

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche**  
**Scientifique**

**Ecole Nationale Polytechnique**



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

**Département de Métallurgie**

**PROJET DE FIN D'ETUDES**  
**En vue de l'obtention de**  
**Diplôme d'Ingénieur d'Etat en génie des matériaux**

**Etude quantitative de piqûration d'un acier**  
**inoxydable 2209 soudé en milieu neutre**

**Promoteur : Pr.M.A.DJEGHLAL**

**Réalisé par : AZZOUG Rabah**

**Proposé par : Mme.H.HACHEMI.**

**Promotion 2015**

## Remerciement

Avant toute chose, je tiens à exprimer ma gratitude et ma profonde reconnaissance à mes parents qui m'ont toujours soutenu et encouragé pendant toute ma scolarité et ma graduation aux études universitaires ;

Au terme de ce travail, je tiens à remercier mon encadreur le Pr.M.E. DJEGHLAL pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour sa disponibilité, ses conseils et son aide précieuse de même que mon co-promoteur Mme HACHEMI ;

Je tiens à remercier également Mme KECHOUD pour m'avoir honoré en acceptant de présider le jury, Mr ABADLI et Mme MERMOUL d'avoir accepté de juger mon humble travail ;

Je n'oublie pas de remercier les enseignants du département de Métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique pour m'avoir offert, ainsi qu'à tous mes camarades de la promotion, une bonne formation au bout des trois années qu'on a passé ensemble sous le toit de notre département.

## ملخص

إن هذا العمل يهدف إلى تشخيص مقاومة تآكل الفولاذ غير القابل للأكسدة "ديبلكس" من النوعية 2209 المستخدم في صناعة الفتوات الملحومة. الدراسة التجريبية تقوم على تقنيات ميتالوغرافية وطرق كهروكيميائية خاضعة لمقاييس دولية. التطور البنيوي لحفر التآكل في محلول كلور الصوديوم ذو التركيز الكتلي 3,5 % مكن من التعرف على تأثير كل من زمن الغمر والحرارة على مقاومة التآكل بالحفر وارتباطها مع السلوك الميكانيكي والبنية المجهرية للفولاذ بعد التلحيم.

الكلمات المفتاحية: فولاذ غير قابل للأكسدة، تلحيم، بنية مجهرية، تآكل، حفر، ترابط.

## Résumé

Le but de ce travail est de caractériser la résistance à la corrosion d'une nuance d'acier inoxydable duplex 2209, utilisée dans la fabrication des canalisations soudées. L'étude expérimentale repose sur les techniques de métallographie, des essais mécaniques et des essais électrochimiques normalisés. L'évolution de la morphologie des piqûres de l'acier duplex 2209 dans une solution de NaCl à 3,5% de concentration massique a permis de mettre en évidence l'influence du temps d'immersion et de la température sur la résistance à la corrosion par piqûration en corrélation avec le comportement mécanique de l'acier et sa microstructure après soudage.

**Mots clés : acier inoxydable duplex, soudage, microstructure, corrosion, piqûration, corrélation.**

## Abstract

The goal of this work is to characterize corrosion resistance of duplex 2209 stainless steel, used in the manufacture of the welded pipelines. The experimental study rests on the techniques of metallography, the mechanical tests and the normalized electrochemical tests. The evolution of the morphology of the pits of the duplex steel in a solution of 3,5% NaCl made it possible to show the influence of the time of immersion and the temperature on the corrosion resistance by pitting, in correlation with the mechanical behavior of steel and its microstructure after welding.

**Key words: duplex stainless steel, welding, microstructure, corrosion, pitting, correlation.**

## Liste des figures

<i>Figure I.1- Microstructures des aciers inoxydables</i> .....	6
<i>Figure I.2 - Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome</i> .....	7
<i>Figure I.3 - Détail de la boucle <math>\gamma</math> du diagramme fer-chrome pour des alliages contenant environ 0,004 % de carbone et 0,002 % d'azote</i> .....	8
<i>Figure I.4 - Diagramme Fe-Cr au-dessus de 850 °C</i> .....	9
<i>Figure I.5 - Vue 3D du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni</i> .....	9
<i>Figure I.6 - Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle</i> .....	10
<i>Figure I.7 - Microstructure d'aciers austéno-ferritiques</i> .....	11
<i>Figure I.8 - Effet de l'ajout du nickel sur la structure duplex</i> .....	13
<i>Figure I.7 - Précipitations possibles dans les aciers inoxydables duplex</i> .....	14
<i>Figure I.10 - Évolution du coefficient de partage (K) en fonction de la température</i> .....	15
<i>Figure I.8 - Austénite secondaire et précipités de <math>Cr_2N</math> dans l'acier duplex 25 07, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes</i> .....	16
<i>Figure II.1- Diagramme WRC relatif aux aciers duplex et superduplex</i> .....	20
<i>Figure II. 2 - Microstructure d'un acier superduplex UNS 32750 (phase claire : austénite ; phase sombre : ferrite)</i> .....	20
<i>Figure II. 3 - Diagramme TRC relatif à la précipitation de la phase dans un acier super duplex SAF 2507</i> .....	22
<i>Figure II.4 - Courbes d'iso-dureté de l'acier superduplex SAF 2507</i> .....	23
<i>Figure II.5 - Représentation schématique des procédés LW ou EBW avec la formation de capillaires</i> .....	24
<i>Figure II.6 : Température critique de piqûration et indice de résistance à la piqûration pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques</i> .....	34
<i>Figure III.1 - Forme et dimensions du chanfrein préparé</i> .....	34
<i>Figure III.2 - Principe du procédé de soudage TIG</i> .....	36
<i>Figure III.3 - Principe du procédé de soudage SMAW</i> .....	37
<i>Figure III.4 - Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique</i> .....	38
<i>Figure III.5 - Condition de réalisation de l'essai de dureté HV</i> .....	40
<i>Figure III. 6 - Eprouvette normalisée pour l'essai Charpy suivant la norme EN 10045-1</i> .....	40
<i>Figure III.7 - Schéma du montage réalisé pour les essais de polarisation</i> .....	41
<i>Figure IV.1 - Macrographie de la soudure (grossissement x3)</i> .....	43
<i>Figure IV.2 - Microstructure du métal de base à 3cm du centre du cordon de soudure</i> .....	43
<i>Figure IV.3 - Microstructure de la zone affectée thermiquement à 1 cm du centre du cordon</i> .....	44
<i>Figure IV.4 - Microstructure de la zone de liaison à la frontière avec le métal fondu</i> .....	44
<i>Figure IV.5 - Microstructure du centre de la zone fondue</i> .....	45
<i>Figure IV.6 -Variation de la dureté HV à travers le cordon de soudure mesurée selon la norme ASM E384</i> .....	46
<i>Figure IV.7 - Filiation de microdureté selon la ligne centrale du cordon</i> .....	47
<i>Figure IV.8 - Variation de la dureté HV des phases à travers la soudure duplex</i> .....	48
<i>Figure IV.9 - Piqûres après 1 jour d'immersion</i> .....	49
<i>Figure IV.10 - Piqûres après 2 jours d'immersion</i> .....	49
<i>Figure V.11 - Piqûres après 4 jours d'immersion</i> .....	50
<i>Figure IV.12 - Piqûres après 6 jours d'immersion</i> .....	50

<i>Figure IV.13 - Relation entre le diamètre des piqûres et leur profondeur.....</i>	<i>51</i>
<i>Figure IV.14 - Variation du diamètre maximale des piqûres en fonction du temps d'immersion.....</i>	<i>51</i>
<i>Figure IV.15 - Courbes de polarisation potentiostatique en NaCl 3.5% à 20°C.....</i>	<i>52</i>
<i>Figure IV.16 - Courbes de polarisation potentiostatique en NaCl 3.5% à 40°C.....</i>	<i>52</i>
<i>Figure IV.17 - Courbes de polarisation potentiostatique en NaCl 3.5% à 60°C.....</i>	<i>53</i>
<i>Figure IV.18 - Histogrammes des Paramètres électrochimiques du MB.....</i>	<i>54</i>
<i>Figure IV.19 - Histogrammes des Paramètres électrochimiques de la ZAT.....</i>	<i>54</i>
<i>Figure IV.20 - Histogrammes des Paramètres électrochimiques de la ZF.....</i>	<i>55</i>
<i>Figure IV.21 -Piqûres formées dans le MB après polarisation à 20 °C.....</i>	<i>55</i>
<i>Figure IV.22 -Piqûres formées dans la ZF après polarisation à 20 °C.....</i>	<i>55</i>
<i>Figure IV.23-Piqûres formées dans la ZAT après polarisation à 20 °C.....</i>	<i>56</i>
<i>Figure IV.24 -Piqûres formées dans la MB après polarisation à 40 °C.....</i>	<i>56</i>
<i>Figure IV.25 -Piqûres formées dans la ZAT après polarisation à 40 °C.....</i>	<i>56</i>
<i>Figure IV.26 -Piqûres formées dans la ZF après polarisation à 40 °C.....</i>	<i>57</i>
<i>Figure VI.27 -Piqûres formées dans la MB après polarisation à 60 °C.....</i>	<i>57</i>
<i>Figure IV.28 - Piqûres formées dans la ZAT après polarisation à 60 °C.....</i>	<i>57</i>
<i>Figure VI.29 - Piqûres formées dans la ZF après polarisation à 60 °C.....</i>	<i>58</i>
<i>Figure IV.30- Empreinte de dureté après polarisation.....</i>	<i>58</i>
<i>Figure IV.31 - Variation de la densité surfacique des piqûres en fonction de la température.....</i>	<i>59</i>
<i>Figure IV.32 - Variation du diamètre maximale en fonction de la température.....</i>	<i>59</i>
<i>Figure IV.33 - Influence de la microstructure sur la résilience et la dureté Vickers.....</i>	<i>60</i>
<i>Figure IV.34-Exemple observé d'une piqûre repassivée.....</i>	<i>61</i>
<i>Figure IV.35 - Observation d'une piqûre de forme hémisphérique.....</i>	<i>61</i>
<i>Figure IV.36 -Micrographie MET prise à partir de la ZAT révèle la présence des nitrures de chrome.....</i>	<i>62</i>

## Liste des tableaux

<i>Tableau II.1 - Coefficient de partition des éléments Cr, Ni, Mo dans un acier inoxydable SAF 2507</i> .....	22
<i>Tableau II.2 - Principaux types de métaux d'apport utilisés pour le soudage des aciers inoxydables duplex et superduplex</i> .....	25
<i>Tableau II.3 - Températures de traitement thermique après soudage recommandées pour divers aciers duplex</i> .....	26
<i>Tableau II.4 - Indice PREN dans l'austénite et la ferrite pour un acier Z2 CNDU 25-7</i> .....	30
<i>Tableau III.1 - Composition chimique du métal de base</i> .....	37
<i>Tableau III.2 - Composition chimique du métal d'apport utilisé</i> .....	37
<i>Tableau III.3 - Composition chimique du métal duplex 2209 après soudage</i> .....	38
<i>Tableau III.4 - Caractéristiques mécaniques du métal avant soudage (ASTM A 370)</i> .....	39
<i>Tableau IV.1 - Résultats des essais de dureté HV10 et estimation de la dureté moyenne</i> .....	46
<i>Tableau IV.2 - Résultats des essais de résilience et estimation de la résilience moyenne</i> .....	48
<i>Tableau IV.3 - Paramètres électrochimiques après polarisation</i> .....	53

## **Partie bibliographique**

### **Chapitre I : Les aciers inoxydables**

<b>Introduction générale</b> .....	2
I.1 Généralités sur les aciers inoxydables.....	5
I.2 Diagramme d'équilibre des phases .....	6
I.2.1 Diagramme d'équilibre Fe-Cr .....	6
I.2.2 Diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni.....	9
I.2 Aciers inoxydables duplex .....	10
I.2.1 Composition chimique et microstructure des aciers inoxydables duplex .....	10
I.2.2 Classification des aciers inoxydables duplex .....	12
I.2.4 Influence des éléments d'addition.....	12
I.2.5 Evolutions structurales lors des traitements thermiques .....	14
a) Transformations structurales au-dessus de 1050 °C.....	14
b) Transformations aux températures comprises entre 600 et 1050 °C.....	15
c) Transformation aux températures inférieures à 600 °C .....	17

### **Chapitre II : Soudabilité des acier inoxydable duplex**

II.1.Introduction .....	19
II.2 Transformation $\delta \rightarrow \gamma$ .....	19
II.3 Précipitation de phase secondaire et intermétallique pendant le soudage.....	22
II.4 Procédés de soudage utilisables .....	23
II.5 Procédés de soudage conventionnels à l'arc.....	25
II.6 Résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	26
II.6.1 Corrosion généralisée, par piqûration et caverneuse.....	26
II.6.2 Résistance à la corrosion intergranulaire.....	28
II.6.3 Résistance à la corrosion par piqûres et crevasses.....	28
II.6.4 Résistance à la corrosion sous contrainte.....	30

## **Partie expérimentale**

### **Chapitre III : Matériau et méthodes expérimentales**

III.1 Caractérisation métallographique.....	34
III.1.1 Présentation du matériau étudié.....	34

