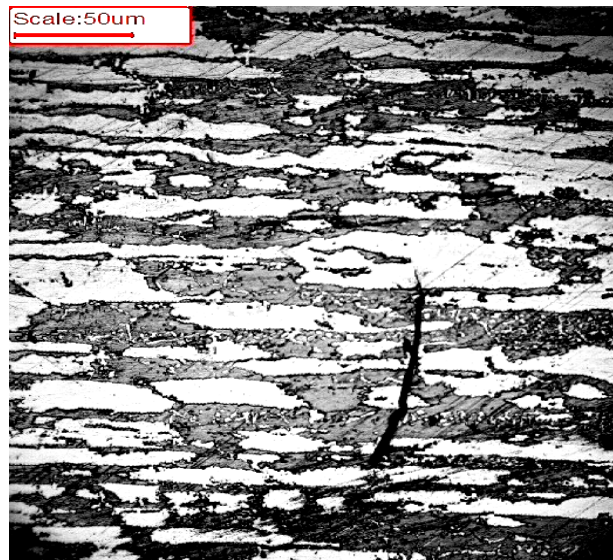




**Figure IV.27** : une autre fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 200h



**Figure IV.28** :fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 250h



**Figure IV.29** : une autre fissure dans l'échantillon vieilli à 350°C pendant 250h

## **IV.5 Résultats des essais de polarisation**

Afin d'étudier les effets de la corrosion sous contraintes sur le comportement électrochimique de la soudure, nous avons effectué une caractérisation électrochimique avant et après l'essai de corrosion sous tension pour les différents états de vieillissement. Les résultats sont présentés par les courbes de polarisation.

### **IV.5.1 les courbes de polarisation avant essai de corrosion sous contraintes**

#### ***IV.5.1.1 Vieillessement à 320°C***

La figure IV.30 correspondante aux courbes  $E(i)$  des différents états de vieillissement avant l'essai de corrosion. La courbe  $\ln i(E)$  est présentée dans la figure IV.31. Dans le tableau IV.1, nous présentons les caractéristiques électrochimiques de polarisation des états vieillis à 320 °C avant l'essai de corrosion. Les résultats montrent que le vieillissement provoque une diminution de la résistance à la corrosion de la soudure et du métal de base. Ceci est prouvé par l'abaissement des valeurs de  $E_{cor}$  et de la résistance  $R_p$  et de l'augmentation de la vitesse de corrosion.