III.1.2. Conditions de soudage .....	34
III.1.2.1 Préparation des bouts .....	34
III.1.2.2 Conditions opératoires .....	34
III.1.2.3 Procédés de soudage utilisés .....	35
III.1.3 Prélèvement des échantillons.....	37
III.1.4 Caractérisation de la composition chimique.....	37
III.1.5 Préparation des échantillons .....	38
III.1.6 Attaque électrolytique.....	38
III.1.7 Microscopie optique et acquisition d'image.....	38
III.2 Caractérisation mécanique .....	39
III.3. Caractérisation électrochimique .....	40
III.4. Essais d'immersion.....	41

## **Chapitre IV : Resultats et interpretations**

IV.1. Résultats de l'étude métallographique.....	43
IV.2. Résultats des essais mécaniques .....	45
IV.2.1. Essai de dureté HV .....	45
IV.2.2 Essai de microdureté HV .....	47
VI.2.3 Résultats de l'Essai de résilience.....	48
IV.3. Analyse d'images des piqûres formées dans la ZAT après immersion .....	48
IV.3.1 Piqûres après 1 jour d'immersion.....	48
IV.3.2 Piqûres après 2 jours d'immersion .....	49
IV.3.3 Piqûres après 4 jours d'immersion .....	49
IV.3.4 Piqûres après 6 jours d'immersion .....	50
IV.4. Corrélation entre la profondeur des piqûres (en $\mu\text{m}$ ) et leur diamètre (en $\mu\text{m}$ ).....	50
VI.5. Corrélation entre le diamètre maximale des piqûres et le temps d'immersion .....	51
IV.6. Résultats des essais de polarisation potentiostatique dans la solution NaCl 3.5%.....	52
IV.6.1 Courbes de polarisation potentiostatique .....	52
IV.6.2 Calcul des Paramètres électrochimiques.....	53
IV.6.3 Observation après polarisation .....	55
IV.7. Evolution de la densité surfacique et du diamètre maximale des piqûres en fonction de la température.....	58

IV.8. Interprétations des résultats.....	59
Conclusion et perspectives.....	64
Bibliographie.....	66

# **Partie bibliographique**

# **Introduction générale**

## Introduction générale

En raison de leur composition chimique, de leur microstructure biphasée, et leur développement qui n'a jamais cessé de se poursuivre au fil du temps, les aciers inoxydables austéno-ferritiques communément appelé les aciers duplex conjuguent de bonnes propriétés de tenue à la corrosion à d'intéressantes caractéristiques mécaniques et technologiques grâce à leurs caractéristiques métallurgiques. Cette nuance d'aciers inoxydables remporte un succès commercial croissant pour un large domaine d'applications dans les secteurs énergétiques, l'industrie offshore, du gaz et du pétrole, industries chimiques et le transport naval, à cause de leur coût relativement faible, leur soudabilité, et leurs propriétés incontestablement supérieures que n'ont les autres aciers inoxydables.

Leur fabrication repose souvent sur l'assemblage par soudage pour assurer une parfaite continuité entre les composants. Cependant, pendant l'opération de soudage, l'évolution microstructurale au niveau du joint soudé au cours du refroidissement provoque une diminution des propriétés du métal soudé comparé au métal non soudé. Cette altération peut affecter aussi les propriétés de résistance à la corrosion sous l'effet chimique de l'environnement. En présence d'ions agressifs comme les chlorures dans le milieu réactionnel, Les structures duplex soudées deviennent de plus en plus sensible à la dégradation localisée à savoir la corrosion caverneuse et la corrosion par piqûres.

Dans le présent travail, nous envisageons de caractériser une nuance d'acier inoxydable utilisé dans la fabrication de pipelines : le duplex 2209. Une caractérisation métallurgique, mécanique et électrochimique est effectuée sur les différentes zones de la soudure.

Ce mémoire est structuré comme suit :

- Une première partie comportant une étude bibliographique sur les aciers duplex, leurs propriétés métallurgiques et leur soudabilité.
- Une deuxième partie comportant les techniques expérimentales employées et les différents résultats obtenus.

# **Chapitre I :**

## **Les aciers inoxydables**

## I.1 Généralités sur les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. Ils sont définis comme des aciers titrant plus de 10,5 % de chrome, moins de 1,2 % de carbone et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliages (norme européenne NF EN 10088-1). Il s'agit donc d'aciers spéciaux fortement alliés dont leur dénomination d'aciers inoxydables est du fait de leur passivation. En contact à l'air, la haute teneur en chrome qu'elles contiennent permet de former un film passif invisible et adhérent riche en cet élément à la surface du métal. Ce qui confère à ces aciers une résistance à la corrosion dans des limites étendues de températures [1].

Les aciers inoxydables se distinguent principalement par leur structure métallographique (figure I.1) :

– **aciers ferritiques**: Ce sont des alliages fer-chrome d'une structure cubique centrée avec une teneur en chrome allant de 12 à 30% de chrome. Ils possèdent de bonnes propriétés mécaniques et notamment une limite d'élasticité assez élevée (supérieure à 230 MPa), une bonne ductilité et déformabilité. Leur résistance à haute température est faible par rapport aux aciers austénitiques. Leur résistance à la corrosion est sensiblement supérieure à celle des aciers martensitiques de composition analogue. Ces nuances peuvent contenir des additions de molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion, du titane ou de l'aluminium pour augmenter le caractère alphasène [1,2].

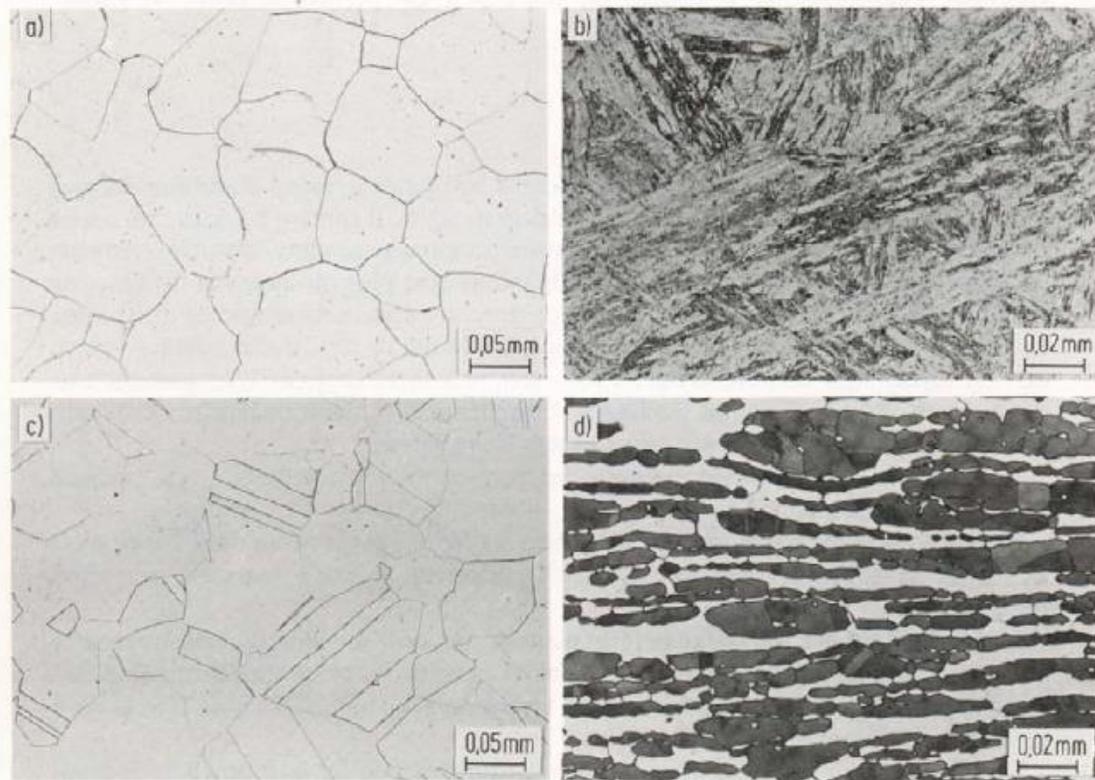
– **aciers martensitiques** : Ils contiennent 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone parmi les plus élevées variant de 0.1 à 1% environ. Ils sont utilisés après trempe martensitique et revenu. Ces aciers présentent des performances mécaniques élevées mais, en raison de leur composition, ne résistent pas à tous les milieux agressifs [1,2].

– **aciers austénitiques** : Ils présentent des teneurs en chrome supérieures ou égales à 17% et des proportions en nickel et en manganèse suffisantes (en général moins de 8% de nickel) pour assurer la stabilité de l'état austénitique. Ils contiennent le plus souvent des éléments d'addition améliorant leur tenue à la corrosion tels que le molybdène, le cuivre, le titane et le niobium. Les aciers austénitiques de base possèdent de caractéristiques mécaniques qui peuvent être sensiblement améliorées par écrouissage, addition d'azote (durcissement par effet de solution solide) ou par précipitation de composés intermétalliques, au cours d'un revenu [1,2].

– **aciers austéno-ferritiques** : Ils ont une composition en chrome, nickel, molybdène et silicium équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite (cubique à faces centrées, paramètre de maille de 3.58 à 3.62 Å) et de ferrite (cubique centrée, paramètre de maille de 2.86 à 2.88 Å) [1,2].

– **aciers à durcissement structural** : Ils ont des caractéristiques mécaniques très élevées, une limite d'élasticité de 1 200 à 1 600 MPa, une résistance moyenne à la corrosion. Mais, ils sont sensibles à la corrosion sous tension et à la fragilisation par l'hydrogène. Ils sont

obtenus par un traitement d'hypertrempe conduisant à une solution solide saturée, suivie d'un revenu au cours duquel a lieu la précipitation du composé intermétallique [1,2].

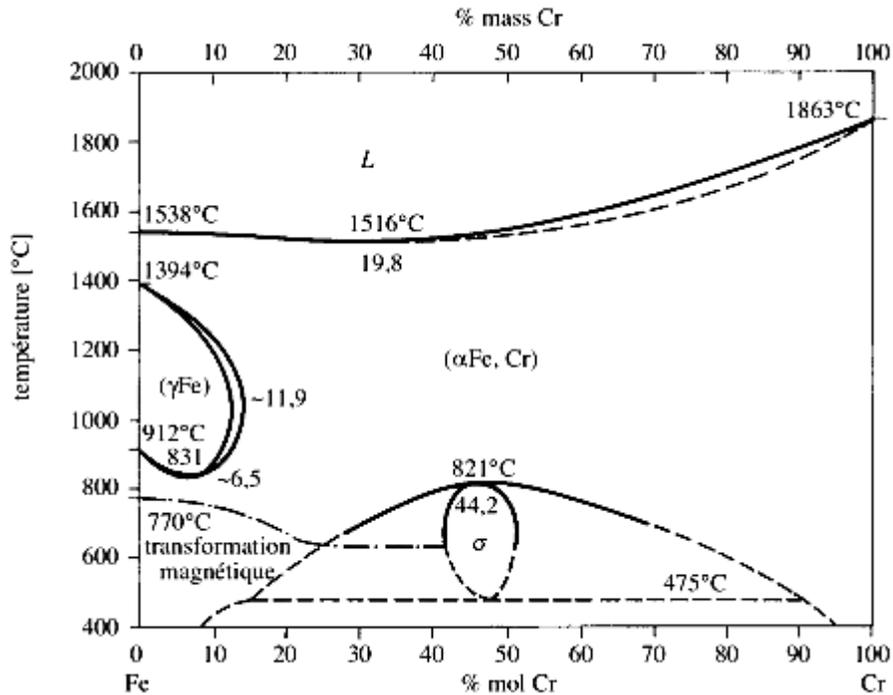


**Figure I.1- Microstructures des aciers inoxydables ferritique (a), martensitique (b), austénitique (c), et austéno-ferritique (d) [3].**

## I.2 Diagramme d'équilibre des phases

### I.2.1 Diagramme d'équilibre Fe-Cr

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome (Figure I.2) montre que l'existence de la phase  $\gamma$  est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle  $\gamma$  » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique (cubique centrée), favorise la stabilité du domaine  $\alpha$ .



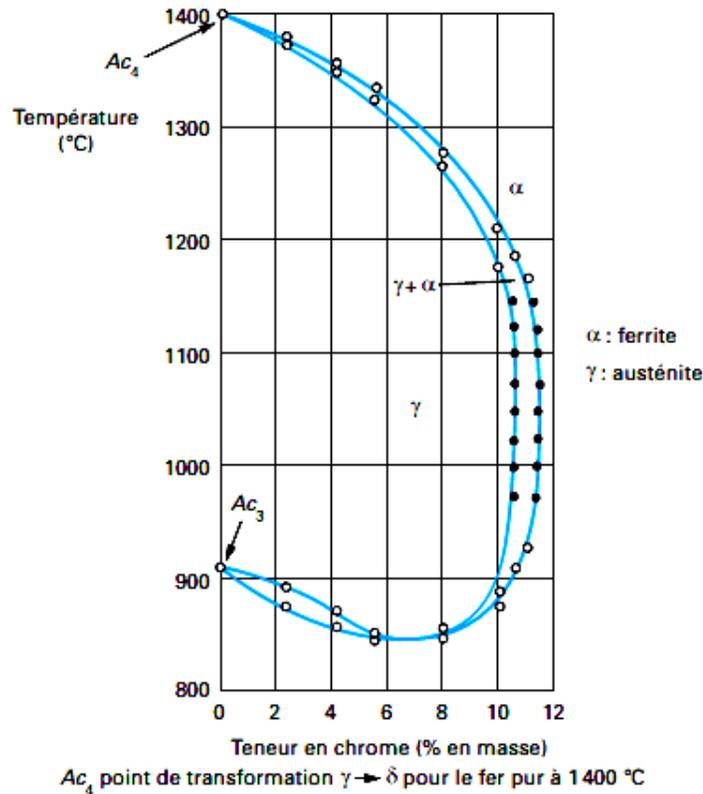
**Figure I.2 - Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome, d'après Massalski [5].**

Le détail de la boucle  $\gamma$  (figure I.3), montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  et inversement au refroidissement. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine  $\alpha$  existe.

L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase  $\alpha$ ). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée  $\alpha + \gamma$ .

L'étendue du domaine  $\gamma$  va être fortement influencée par les éléments d'addition. Certains auront tendance à favoriser l'existence de la phase  $\alpha$  (structure ferritique) ; ce sont les éléments dits  $\alpha$ -gènes comme le chrome, le bore ou le molybdène. D'autres, à l'opposé, auront tendance à favoriser l'existence de la phase  $\gamma$  (structure austénitique) ; ce sont les éléments dits  $\gamma$ -gènes parmi lesquels on trouve le carbone ou l'azote.

Ainsi, selon la composition par rapport à la boucle  $\gamma$ , les aciers au chrome peuvent avoir des structures différentes : ferritique, semi ferritique ou martensitique.



**Figure I.3 - Détail de la boucle  $\gamma$  du diagramme fer-chrome pour des alliages contenant environ 0,004 % de carbone et 0,002 % d'azote, d'après [4].**

Le diagramme Fe-Cr montre l'existence de la phase  $\sigma$  qui se forme à une température limitée entre 800° et 600°C. Sa composition dans l'alliage binaire est limitée entre 46 et 53 % Cr. La phase  $\sigma$  peut être évitée par refroidissement rapide.

Une dernière transformation peut se produire entre 400°C et 550 °C (Figure I.4). Il s'agit d'une démixtion de la phase  $\alpha$  en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase  $\alpha'$ . Elle se présente sous la forme de précipités fins dans la matrice  $\alpha$ . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [4].

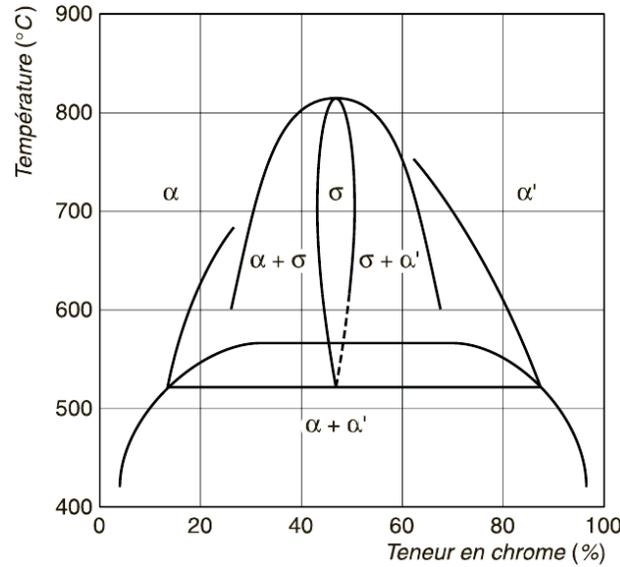


Figure I.4 – Diagramme Fe-Cr au-dessus de 850 °C [1].

### I.2.2 Diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni

En 1927, Bain et Griffith présentèrent leurs résultats concernant le système Fe-Cr-Ni et mentionnèrent l'existence d'un champ biphasé comprenant austénite et ferrite. C'était probablement, la première référence aux aciers inoxydables de type duplex. Le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni est le diagramme de base des aciers inoxydables (voir Figure I.5). Il montre la présence seulement de trois phases : l'austénite, la ferrite, et la phase sigma [6].

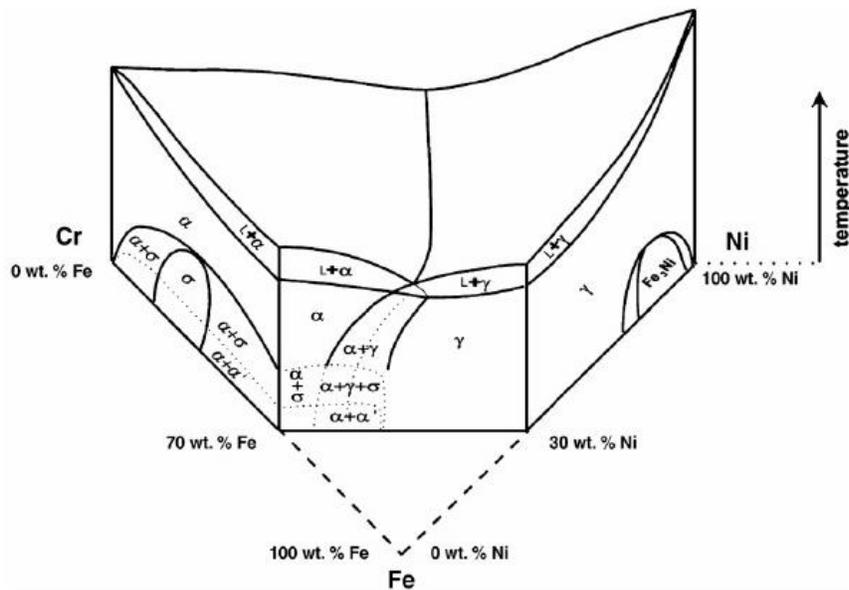
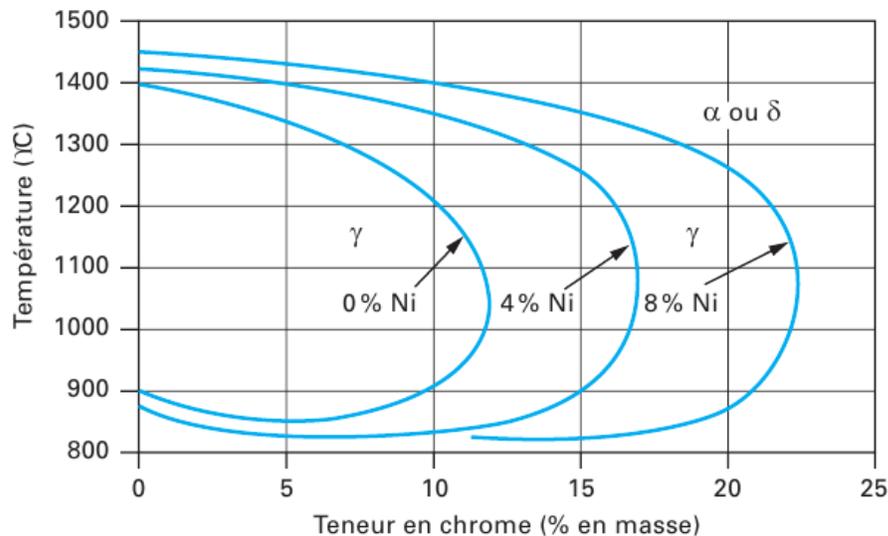


Figure I.5 – Vue 3D du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni [6].

En fait, L'addition du nickel conduit à augmenter la boucle  $\gamma$  des alliages fer-chrome. La phase  $\gamma$  du système Fe-Cr est présente avec une large extension en composition et en température et participe à des équilibres bi et triphasés.

La figure I.6 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre clairement le déplacement de la boucle  $\gamma$  vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel [4].

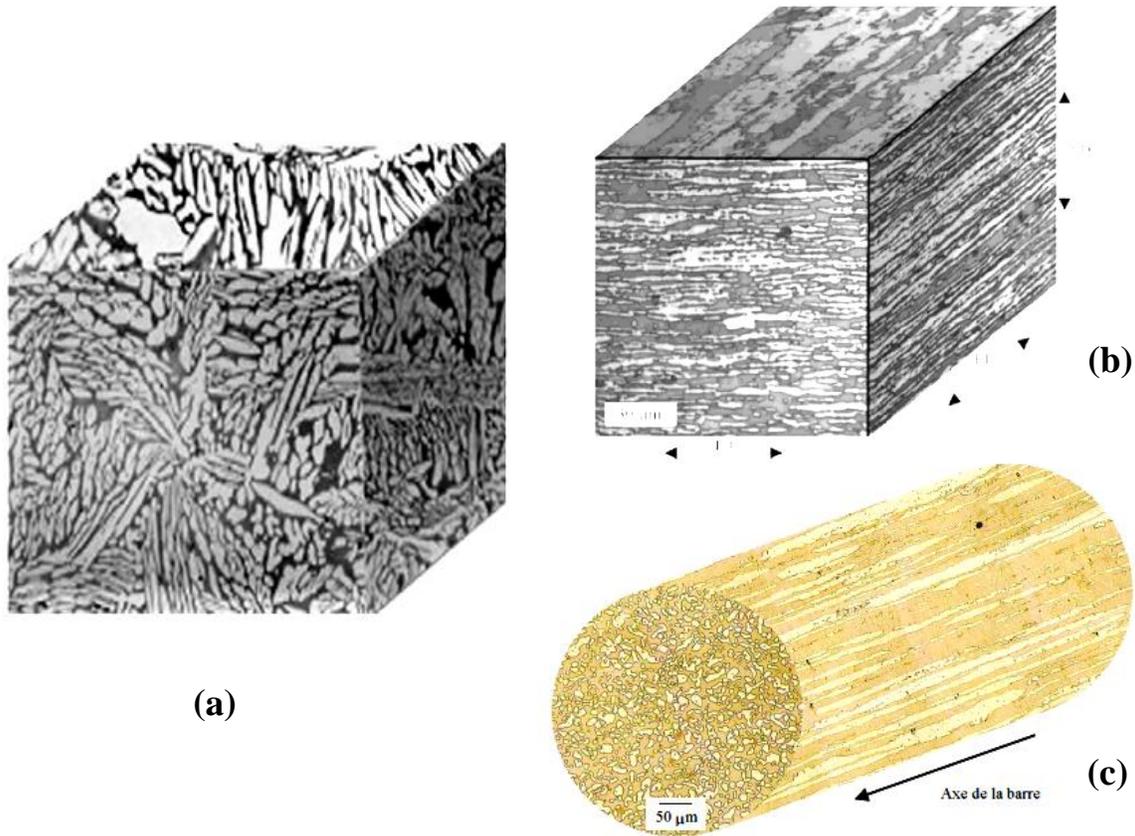


**Figure I.6 - Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle  $\gamma$  [4].**

## I.2 Aciers inoxydables duplex

### I.2.1 Composition chimique et microstructure des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex ont une microstructure biphasée comprenant l'austénite ductile de structure cubique à faces centrées et la ferrite de haute limite élastique et de structure cubique centré à des proportions volumiques qui dépendent vraisemblablement de la composition chimique, et de l'histoire thermique de l'alliage [6]. La microstructure de l'acier à son tour dépend aussi du procédé utilisé pour l'élaboration et la mise en forme. Un acier forgé ou laminé présente une microstructure en îlot d'austénite allongé suivant la direction du forgeage ou de laminage, noyés dans la matrice ferritique. Tandis qu'un acier moulé présente une microstructure composée d'une matrice ferritique avec de l'austénite *de Widmanstattën* [7,8]. Les microstructures typiques caractérisant les états de moulage et de laminage des aciers inoxydables duplex sont présentées dans la figure I.7.



**Figure I.7 - Microstructure d'aciers austéno-ferritiques moulé (a) [6], laminé (b), et forgé (c) [8] (Ferrite en sombre, austénite en clair).**

Ces aciers inoxydables contiennent de 21 à 30 % de Cr, de 3,5 à 10% de Ni, 0,1 à 4,5% de Mo, ainsi qu'une teneur en azote comprise entre 0,05 et 0,35%. Ils peuvent contenir aussi de 0,1 à 2,5% de Cu et jusqu'à 1% de W [9]. Selon leur teneur en carbone, ces aciers peuvent être classés en deux sous-groupes : les alliages corroyés à faible teneur en carbone (0,01% - 0,08% poids) souvent travaillés mécaniquement ; et les alliages à haute teneur en carbone (0,3 - 0,5% poids), utilisés à l'état brut de coulée. Les alliages corroyés offrent une combinaison très intéressante de propriétés, telles que la résistance mécanique, la résistance à la corrosion, la dureté et la soudabilité. Les alliages ayant une grande teneur en carbone présentent une plus faible dureté et une plus faible ductilité, mais une excellente résistance à l'usure .

La présence de la ferrite permet d'augmenter la résistance à la traction, la soudabilité et la résistance à la corrosion sous contrainte du matériau. Dans le cas des matériaux moulés ou laminés à haute température, la ferrite réduit également les risques de fissuration à chaud. 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, la teinturerie, la tannerie et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder [6].