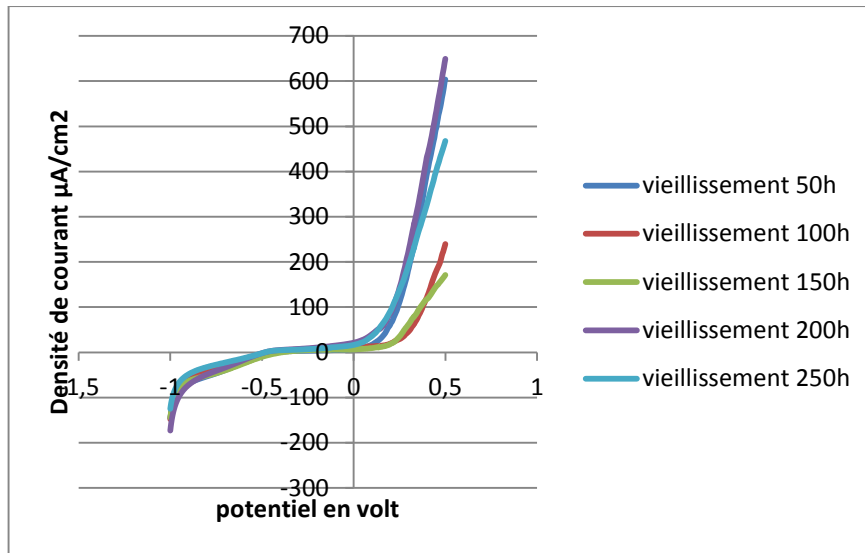


Figure IV.30 : Courbe de polarisation des échantillons vieillis à 320°C

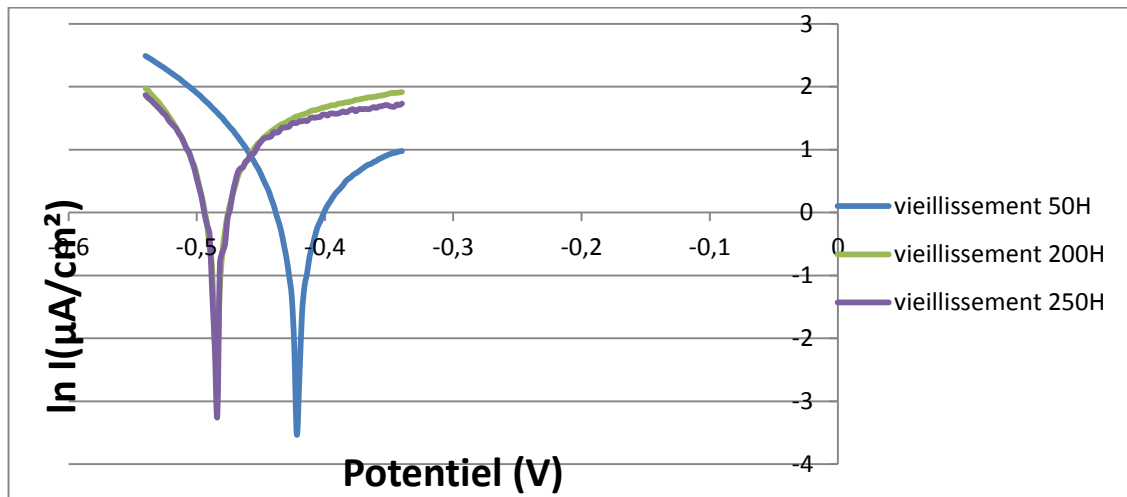


Figure IV.31 : Courbe de TAFEL, échantillons vieillis à 320°C

Tableau IV.1 : Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 320°C dans une solution NaCl.Na2S.

Caractéristiques	Ecorr (mV/ECS)	Icorr (µA/cm <sup>2</sup> )	Rp (KΩ.cm <sup>2</sup> )	Vcorr (µm/an)
Vieillisement 320°C				
50H	-426.5	0.8402	28.82	6.742
200H	-489.9	1.5714	9.39	18.91
250H	-490.1	1.7981	9.6	21.64