## I.2.2 Classification des aciers inoxydables duplex

Il existe actuellement trois principaux types de nuances austéno-ferritiques :

- la nuance type 22 % Cr - 5 % Ni - 3 % Mo - 0,17 % N, qui peut être considérée comme la nuance duplex "standard". Sa résistance à la corrosion est intermédiaire entre celle d'un acier austénitique de base type 316 L et celle d'aciers super austénitiques à 5-6 % Mo ;
- les nuances dites "*super duplex*" qui contiennent approximativement 25 % Cr - 6,5 % Ni - 3,7 % Mo et 0,25 % N avec ajouts de cuivre ou tungstène. Ces nuances présentent des caractéristiques mécaniques élevées et une résistance à la corrosion dans des environnements extrêmement agressifs (milieux chlorurés acides), leur résistance à la corrosion étant équivalente à celle des aciers super austénitiques contenant 5-6 % Mo ;
- la nuance type 23 % Cr - 4 % Ni - 0,10 % N sans additions de molybdène qui peut remplacer dans certaines conditions des nuances type 304 et /ou 316 [10].

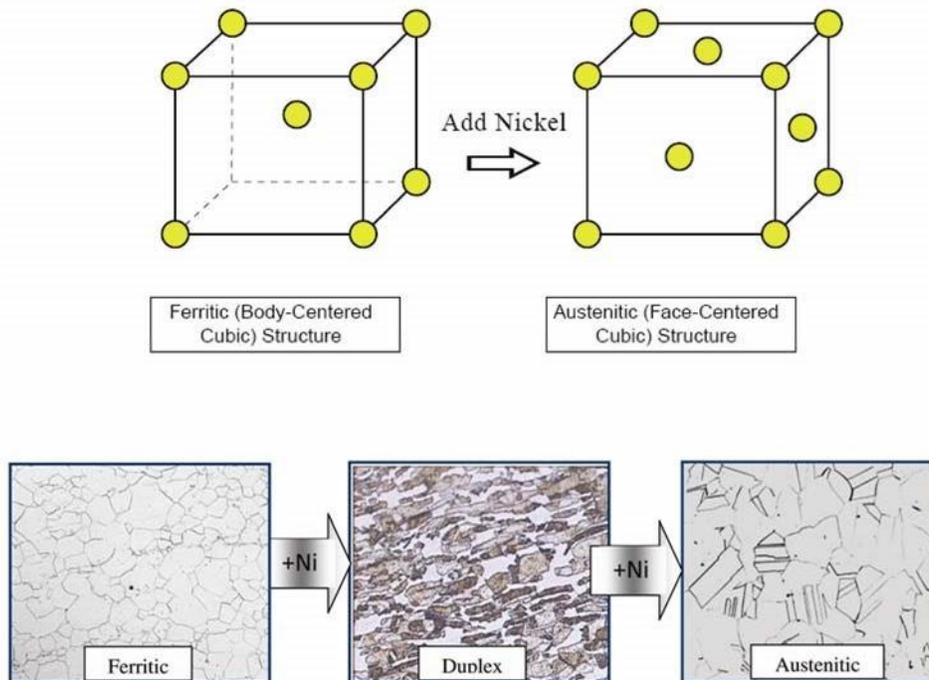
## I.2.4 Influence des éléments d'addition

Le carbone est un élément inhérent aux aciers. Il permet d'améliorer la résistance mécanique du fer, en se plaçant dans les sites interstitiels des mailles cristallographiques. Le carbone est plus soluble dans l'austénite que dans la ferrite et par conséquent, il stabilise le domaine austénitique des aciers [11]. Cependant, le carbone est susceptible de former des précipités de type carbures de chrome, en particulier aux joints de grains, ce qui implique une corrosion intergranulaire.

Les progrès effectués dans les années 1980 pour contrôler l'addition de carbone ont permis une nette évolution des aciers inoxydables et en particulier des aciers duplex [12]. En effet, de faibles teneurs en carbone permettent d'améliorer la ténacité et la ductilité et de ce fait, la mise en forme des aciers duplex, tandis que des teneurs en carbone plus élevées apportent une meilleure résistance à l'usure [13].

Le chrome est un élément essentiel dans les aciers inoxydables puisqu'il permet la formation d'une couche de passivation qui leur confère leurs propriétés de résistance à la corrosion. Le chrome a une structure cubique centrée (c.c), comme la ferrite et stabilise donc cette dernière ; il est l'élément alphasé de base. La couche de passivation est d'autant plus efficace que les teneurs en chrome de l'acier inoxydable sont élevées.

D'autre part, le nickel est un stabilisateur d'austénite. Cela signifie que l'addition de nickel pour les alliages à base de fer favorise un changement de la structure cristalline de l'acier inoxydable cubique centré (ferritique) à une structure cubique à faces centrées (austénitique). Les aciers inoxydables duplex contiennent une quantité intermédiaire de nickel, et la série 300 des aciers inoxydables austénitiques contiennent au moins 8% de nickel (voir la figure I.8).



**Figure I.8 – Effet de l’ajout du nickel sur la structure duplex [14].**

L'addition de nickel retarde la formation des phases intermétalliques néfastes dans les aciers inoxydables austénitiques mais il est beaucoup moins efficace que l'azote dans les aciers inoxydables duplex. Le nickel est aussi connu pour améliorer la résistance à la corrosion caverneuse en milieu chloruré [14].

L'addition d'azote favorise un durcissement structural par effet de solution solide, ce qui augmente la limite d'élasticité et permet d'avoir une résistance mécanique ultime sans nuire à la ténacité [14]. L'ajout de cet élément dans l'acier inoxydable en une quantité de plus de 0,2% exige l'utilisation des techniques spéciales comme la métallurgie des poudres ou la refusion sous laitier électro-conducteur [15].

En outre, Le molybdène améliore la résistance à la corrosion uniforme, ainsi que la résistance à la corrosion par piqûre. Il est d'ailleurs pris en compte par les industriels dans le calcul du PREN (*Pitting Resistance Equivalence Number*). Cet élément est  $\alpha$ -gène et comme le chrome, le molybdène favorise la précipitation d'intermétalliques, tels que la phase  $\sigma$  [16].

Récemment, l'addition de manganèse dans les aciers inoxydables et dans les aciers duplex en particulier, a retrouvé un fort intérêt car le manganèse augmente la solubilité de l'azote dans la solution solide de fer. Les hautes teneurs en manganèse dans les aciers *lean duplex* permettent aussi de diminuer la formation de porosités et de nitrures lors des différents traitements thermiques [17]. Cet élément est particulièrement utilisé avec des teneurs élevées dans les nouveaux aciers austénitiques à hautes teneurs en éléments interstitiels [18].

Au même titre que le manganèse, le chrome augmente la solubilité de l'azote dans le fer, alors que le nickel la diminue [18]. C'est aussi le cas des éléments comme le titane, le vanadium

ou le niobium, mais ces éléments augmentent aussi la stabilité des nitrures de type MN, pour le titane et le niobium ou de type  $M_2N$  pour le vanadium et le chrome [19].

### I.2.5 Evolutions structurales lors des traitements thermiques

Le diagramme de la figure I.9 met en évidence l'influence des éléments d'alliage sur la position des courbes TTT et il permet de distinguer trois catégories d'évolution structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques : celles se produisant au-dessus de 1050°C, celles se produisant dans l'intervalle 600-1050°C et celles se produisant en dessous de 600°C.

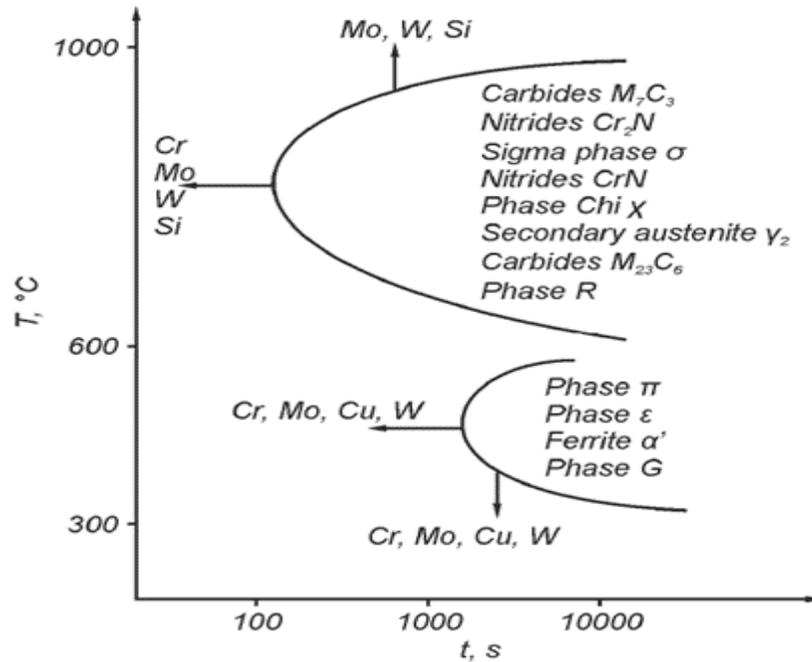
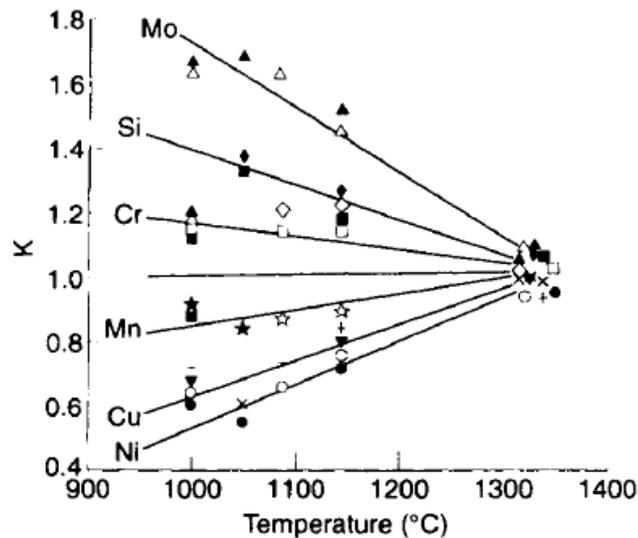


Figure I.9 – Précipitations possibles dans les aciers inoxydables duplex [20].

#### a) Transformations 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 austéno-ferritiques dépend de la température d'hypertrempe et augmente avec cette dernière. L'élévation des températures conduit à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases ; le coefficient de partage  $K$  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.10) 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 zone affectée

thermiquement (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 Widmenstätten lors d'un refroidissement intermédiaire [20,21].



**Figure I.10 - Évolution du coefficient de partage (K) en fonction de la température [20].**

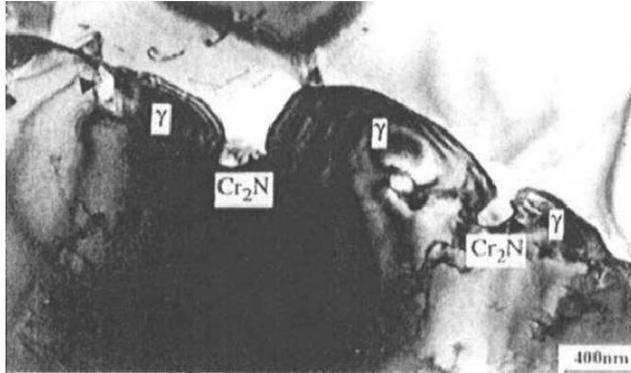
#### b) Transformations aux températures comprises entre 600 et 1050 °C

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 nitrures et des carbures de chrome, de la phase  $\chi$  et de l'austénite secondaire  $\gamma_2$ .

**Phase  $\sigma$**  : c'est une phase riche en chrome, molybdène et silicium de structure tétragonale compacte contient 30 atomes par maille, elle est dure et fragile. La précipitation de cette phase est plus facile dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques que dans l'acier inoxydable austénitique ou ferritique. Des traces de phase  $\sigma$  sont suffisantes pour baisser notablement la résilience d'une pièce moulée ou forgée. Dans les aciers biphasés, la phase  $\sigma$  apparaît beaucoup plus facilement avec l'augmentation de la teneur en chrome, molybdène (cet élément augmente la stabilité à haute température), tungstène (augmente la vitesse de précipitation) et manganèse. La précipitation de cette phase est préférentielle aux joints de grains triples ou aux interfaces austénite-ferrite.

**Carbures de chrome** : Pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques, relativement riches en carbone, la précipitation de carbures  $M_7C_3$  est possible entre 950°C et 1050°C, et celle des carbures  $M_{23}C_6$  à des températures inférieures à 950°C, en majorité aux interfaces  $\delta/\gamma$ , mais également aux interfaces  $\delta/\delta$  et aux interfaces  $\gamma/\gamma$ .

**Nitrides de chrome :** la précipitation de  $\text{Cr}_2\text{N}$  dans l'intervalle de température 700-900 °C est importante lorsque la teneur en azote est élevée. La précipitation intergranulaire de  $\text{Cr}_2\text{N}$  est facilitée par un refroidissement rapide depuis les hautes températures, grâce à la supersaturation de l'azote dans la ferrite (figure I.11) ; il est également possible d'avoir des précipités de  $\text{CrN}$ .



**Figure I.11 - Austénite secondaire et précipités de  $\text{Cr}_2\text{N}$  dans l'acier duplex 25 07, après vieillissement à 850°C pendant 10 minutes [20].**

**Phase  $\chi$  :** Cette phase précipite entre 700°C et 900°C, en quantité plus faible que la phase  $\sigma$ , lorsque le nez de la courbe en "C" dans le diagramme TTT se trouve à une température plus basse que celui de la phase  $\sigma$ . Cette phase contient une grande quantité de molybdène.