#### IV.5.1.2 Vieillessement à 350°C

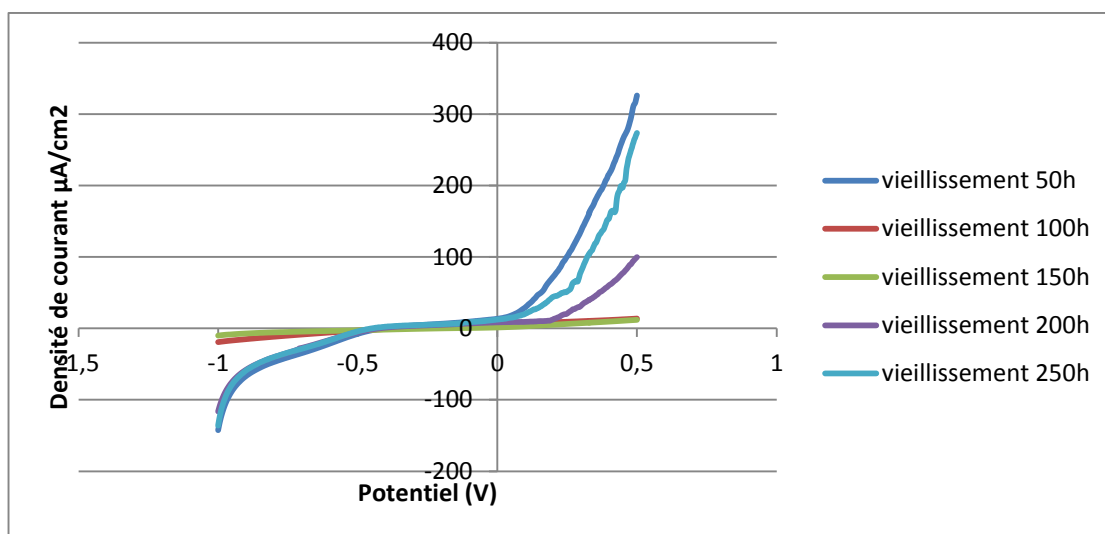


Figure IV.32 : courbe de polarisation des échantillons vieillis à 350°C

Les résultats montrent la même chose par rapport au vieillissement à 320°, le vieillissement provoque donc une diminution de la résistance à la corrosion de la soudure et du métal de base. Ceci est prouvé par l'abaissement des valeurs de  $E_{cor}$  et de la résistance  $R_p$  et de l'augmentation de la vitesse de corrosion. **Tableau IV.2**

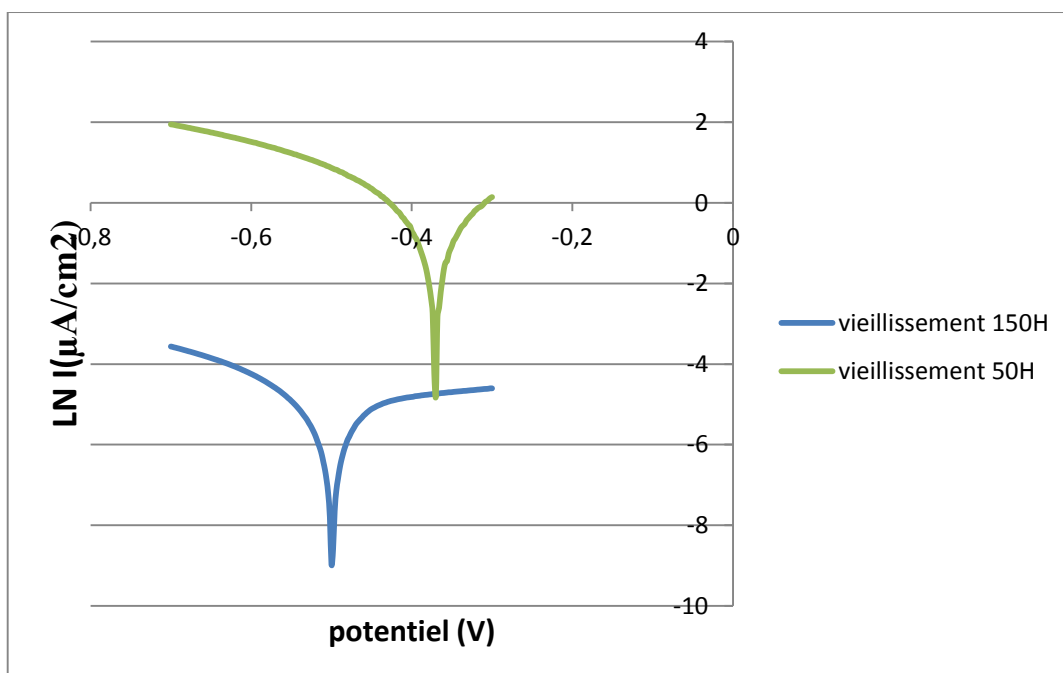


Figure IV.33 : courbe de TAFEL, échantillons vieillis à 350°C

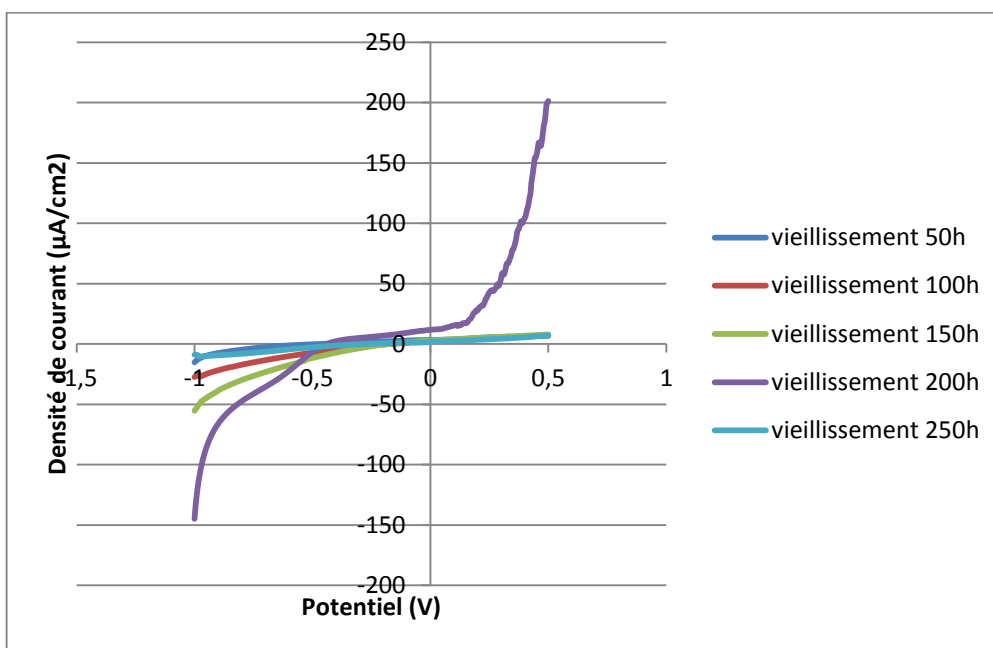


**Tableau IV.2 :** Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 350°C dans une solution NaCl.Na2S.

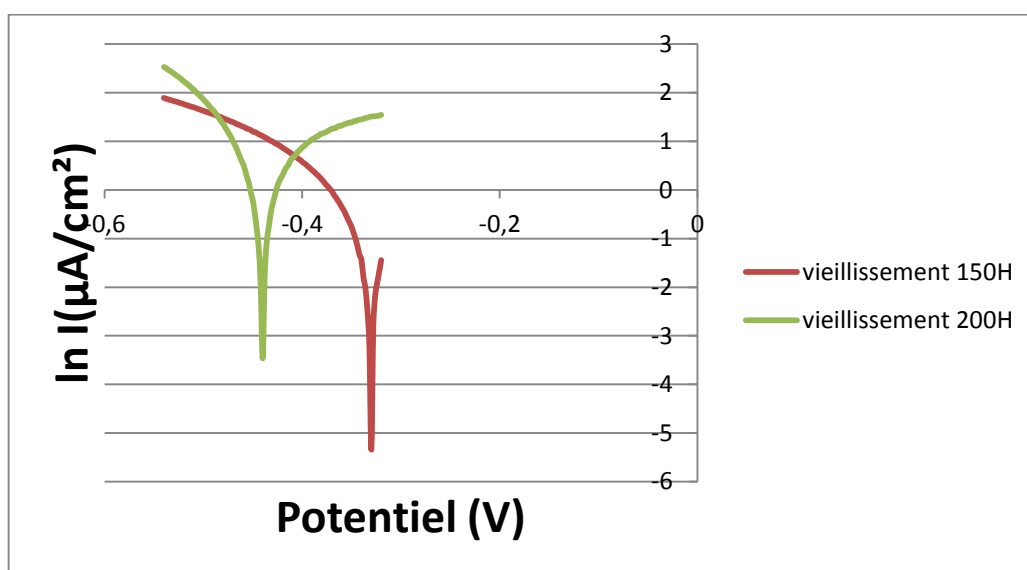
Caractéristiques	E <sub>corr</sub> (mV/ECS)	I <sub>corr</sub> (μA/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (KΩ.cm <sup>2</sup> )	V <sub>corr</sub> (μm/an)
<b>Viellissement 350°C</b>				
<b>50H</b>	-406.5	0.980	28.82	8.79
<b>150H</b>	-489.9	1.237	9.39	20.16