**Austénite secondaire :** il est possible d'obtenir cette phase par décomposition de la ferrite, dans un grand intervalle de température. Cette décomposition est due au fait que la structure biphasée est obtenue par trempe depuis les hautes températures, où la fraction volumique à l'équilibre de la phase  $\delta$  est plus élevée. Cette austénite secondaire peut être obtenue à partir de trois mécanismes différents :

- par la réaction eutectoïde :  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma$  ; Cette réaction se produit entre 700 et 900 °C où la phase  $\delta$  est moins stable que la phase  $\sigma$ , due à la réduction de la quantité de chrome et de molybdène ;
- par formation des structures de *Widmanstaetten*, à des températures supérieures à 650°C, là où la vitesse de diffusion est très grande, et l'austénite est plus en chrome, surtout s'il y a précipitation simultanée de  $\text{Cr}_2\text{N}$  ;
- par un mécanisme « martensitique » à des températures inférieures à 650°C, où la vitesse de diffusion est trop faible pour permettre la diffusion des éléments chimiques ; cette austénite a la même composition chimique que la ferrite environnante [22].

### c) Transformation aux températures inférieures à 600 °C

A des températures inférieures à 600°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 spinoïdale ( $280 < T < 475^\circ\text{C}$ ) ou par germination et croissance selon la teneur en chrome et la température.

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 [23].

**Phase R :** Cette phase a une teneur voisine de 30% Fe, 25% Cr, 6% Ni, 35% Mo, 4% Si, et une structure tétragonale. Elle précipite soit dans la matrice, soit dans les joints de grains, entre 550 et 700°C.

**Phase  $\pi$  :** Cette phase est un nitrure de composition chimique voisine de 28% Fe, 35% Cr, 3% Ni, 34% Mo ayant une structure cubique.

Les transformations microstructurales dans la ferrite ne sont 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 cristallographies très proches, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique en transmission, la microsonde atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA).

Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion  $\alpha/\alpha'$  et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G. Des phénomènes de fragilisation secondaires comme la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  et la précipitation d'austénite de réversion au sein de la ferrite peuvent également apparaître [24].

# **Chapitre II :**

## **Soudabilité et résistance à la corrosion des aciers duplex**

## II.1 Introduction

L'étude de la soudabilité des aciers inoxydables duplex est fondamentale pour réussir leur assemblage. Pendant le soudage, deux principaux problèmes peuvent survenir, dus à l'évolution de la microstructure pendant le refroidissement : l'obtention d'un rapport austénite/ferrite mal équilibré et la précipitation, dans la zone de fusion (ZF) et la zone affectée par la chaleur (ZAT), de phases secondaires qui tendent à diminuer les propriétés de l'alliage.

Les microstructures en ZF et ZAT diffèrent de celle du matériau de base, en fonction de la composition chimique du métal d'apport et de l'histoire thermique. Dans ce chapitre, les problèmes liés à l'évolution microstructurale des aciers inoxydables duplex seront présentés par :

- la description de la cinétique de la transformation de phase  $\delta \rightarrow \gamma$ ;
- l'analyse des transformations isothermes et anisothermes conduisant à la formation de phases et de précipités, qui sont généralement préjudiciables aux propriétés mécaniques et de corrosion ;
- l'examen, et quelques exemples, de l'effet de l'histoire thermique induite par le procédé de soudage sur le rapport austénite/ferrite et sur les phénomènes de précipitation
- le passage en revue des solutions de soudage (en termes de choix des matériaux, procédés et métaux d'apport) qui permettent l'obtention de microstructures optimisées dans les joints soudés.

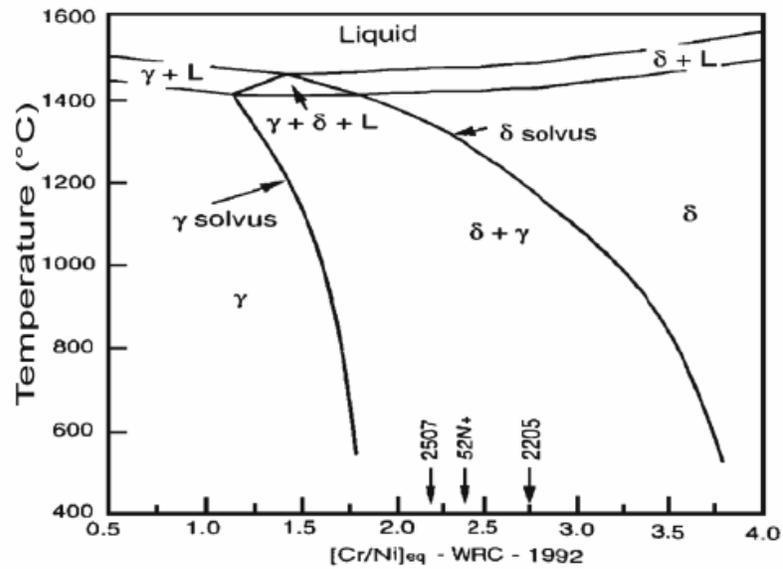
## II.2 Transformation $\delta \rightarrow \gamma$

La combinaison favorable des caractéristiques chimiques et mécaniques des aciers inoxydables duplex est directement liée à la microstructure, qui à son tour résulte de leur histoire thermique. Leur excellent comportement technologique est garanti, en premier lieu, par une microstructure optimisée, caractérisée par la présence de deux phases seulement, l'austénite et la ferrite avec un rapport équilibré 50%-50%, comme indiqué dans l'introduction et dans le chapitre 1. La connaissance des facteurs qui peuvent influencer ce rapport austénite/ ferrite permet l'optimisation des procédés et paramètres nécessaire aux opérations technologiques utilisant les aciers duplex.

L'évolution microstructurale pendant le refroidissement de ces alliages peut être expliquée grâce au diagramme du Welding Research Council (WRC) (figure II.1) dans lequel les effets des différents éléments d'alliage sont résumés en fonction du paramètre  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  :

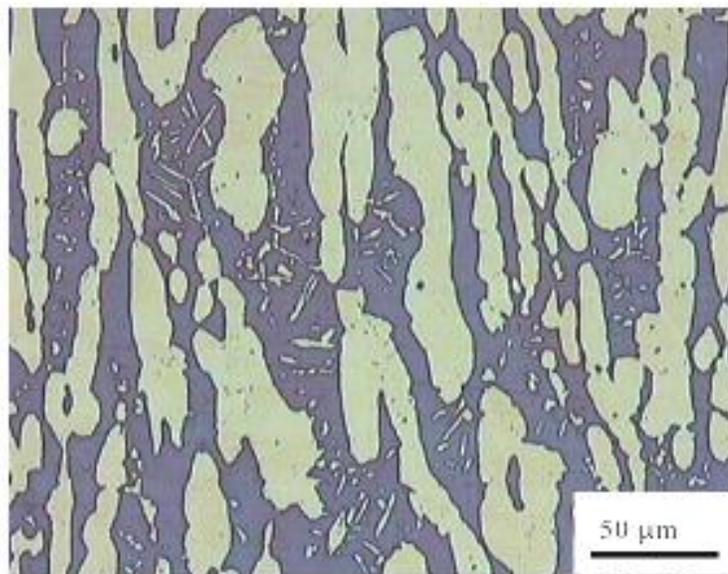
$$Ni_{eq} = \%Ni + 35\%C + 20\%N + 0,5\%Mn + 0,25\%Cu \quad (II.1)$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,7\%Nb \quad (II.2)$$



**Figure II.1- Diagramme WRC relatif aux aciers duplex et superduplex [25].**

En utilisant le diagramme de la figure II.1, où quelques aciers inoxydables duplex et superduplex courants sont indiqués. Pendant le refroidissement subséquent, sous la température du liquidus  $\delta$  (qui se situe dans l'intervalle 1300-1200 °C, variant avec la composition chimie l'acier), la transformation solide ferrite  $\delta \rightarrow$  austénite  $\gamma$  conduit à une microstructure à deux phases austénite-ferrite (figure II.2).



**Figure II. 2 – Microstructure d'un acier superduplex UNS 32750 (phase claire : austénite ; phase sombre : ferrite) [6].**

La cinétique d'une telle réaction a été largement étudiée dans la littérature. En analysant les transformations isothermes d'un acier inoxydable duplex 26% Cr-5%Ni, Southwick et Honeycombe [26] ont trouvé que la réaction vérifie l'équation d'Avrami :

$$\frac{V_{\gamma}}{V_{m(T)}} = 1 - \exp[-b(T) \cdot t^{n(T)}] \quad (II.3)$$

où :

$V_{\gamma}$  : fraction volumique d'austénite à l'instant ;

$V_m$  : fraction volumique d'austénite à l'équilibre ;

T : Température ;

b, n : paramètres expérimentaux.

Plus récemment, Atamert et King [27] ont introduit la relation :

$$V_{\gamma} = C1 + C2 \cdot (Cr_{eq} - Ni_{eq}) + C3 \cdot \Delta t_{1250-800} \quad (II.4)$$

où, outre les symboles définis ci-dessus :

$\Delta t_{1250-800}$  : intervalle de temps de refroidissement de 1250 à 800 °C,

C1, C2, et C3 sont des constantes.

Une relation très similaire a été proposée par Lindblom et Hannerz [28]:

$$V_{\gamma} = k_i (\Delta t_{12-8})^m \quad (II.5)$$

où, outre les symboles précédemment définis,  $\Delta t_{12-8}$  est l'intervalle de temps de refroidissement de 1200 à 800 °C et m et  $k_i$  sont des paramètres dépendant de la composition.

Brièvement la quantité de l'austénite qui se forme à partir de la ferrite  $\delta$  est inversement dépendante de la vitesse de refroidissement dans l'intervalle de température 1200°C (température de liquidus) et 800 °C (température sous laquelle la cinétique de la transformation est très lente) comme le montre la figure II.1.

Les phases ferritiques et austénitiques ont des compositions chimiques différentes à température ambiante. L'austénite est plus riche en éléments stabilisateurs de  $\gamma$  (Ni, N, Mn, Cu, C), tandis que la ferrite est plus riche en éléments stabilisateurs de  $\alpha$  (Cr, Mo, Si, Nb). Pour chaque élément le coefficient de partage peut être introduit, définit comme le rapport entre les quantités en poids de cet élément dans la ferrite et dans l'austénite, respectivement. Par exemple, le tableau II.1 rassemble les coefficients de partition des éléments Ni, Cr et Mo mesurés sur un acier inoxydable super duplex SAF 2507 [6].

Il est important de souligner que ces coefficients sont sévèrement dépendants de la vitesse de refroidissement. La partition de ces éléments entre la ferrite et l'austénite résulte d'un phénomène de diffusion. Un refroidissement lent permet une partition efficace des éléments entre les deux phases, fonction de leurs caractéristiques thermodynamiques. Un refroidissement

rapide, en empêchant la diffusion, tend à homogénéiser les compositions de l'austénite et de la ferrite, conduisant ainsi à des coefficients de partition proches de 1 (**Tableau II.1**).

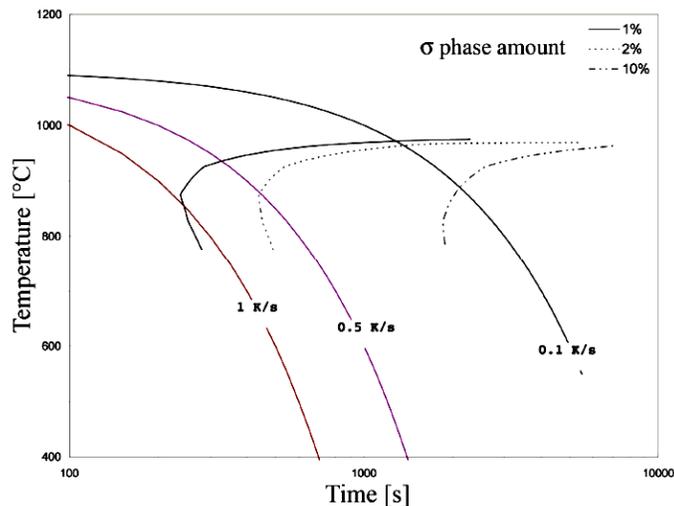
**Tableau II.1 – Coefficient de partition des éléments Cr, Ni, Mo dans un acier inoxydable SAF 2507 [6].**

Matériau	Coefficient de partition ( $\alpha/\gamma$ )		
	Cr	Ni	Mo
SAF 2507	1,1	0,6	1,8

### II.3 Précipitation de phase secondaire et intermétallique pendant le soudage

Dans l'intervalle de température de 1000° à 300 °C, différentes phases secondaires et intermétalliques peuvent précipiter dans les aciers inoxydables duplex et superduplex. La référence [30] donne une revue de ces précipités, qui sont des composés intermétalliques, des carbures et des nitrures ( $Cr_2N$ ,  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$ ) et de l'austénite secondaire. En outre, une décomposition spinodale de la ferrite peut avoir lieu dans l'intervalle 500-300 °C.