## IV.5.2 les courbes de polarisation après corrosion sous contraintes

### IV.5.2.1 Vieillissement à 320°C



**Figure IV.34 :** courbe de polarisation des échantillons vieillis à 320°C



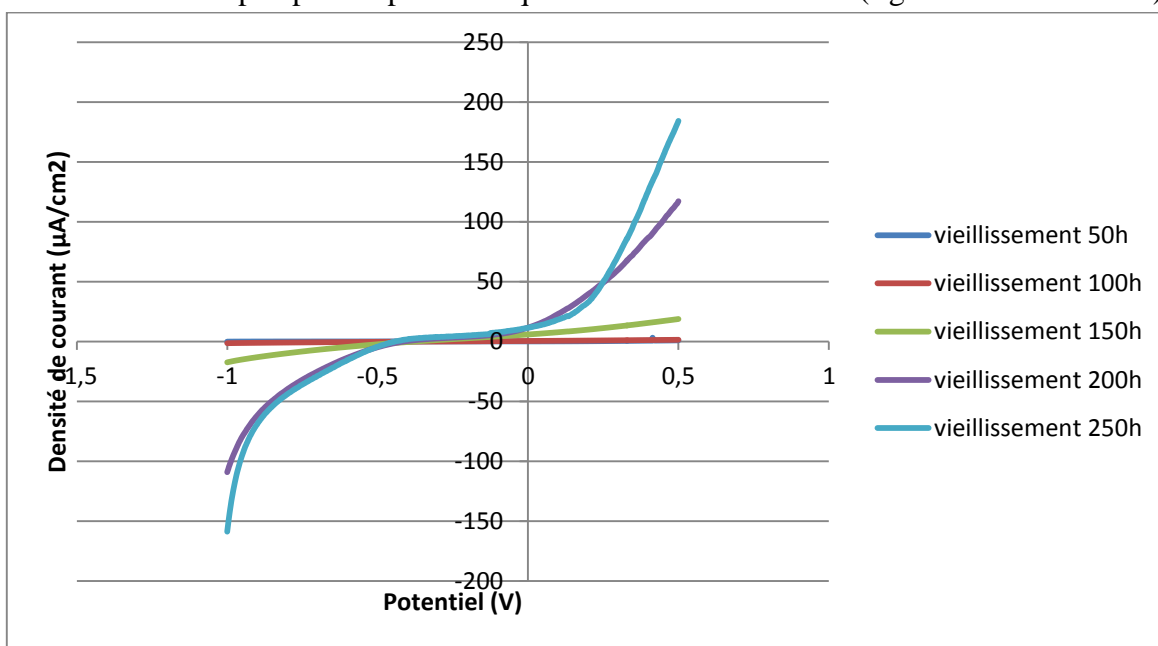
**Figure IV.35 :** courbe de TAFEL, échantillons vieillis à 320°C

**Tableau IV.3** :Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 320°C dans une solution NaCl.Na2S.

Caractéristiques	Ecorr (mV/ECS)	Icorr (μA/cm2)	Rp (KΩ.cm2)	Vcorr (μm/an)
<b>Viellissement 320°C</b>				
<b>150H</b>	<b>-386.7</b>	<b>0.4271</b>	<b>33.33</b>	<b>5.141</b>
<b>200H</b>	<b>-445.9</b>	<b>1.1118</b>	<b>13.48</b>	<b>13.38</b>

#### IV.5.2.2 Viellissement à 350°C

Les mêmes comportement sont observés pour le cas du vieillissement à 350 °C . Les variations sont un peu plus importantes que dans le cas de 320 °C. (figures IV.33 et IV.34)



**Figure IV.36** : courbe de polarisation des échantillons vieillis à 350°C

### IV.5.3 comparaison des courbes de TAFEL avant et après corrosion sous contraintes (CSC)

Nous avons comparé les caractéristiques électrochimiques de la soudure en fonction de la température de vieillissement et avant et après l'essai de corrosion. Les résultats sont présentés par les courbes de polarisation des figures IV. 36 Et IV. 37 et par le tableau IV.3

#### IV.5.3.1 Avant CSC :

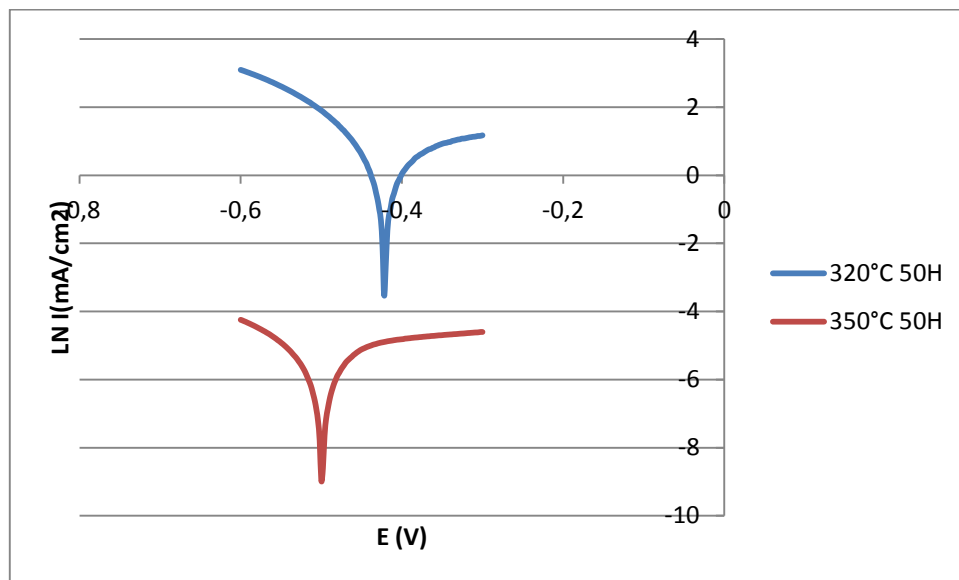


Figure IV.37 : courbes de TAFEL avant corrosion sous contraintes

#### IV.5.3.2 Après CSC :

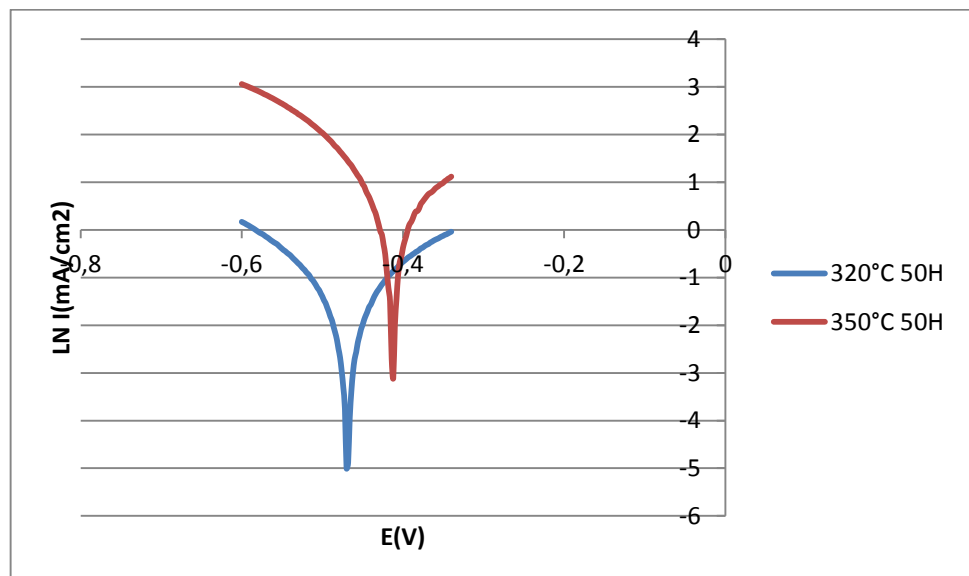


Figure IV.38 : courbes de TAFEL après corrosion sous contraintes

**Tableau IV.4 :** Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieilli à 320°C dans une solution NaCl.Na<sub>2</sub>S pendant 200h.