Des diagrammes TTT et TRC spécialisés sont disponible pour décrire l'évolution temporelle et en température de ces précipités, qui peuvent aussi apparaître quand les aciers inoxydables duplex et superduplex sont refroidis à une température ambiante après le processus de soudage ou sont soumis à des opérations multipasses. Comme exemple, la figure II.3 présente le diagramme TRC pour les aciers super duplex SAF 2507, montrant la quantité de phase sigma précipitée en fonction de la vitesse de refroidissement.



**Figure II. 3 – Diagramme TRC relatif à la précipitation de la phase  $\sigma$  dans un acier super duplex SAF 2507 [6].**

Il convient de noter que la présence de ces précipités est préjudiciable à la ténacité des aciers, comme montré à la figure II.4. En outre, les éléments promouvant la précipitation des phases intermétalliques (Cr, W, Mo) améliorent habituellement la résistance par piqûres : en conséquence une telle précipitation est couramment associée à une diminution de la résistance à la corrosion par piqûres de la phase ferritique, qui deviennent plus sensibles aux phénomènes de corrosion.

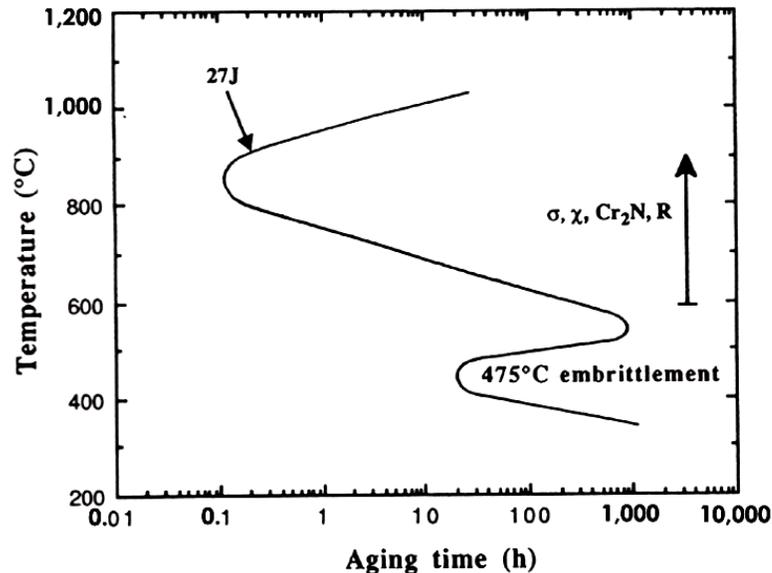


Figure II.4 - Courbes d'iso-dureté de l'acier superduplex SAF 2507 [25].

Ainsi, l'objectif recherché lors du soudage des aciers inoxydables duplex et super duplex, est d'éviter la présence de précipités induits par le cycle thermique de soudage. Ceci est possible par un contrôle des paramètres du procédé ou par un traitement thermique d'hypertrempe après soudage.

## II.4 Procédés de soudage utilisables

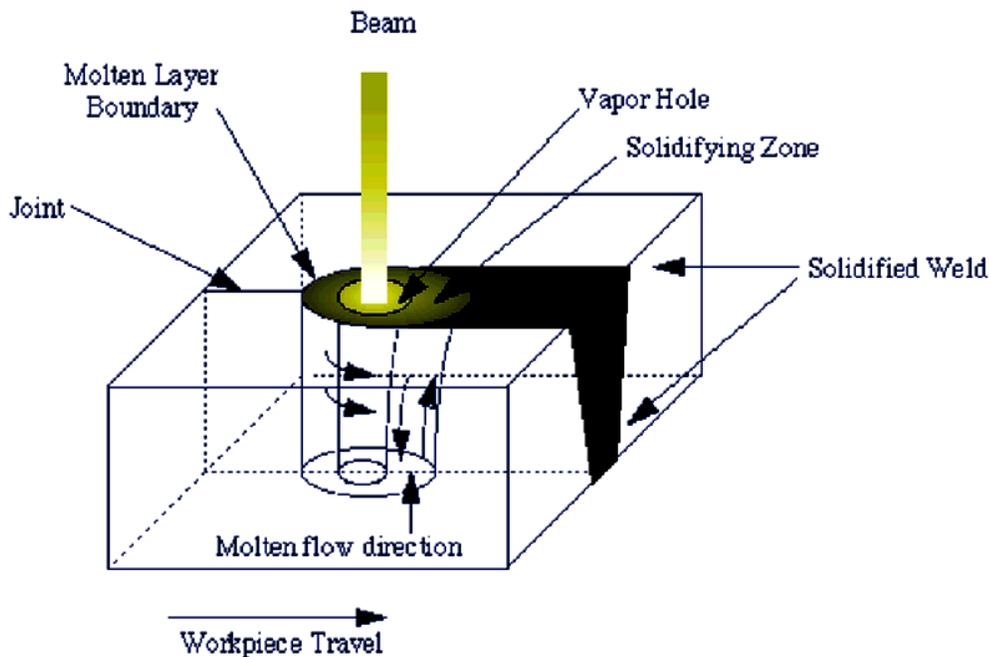
L'utilisation industrielle des aciers inoxydables duplex et superduplex requiert la maîtrise de la réalisation de leurs joints soudés. Les principaux de soudage sont généralement applicables à ces aciers :

- Soudage à l'arc avec électrodes non fusibles, GMAW (Gaz Tungsten Arc Welding) ;
- Soudage à l'arc électrique avec électrodes enrobées, SMAW (Shielded Metal Arc Welding) ;
- Soudage à l'arc FCW (Flux-Cored arc Welding) ;
- Soudage par plasma, PAW (Plasma Arc Welding) ;
- Soudage par faisceau d'électron, EBW (Electron Beam Welding) ;

- Soudage laser, LBW (Laser Beam Welding).

L'évolution microstructurale de l'acier dépend du transfert thermique induit pendant le soudage, à la fois dans la ZF et dans la ZAT. Ceci dépend de la source de chaleur utilisée ; il convient donc de regrouper les procédés de soudage mentionnés ci-dessus en deux catégories :

- Procédés à l'arc conventionnels, caractérisés par un apport de chaleur assez élevés mais distribué sur une surface relativement grande (puissance utilisée d'environ  $100 \text{ W/cm}^2$ ).
- Procédé de soudage innovant, à forte densité de puissance (PAW, LW, EBW), caractérisés par un rapport de puissance très localisé (jusqu'à  $10^6 \text{ W/cm}^2$  dans le cas de EBW et LW) et par la formation de capillaires (figure II.5).



**Figure II.5 – Représentation schématique des procédés LW ou EBW avec la formation de capillaires [6].**

La première catégorie de procédé est caractérisée par des vitesses de refroidissement qui ne sont pas particulièrement élevées : un soudage multipasse est requis s'il s'agit d'assembler des plaques d'épaisseur importante. Inversement, la haute densité de puissance des processus innovants permet le soudage de grande épaisseur (de 10 à 12 mm) en une seule fois, mais de très grandes vitesses de refroidissement sont alors induites dans la pièce [31].

## II.5 Procédés de soudage conventionnels à l'arc

Les procédés conventionnels de soudage à l'arc sont largement utilisés pour les applications industrielles des aciers inoxydables duplex et super duplex. Les caractéristiques principales des champs thermiques induits par de telles technologies sont résumées comme suit :

- Vitesse de refroidissement assez limitée, dans le domaine des températures critiques relativement à l'obtention d'une microstructure équilibrée (1200-800°C : typiquement,  $\Delta T_{12-8}$  dans l'intervalle de 1 à 30-40 secondes) ;
- Vitesse de refroidissement relativement lente (dans la ZF et dans la ZAT) dans le domaine des températures critiques relativement à la précipitation des phases secondaires.

De telles caractéristiques dépendent des conditions du soudage, la composition chimiques de l'acier et des épaisseurs à souder (en fonction des quelles les paramètres du procédé sont choisis). En général, le premier aspect est positif puisque il permet le maintien d'un rapport austénite/ferrite presque optimale dans le cordon et dans la zone adjacente (minimisant ainsi le risque de la corrosion localisé). En outre, le rapport austénite/ferrite dans le cordon peut également être contrôlé en utilisant des métaux d'apport appropriés enrichis en Ni (tableau II.2) et/ou un gaz de protection lorsque c'est possible. L'enrichissement en Nickel dans le métal d'apport et l'azote comme gaz de protection stabilisent l'austénite. Les différentes partitions des éléments associés à l'amélioration de la résistance à la corrosion par piqûres (Cr et Mo préférentiellement dans la ferrite, N dans l'austénite) permettent aux deux phases de présenter des valeurs de PREN particulièrement élevées et similaires [14].

**Tableau II.2 – Principaux types de métaux d'apport utilisés pour le soudage des aciers inoxydables duplex et superduplex [32].**

Acier à souder	Produit	Désignation	Composition chimique typique (% poids)				
			C	Cr	Ni	Mo	N
2304	Electrode	--	0,02	24,5	9,0	--	0,12
2304 et 2205	Electrode	E2209-17	0,02	23,0	9,5	3,0	0,15
		E2209-17	0,02	23,0	9,5	3,0	0,17
		E2209-15	0,02	23,0	9,5	3,0	0,16
	Fil	ER2209	0,02	23,0	8,5	3,1	0,17
	Fil fourré (FCW)	E2209T0-4	0,03	23,0	9,0	3,1	0,13
		E2209T0-4	0,03	23,5	9,5	3,4	0,14
E2209T1-4		0,03	23,0	9,5	3,5	0,16	
2507	Electrode	--	0,03	25,5	10,0	3,6	0,23
	Fil	--	0,03	25,0	9,5	4,0	0,25

Inversement, l'aspect mentionné en b) peut conduire à certain problèmes. En effet, l'utilisation du soudage multipasse et les relativement longues durées d'exposition dans l'intervalle des températures critiques (950-700°C), peuvent promouvoir la précipitation des phases secondaire, en particulier dans les superduplex (en raison de leur quantité d'éléments d'alliages) qui dégrade la résistance à la corrosion et et/ou les propriétés mécaniques. Pour cette raison, les prescriptions/précautions suivantes devraient être adoptées pour le soudage des aciers duplex et superduplex :

- Eviter tout traitement de préchauffage avant le soudage ;
- Dans le cas d'un soudage multipasse, utiliser une température d'interpasses inférieure à 150°C.

Lorsque des traitements thermiques doivent être réalisé après le soudage (en générale, ils ne sont pas nécessaires si un métal d'apport est utilisé), le refroidissement doit être suffisamment rapide, afin d'éviter la précipitation de phases intermétalliques. Le tableau II.3 résume les températures recommandées pour les traitements thermiques après soudage.

**Tableau II.3 – Températures de traitement thermique après soudage recommandées pour divers aciers duplex [32].**

	Type d'acier		
	SAF 2304	SAF 2205	SAF 2507
Température de traitement thermique (°C)	950-1050	1020-1100	1040-1120

## **II.6 Résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques**

### **II.6.1 Corrosion généralisée, par piqûration et caverneuse**

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 teneur en chrome et molybdène.

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques, comme pour les autres types d'aciers inoxydables, est due à l'existence d'une couche passive superficielle 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 : le molybdène se concentre dans la ferrite et améliore considérablement cette résistance ; le cuivre et l'azote se concentreraient dans l'austénite, qui contient déjà beaucoup de nickel.

La teneur en chrome est fondamentale pour la résistance à la corrosion : 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 conséquence, 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 limite la corrosion par piqûration, par crevasses et la corrosion en milieu acide réducteur, mais cet élément a un très fort effet alphasène et de plus, sa teneur ne peut pas dépasser 3 - 4 % environ, en raison des risques de précipitation de la phase  $\sigma$ .

L'azote 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.

Non seulement la composition chimique est importante, mais également 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 ferritique, 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 carbures et nitrures de chrome sont rarement la cause d'une sensibilité à la corrosion. 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) [22].

### II.6.2 Résistance à la corrosion intergranulaire

Les aciers inoxydables, soit ferritiques soit austénitiques, peuvent être sensibles à la corrosion intergranulaire après revenu entre 500°C et 800°C pour les aciers inoxydables austénitiques, et au-delà de 900°C pour les ferritiques. Ceci est dû à la précipitation de carbures de chrome aux joints de grains, appauvrissant ainsi la teneur en chrome en deçà de 12 % dans les régions situées autour des joints, et alors la fonction protectrice de l'oxyde de chrome est neutralisée dans ces régions.

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, ou à l'amélioration de la passivité et à la diminution de la vitesse de dissolution.

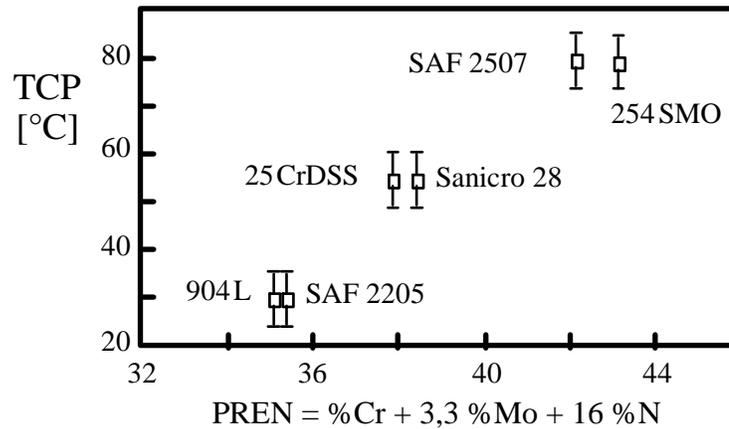
La ferrite a un rôle bénéfique sur la corrosion intergranulaire, rôle qui se manifeste de plusieurs façons :

- la teneur en chrome dans la ferrite est élevée, même après précipitation des carbures ;
- 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  $M_{23}C_6$  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 intergranulaire n'est pas continu [22].