Caractéristiques	E <sub>corr</sub> (mV/ECS)	I <sub>corr</sub> (μA/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (KΩ.cm <sup>2</sup> )	V <sub>corr</sub> (μm/an)
Vieillessement 200h				
Avant CSC	-489.9	1.5714	9.39	18.91
Après CSC	-445.9	1.1118	13.48	13.38

**Les résultats montrent que :**

- 1- La résistance à la corrosion diminue par l'effet du vieillissement (température et durée)
- 2- Il semble que l'essai de corrosion sous contrainte provoque une augmentation de la résistance à la corrosion puisque le potentiel de corrosion augmente et la vitesse de corrosion décroît.

La précipitation de la phase qui se produit aux températures 320 et 350°C provoque un durcissement de la ferrite et indirectement de l'acier duplex. Cette précipitation rend la ferrite de plus en plus anodique vis-à-vis de l'austénite et diminue ainsi la résistance à la corrosion de l'acier.

La résistance à la fissuration par corrosion sous contrainte décroît à cause de cette précipitation et l'amorçage et la propagation des fissures dépendent directement de cette précipitation.

## CONCLUSION GENERALE

L'acier inoxydable austéno ferritique appelé duplex à cause de sa structure biphasée d'égale proportion est considéré aujourd'hui, comme un matériau stratégique. Cette considération est bien justifiée par les qualités remarquables de résistance à la corrosion, de soudabilité et de comportement mécanique. Grâce à leur composition chimique en chrome, en nickel et en molybdène et grâce à leur structure biphasée, les aciers duplex possèdent une résistance à la corrosion et une soudabilité plus élevées que celles des aciers ferritiques, martensitiques et austénitiques.

Ces qualités permettent de comprendre l'emploi des aciers duplex dans les domaines de l'industrie dans lesquelles les installations et les composants fonctionnent dans des conditions très sévères de corrosion, de fatigue et de fluage tels que les industries pétrolières, chimiques, nucléaires, militaires, aéronautique.

Malheureusement, la résistance à la dégradation n'est pas infinie et dans certaines situations la résistance des aciers duplex est limitée et peut conduire à des dommages importants qui peuvent provoquer des ruptures brutales et des explosions. Parmi ces situations, nous pouvons citer la corrosion sous contrainte.

L'objectif de notre projet est d'étudier le comportement d'une soudure en acier duplex de nuance 2205 sous les effets conjugués d'un vieillissement thermique à 320 et 350 °C et d'une corrosion sous contrainte thermique résiduelle dans une solution de Na Cl. Na<sub>2</sub>S.

Les résultats obtenus ont mis en évidence une précipitation importante de la phase  $\alpha'$  au cours des maintiens aux températures 320 et 350 °C pendant 250 heures.

Cette précipitation a un effet accélérateur sur la fissuration sous contrainte et conduit à une réduction de la durée de vie des composants et des installations industrielles.

Les structures soudées en acier duplex fonctionnant aux températures proches de 350°C ne doivent pas être soumises à des conditions de corrosion sous contraintes en particulier dans des milieux chlorurés.

Afin de mieux cerner les causes, les mécanismes et les conséquences, cette étude doit être poursuivie dans les directions suivantes :

- Poursuivre le vieillissement à des durées plus importantes (5000 heures)
- Mise en évidence directe de la précipitation
- Essai de corrosion sous contrainte directe (thermique et mécanique)
- Quantification de la fissuration

## Références bibliographiques

**[1]. M. Colombié.**

Aciers Inoxydables. Techniques De L'ingénieur, Traité de Métallurgie, (M 320,1-M 320-20), Et (M320-1- M320-14).

**2. Gunn, R. N.**

Duplex Stainless Steels. Microstructure, Properties And Applications. Abington Publishing, Cambridge England, (2003).

**[3 ] R. 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, Université paris 13, et L'ENP d'Alger 29 mars 2013.

**[4] H. Delileche**

Le vieillissement de la ferrite dans les soudures d'aciers inoxydable duplex 2205, thèse d'ingénieur, Ecole Nationale Polytechnique, 2009.