### II.6.3 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 inoxydables austénitiques ayant la même teneur en chrome et en molybdène.

L'expérience montre qu'une bonne résistance à la piqûration en eau de mer nécessite une valeur de PREN 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.6).



**Figure II.6 : Température critique de piqûration et indice de résistance à la piqûration pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques [22].**

Dans le calcul du PRNE, 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.

Le tableau II.4 donne la répartition des différents éléments dans la ferrite et l'austénite et leur indice PREN.

**Tableau II.4** - Indice PREN dans l'austénite et la ferrite pour un acier Z2 CNDU 25-7 [22].

	% Cr	% Ni	% Mo	% Cu	% N	IRP
Z2 CNDU 25-7	25,0	6,0	3,0	1,50	0,180	37,6
Ferrite	27,6	4,8	3,5	0,93	0,036	39,7
Austénite	23,9	7,3	2,2	1,50	0,144	33,3

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 [22].

#### II.6.4 Résistance à la corrosion sous contrainte

Les aciers soumis simultanément à une corrosion et à une contrainte mécanique, peuvent être sensibles à la corrosion sous contrainte. Il existe un effet synergique entre l'attaque corrosive et la contrainte mécanique. Comme la corrosion par piqûration et par crevasse, la corrosion sous contrainte est aussi dépendante de la composition chimique et de la microstructure, mais le comportement est très variable suivant le milieu : par exemple le silicium (3 - 4%) dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques, rend ces aciers extrêmement résistants à la fissuration dans des solutions concentrées bouillantes de  $MgCl_2$ , mais il n'a aucun effet favorable dans les solutions de chlorure de sodium diluées.

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.

La contrainte a aussi un rôle très important sur la fissuration des aciers inoxydables austéno-ferritiques :

- 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 maillage 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 [22].

# **Partie expérimentale**

**Chapitre III :**  
**Matériau et techniques  
expérimentales**

Dans ce chapitre, nous exposons la démarche et les méthode expérimentale utilisées afin de mener à bien notre travail. Il est subdivisé en 3 grandes parties :

La première et la seconde sont consacrées à la caractérisation métallographique et mécanique. Elles ont pour objet de définir la composition chimique et les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié avant et après soudage.

La dernière est destinée à l'étude électrochimique de cet acier en milieu chloruré par polarisation potentiostatique et par immersion.

## III.1 Caractérisation métallographique

### III.1.1 Présentation du matériau étudié

Pour effectuer cette étude, nous avons utilisé un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance 2209 soudé en trois passes à la société GTP (Z.I Réghaia, W. Alger) selon la norme ASME IV (2013) en utilisant le procédé TIG pour réaliser les deux passes de pénétration et de finition et le procédé SMAW pour faire le bourage. Le fil d'apport utilisé est désigné commercialement par E2209-17.

Les échantillons sont découpés à partir d'un tube de diamètre de 8 pouces (203 mm) et d'épaisseur égale à 8.8 mm.

### III.1.2. Conditions de soudage

#### III.1.2.1 Préparation des bouts

Avant l'opération de soudage, l'éprouvette est nettoyée de tout oxyde, huile, graisse, impureté ou autre matière déposée dessus avec un solvant chimique car pouvant provoquer des défauts lors de la solidification du métal fondu.

Après ce nettoyage, un chanfrein est préparé pour être rempli du métal déposé. Dans notre cas, un chanfrein de type V a été usiné. Les caractéristiques géométriques de ce chanfrein sont représentées schématiquement dans la figure III.1.

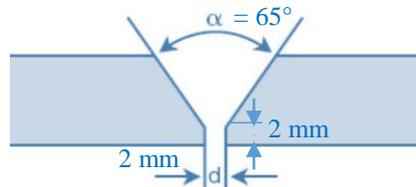


Figure III.1 - Forme et dimensions du chanfrein préparé.

#### III.1.2.2 Conditions opératoires

Le préchauffage des aciers inoxydables duplex et superduplex n'est pas exigé sauf lorsque des effets de bridage sévère sur des structures à forte teneur en ferrite (ZAT) peuvent provoquer la fissuration par hydrogène [Norme ASME IV]. Dans de tels cas, un préchauffage jusqu'à 150 °C est recommandé.

Pour les aciers duplex à 23 % Cr sans Mo et 22 % Cr, la température entre passes ne doit pas dépasser 200 °C ; elle ne doit pas dépasser 150°C pour les nuances duplex et super duplex. Une température maximale de 100 °C est recommandée pour obtenir des propriétés optimales pour le métal fondu. Lorsqu'un traitement d'hypertrempe doit être appliqué après soudage, il n'est pas exigé de limite particulière aux temps entre passes .

Lors de l'opération de soudage des aciers inoxydables duplex, l'énergie de l'arc doit être choisie en fonction de l'épaisseur des pièces à souder. D'une manière générale, cette énergie peut être calculée selon la formule suivante :

$$E_{s(kJ/mm)} = \frac{I_{(A)} \times U_{(V)}}{V_s(mm/min)} \times \frac{60}{1000}$$

où

- $I$  et  $U$  : intensité et tension du courant,
- $V_s$  : vitesse d'avance de la torche ou de l'électrode de soudage.

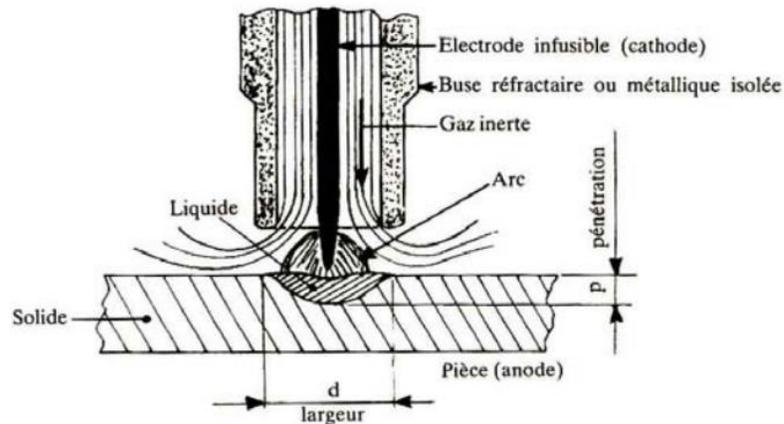
Certains fabricants d'aciers de base ou de produits d'apport austéno-ferritiques indiquent les fourchettes d'énergie de soudage optimales recommandées [32].

La protection externe de bain de métal en fusion contre le phénomène d'oxydation lors du soudage TIG est assurée par un courant d'argon amené par la torche et la protection interne par un balayage d'argon. Les soudures mal protégées présentent en général un certain état d'oxydation du métal fondu et de la zone affectée thermiquement. Dans le soudage des aciers inoxydables duplex, l'argon est le plus utilisé comme gaz de protection pour son moindre coût et son faible potentiel d'ionisation qui favorise la formation d'un plasma au passage de l'arc électrique. De plus, l'argon étant plus lourd que l'hélium, il enveloppe plus longtemps la surface de soudage assurant ainsi une meilleure protection. On notera que l'utilisation de l'hélium comme gaz de protection, de par son potentiel d'ionisation élevé et sa meilleure conductivité thermique, conduit à une tension d'arc supérieure et donc à une énergie transférée plus importante ; cependant sa densité plus faible entraîne une distribution spatiale de température plus large. Le débit optimal de gaz ne doit pas perturber le bain liquide et un écoulement laminaire est préférable [21].

### III.1.2.3 Procédés de soudage utilisés

Les procédés de soudage par fusion qui utilisent un arc électrique comme source de chaleur sont appelés « procédés de soudage à l'arc ». C'est la source d'énergie la plus utilisée car la chaleur de fusion peut être facilement produite, concentrée et contrôlée. Le procédé de soudage TIG, également appelé GTAW (Gas Tungsten Arc Welding) aux Etats-Unis, est le procédé le plus souple des procédés de soudage à l'arc car il ne nécessite pas obligatoirement de métal d'apport pour transmettre la chaleur à la pièce à souder, contrairement au soudage à électrode fusible ou enrobée. La simplicité technologique du dispositif et l'absence de projection au soudage en font un procédé de soudage de haute qualité, facilement automatisable pour des joints de petites dimensions et faciles d'accès.

Le soudage TIG consiste à faire jaillir dans une veine d'argon à l'aide d'un courant électrique un arc électrique entre une électrode infusible de tungstène et la pièce à souder de polarité opposée (figures III.2). Cet arc électrique engendre un champ magnétique auto induit qui crée à son tour des forces de Lorentz qui vont entraîner le gaz en projection vers la surface de la pièce. L'énergie calorifique provenant du plasma constitué des particules d'ionisation du gaz de protection, des électrons de l'arc électrique et d'éléments métalliques vaporisés, permet de faire fondre localement la pièce formant ainsi le joint soudé après refroidissement.



**Figure III.2 - Principe du procédé de soudage TIG.**

Le soudage à l'arc à l'électrode enrobée (SMAW) est réalisé à partir d'un arc électrique créé et entretenu entre l'âme métallique de l'électrode et la pièce à souder (figure III.3). L'énergie calorifique de l'arc fait fondre simultanément et très localement la pièce à assembler, l'âme métallique de l'électrode et l'enrobage pour constituer le bain de fusion et après refroidissement le cordon de soudure recouvert d'un laitier protecteur qui se détache plus ou moins facilement. L'enrobage de l'électrode fond avec un léger retard par rapport à l'âme métallique. Un générateur électrique fournit le courant continu ou alternatif avec une intensité variant de 30 à 400 ampères en fonction de différents paramètres comme le diamètre de l'électrode, la nature de l'enrobage, la position de soudage, le type d'assemblage, la dimension et la nuance des pièces à assembler [33].



**Tableau III.3** - Composition chimique du métal duplex 2209 après soudage.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N
0,0370	0,585	1,780	0,0357	0,118	23,220	3,230	8,130	0,177

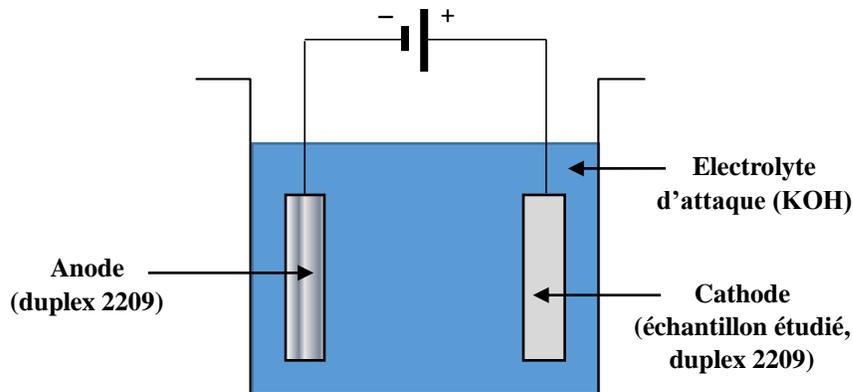
### III.1.5 Préparation des échantillons

Après le prélèvement, Les échantillons sont enrobés à froid dans une résine époxy. Un premier polissage mécanique permettant de maintenir la planéité et d'éliminer la déformation mécanique superficielle provoquée par le découpage. On a utilisé une serie de papiers abrasifs au carbure de silicium SiC de granulométrie décroissante (P240, P400, P600, P800, P1000, P1200) fixés sur le plateau rotatif de la polisseuse tournant à une vitesse égale à 300 tours par minute.

La finition est effectuée sur un papier feutre imbibés d'une suspension diluée de l'alumine colloïdale de taille égale à 0,3  $\mu\text{m}$ .

### III.1.6 Attaque électrolytique

Une attaque électrolytique en solution aqueuse de potasse caustique de concentration molaire 10 mol/l est faite à la température ambiante sous une tension de 8 Volt pendant une durée de 10 secondes. Cette attaque permet de révéler la ferrite en gris foncé, l'austénite en gris clair et les joints de grains en noir. Le dispositif expérimental est représenté sur la figure ci-dessous.



**Figure III.4** - Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique.

### III.1.7 Microscopie optique et acquisition d'image

L'analyse micrographique est effectuée à l'aide d'un microscope optique OPTIKA équipé d'une caméra numérique pour l'acquisition des images. Le traitement des images contrastées sous le logiciel *ImageJ* permet l'estimation des fractions surfaciques des différentes phases en agissant sur le taux de contraste créé par la différence du pouvoir réflecteur des différentes phases en présence.

### III.2 Caractérisation mécanique

Dans le tableau III.4, on présente les différentes propriétés mécaniques avant soudage fournis par les certificats qualités des matériaux.