**[5] IRIS ALVAREZ-ARMAS**

Duplex Stainless Steels : Brief History and Some Recent Alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering, Vol 1, N°1; 2008.

**[6] Thèse de BELKASSA R. N. GUNN**

Duplex Stainless Steels : Microstructure, Properties and Applications. Abington Publishing. Cambridge England, 2003.

**[7] Michel DUPEUX**

Aide-mémoire: Sciences des matériaux. Edition DUNOD, Paris 2004.

**[8] V. Calonne**

Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés: Influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 Juillet 2001.

**[9 ] I. Chouffa**

Effets du vieillissement thermique sur la résistance à la corrosion d'une soudure en acier inoxydable duplex 22 05, thèse d'ingénieur, Ecole Nationale Polytechnique, 2013

**[10] P.J. Cunat**

Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, Mars 2000.

**[11]H.Fekirri**

Corrosion sous contrainte de l'acier 316L soudé, thèse d'ingénieur, Ecole Nationale Polytechnique, **2012**

**[12] A. HACINI**

Effets de Précipitation des Carbures de Chrome et la Phase Sigma sur le Comportement Mécanique et la Résistance à la Corrosion des Joints Soudés en Acier Inoxydable Duplex S32550 (25%Cr). Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique.**2007.**

**[13] R.N.Gunn**

Duplex Stainless Steel, Microstructure, properties and applications, **2000.**

**[14] P.Lacombe, B.Baroux, G.Béranger**

Les aciers inoxydables, Editions Physique, **1990**

**[15] A.Hacini.**

Effets de Précipitation des Carbures de Chrome et la Phase Sigma sur le Comportement Mécanique et la Résistance à la Corrosion des Joints Soudés en Acier Inoxydable Duplex S32550 (25%Cr). Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique.**2007.**

**[16] M.Nacer**

Effets des traitements de vieillissement et de chocs thermiques sur la microstructure de la soudure en acier duplex 2205

**[17] H. GRANJON**

Bases Métallurgiques de Soudage. Edition Eyrolles, **1989.**

**[18] Siege social ArcelorMittal Paris**

Stainless Europe nuance DX2205, Paris October **2009.**

**[19]Abdelhalim LOUCIF**

Comportement en conditions de fatigue thermique d'une soudure en acier inoxydable duplex de nuance UNS S 31803. Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique **2006**

**[20] Mlle Sassa BOUGHANEM**

Etude de la soudabilité de l'acier inoxydable duplex 2205 en condition de fatigue thermique, Projet de fin d'études. Ecole Nationale Polytechnique, **2007.**

**[21] A. DECECTRET & R. MAYOUD**

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Nouveaux développements fondés sur 50 ans d'expérience, Revue de Métallurgie - CIT, Avril **1984.**

**[22] R.N.Gunn**

Duplex Stainless Steel, Microstructure, properties and applications, **2000**.

**[23] Technique d'ingénieur** – Aciers inoxydables – Propriétés. Résistance à la corrosion – **m 4541**.

**[24] Nestor PEREZ** - Electrochemistry and corrosion science – **2004**.

**[25] W.Zhang**

Probing Heat transfer, fluid flow and microstructural evolution during fusion welding of alloys, PhD thesis, The Pennsylvania State University, August **2004**.

**[26] Technique d'ingénieur** – Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages – **m150**

**[27] R. Castro, R. Tricot.**

Etude des transformations isothermes dans les aciers inoxydables semi ferritique à 17 % de chrome. La revue de métallurgie, **1962**.

**[28] J.Variot**

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques et la fabrication d'appareils en aciers austénoferritiques, METAUX Corrosion-Industrie, 20 Novembre **1984**

**[29] A.Desestret, R.Mayoud**

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Nouveaux développements fondés sur 50 ans d'expérience, Revue de Métallurgie - CIT, Avril **1984**

**[30] P.Lacombe, B.Baroux, G.Béranger**

Les aciers inoxydables, Editions Physique, **1990**.