**Tableau III.4** - Caractéristiques mécaniques du métal avant soudage (ASTM A 370).

Traction à l'ambiante		
Re <sub>0.2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A%
545	741	42

Résilience à -50°C				
N° de l'essai	1	2	3	Moyenne
Energie en J	120	125	120	122

Dureté HB à l'ambiante			Dureté HRC à l'ambiante		
1	2	moyenne	1	2	moyenne
231	232	232	21	23	22

Les examens micrographiques après soudage sont complétés par des essais de dureté et de micro-dureté. Ces essais sont faits au Laboratoire Métallurgie (LSGM) à l'école Nationale Polytechnique d'Alger.

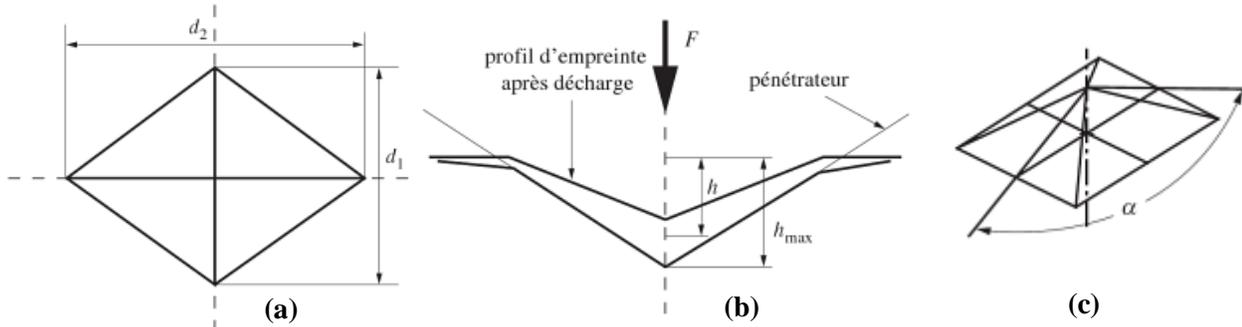
Pour l'essai de dureté Vickers dont le principe est défini sur la figure ci-dessous, on utilise comme pénétrateur un diamant épointé de forme pyramidale à base carrée et d'angle 136° entre deux faces opposées (figure III.5). L'appareil utilisé est un duromètre Inovatest.

Une force  $F$  de 10 kgf est appliquée en 10 s, sans à-coup, jusqu'à sa valeur maximale. Elle est ensuite retirée. La pyramide laisse alors une empreinte de forme pyramidale. La mesure de la dureté Vickers est donnée par :

$$H_V = 7,416 \times \frac{F}{(d_1 + d_2)^2}$$

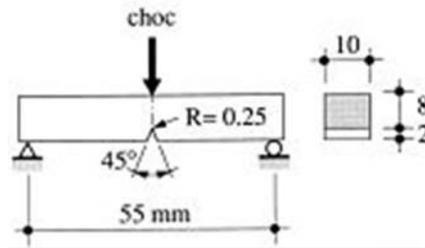
$d_1$  et  $d_2$  sont les diagonales mesurées de l'empreinte.

Pour l'essai de microdureté, on a utilisé un microduromètre Mytutoyo de modèle HM100. Nous avons réalisé une filiation suivant la ligne de bourrage en choisissant une charge de 0,1 kgf et un pas de 0,5 mm.



**Figure III.5 – Condition de réalisation de l'essai de dureté HV, (a) Schéma de principe d'un essai de dureté Vickers, (b) Schéma d'une empreinte d'indentation Vickers, (c) Pyramide Vickers base carrée  $\alpha = 136^\circ$ .**

Afin de déterminer la résistance à la flexion par choc de l'éprouvette soudée, nous avons réalisé des essais de résilience suivant la méthode Charpy sur des éprouvettes normalisés 10 x 10 x 55 mm (figure III.6). Ces éprouvettes sont prélevées dans le métal de base, dans la zone thermiquement affectée (ZAT) et dans la zone fondue.



**Figure III. 6 - Eprouvette normalisée pour l'essai Charpy suivant la norme EN 10045-1.**

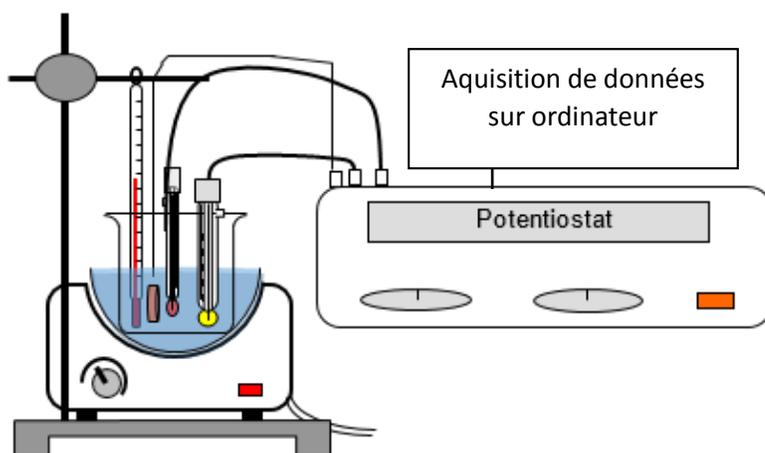
Dans chaque essai, on entaille une éprouvette puis on la fixe dans une machine d'essai de flexion par choc (mouton-pendule de Charpy). un lourd pendule est levé jusqu'à une certaine hauteur puis, une fois libéré, il vient frapper l'éprouvette entaillée. L'aiguille de la machine d'essai indique l'effort appliqué pour casser ou fissurer l'éprouvette.

### III.3. Caractérisation électrochimique

Pour caractériser le comportement en corrosion des différentes zones de la soudure dans les solutions de NaCl à 3,5% de concentration massique et à des températures (25 °C, 40 °C, 60 °C), nous avons réalisé des essais de polarisation en mode potentiostatique selon un montage classique à trois électrodes (figure III.7). L'acquisition des données à partir du potentiostat se fait via le logiciel VoltaLab.

Ce montage comprend :

- L' électrode de travail.
- La contre électrode.
- Une électrode au calomel saturé (ECS).



**Figure III.7 - Schéma du montage réalisé pour les essais de polarisation.**

Dans chaque manipulation, nous avons donc rempli un bécher avec la solution de NaCl de concentration massique 3,5%. Nous avons plongé un thermomètre pour contrôler l'élévation de la température. Dès que la température désirée est atteinte, nous plongeons les trois électrodes ; on attend la température voulue puis on lance l'essai. Le chauffage jusqu'à la température est assuré par une plaque chauffante.

Pour ces essais, l'intervalle de potentielle choisit est compris entre [-1000, +500 mV]. La vitesse de balayage est de 3 mV/s. ce qui implique une durée de 10 min.

### III.4. Essais d'immersion

Une série des essais d'immersion a été effectuée à la température ambiante dans des solution aqueuse de concentration massique en NaCl de 3.5 % [Norme ASTM G48]. Le but de ces essais est de caractériser l'évolution de la profondeur des piqûres en fonction de leur diamètre. Pour se faire, un polissage sur la face et sur le côté de l'échantillon à immerger est indispensable pour l'observation après immersion.

**Chapitre IV :**  
**Résultats et**  
**interprétations**

Nous présentons dans ce chapitre l'ensemble des résultats issus des études métallographique, électrochimique, ainsi que celles de l'analyse morphologique des piqures. Cela afin de de déterminer les causes et les paramètres qui influence la cinétique de la corrosion par piquê et qui conduisent à la défaillance des soudures en duplex. Ces résultats sont présentés sous forme de micrographies, de graphes et d'histogrammes pour l'interprétation.

#### IV.1. Résultats de l'étude métallographique

La macrographie nous a permis de remarquer les trois zones constituant la soudure comme l'illustre la figure IV.1. On arrive à distinguer le métal de base MB et le cordon de soudure. Ce dernier est composé de régions horizontales correspondant aux passes de soudage.

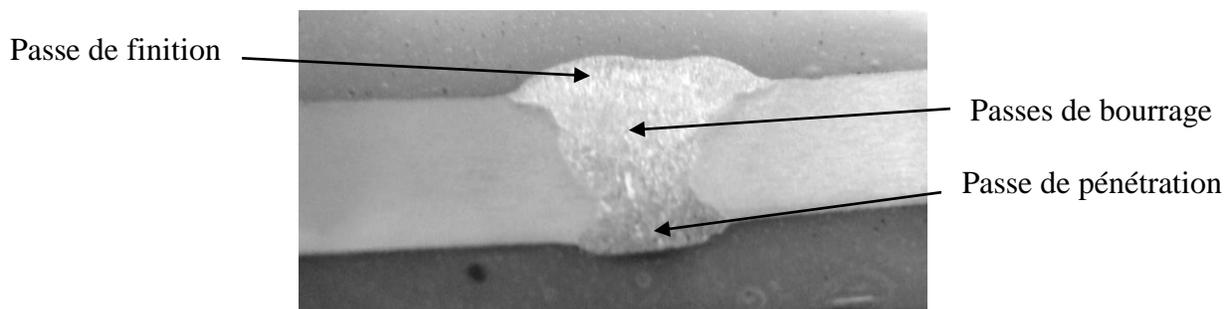


Figure IV.1 - Macrographie de la soudure (grossissement x3).

L'observation au microscope optique à différents grossissements nous a permis de distinguer 4 types de régions : le métal de base MB, la zone affecté thermiquement ZAT, la zone de liaison ZL et la zone fondue ZF. La figure IV.2 représente la microstructure biphasée du Métal de base.

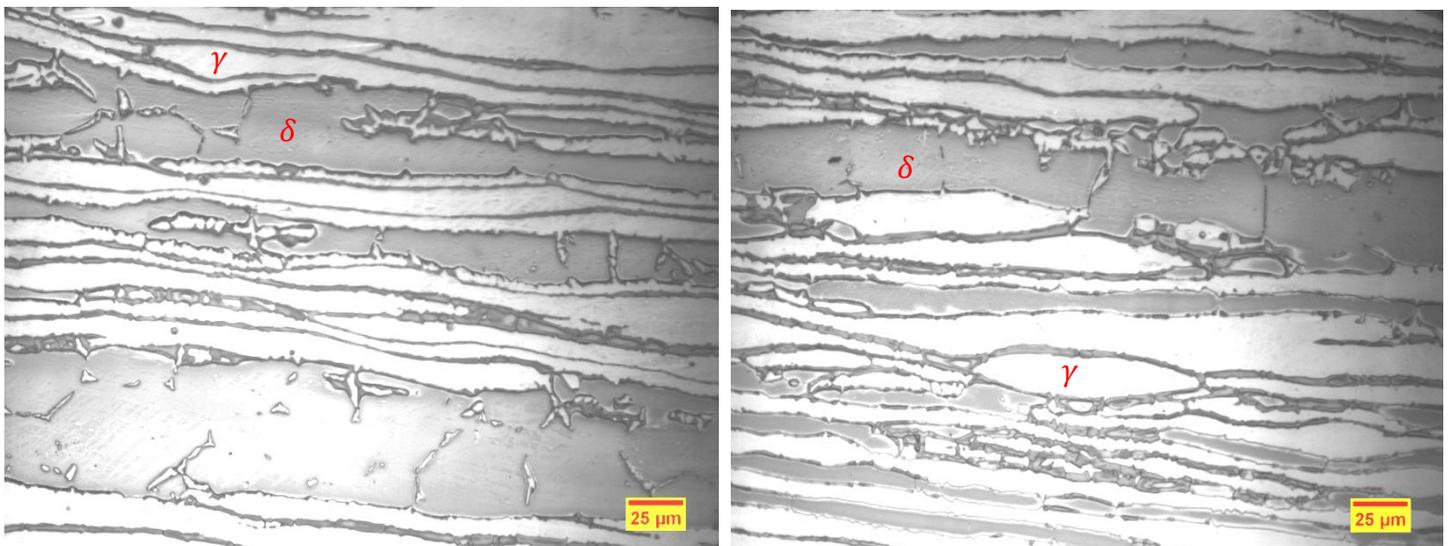
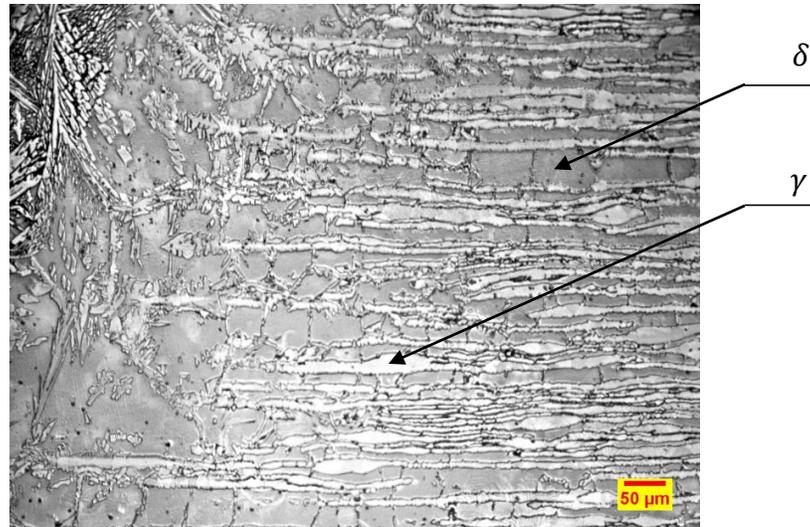


Figure IV.2 - Microstructure du métal de base à 3cm du centre du cordon de soudure.

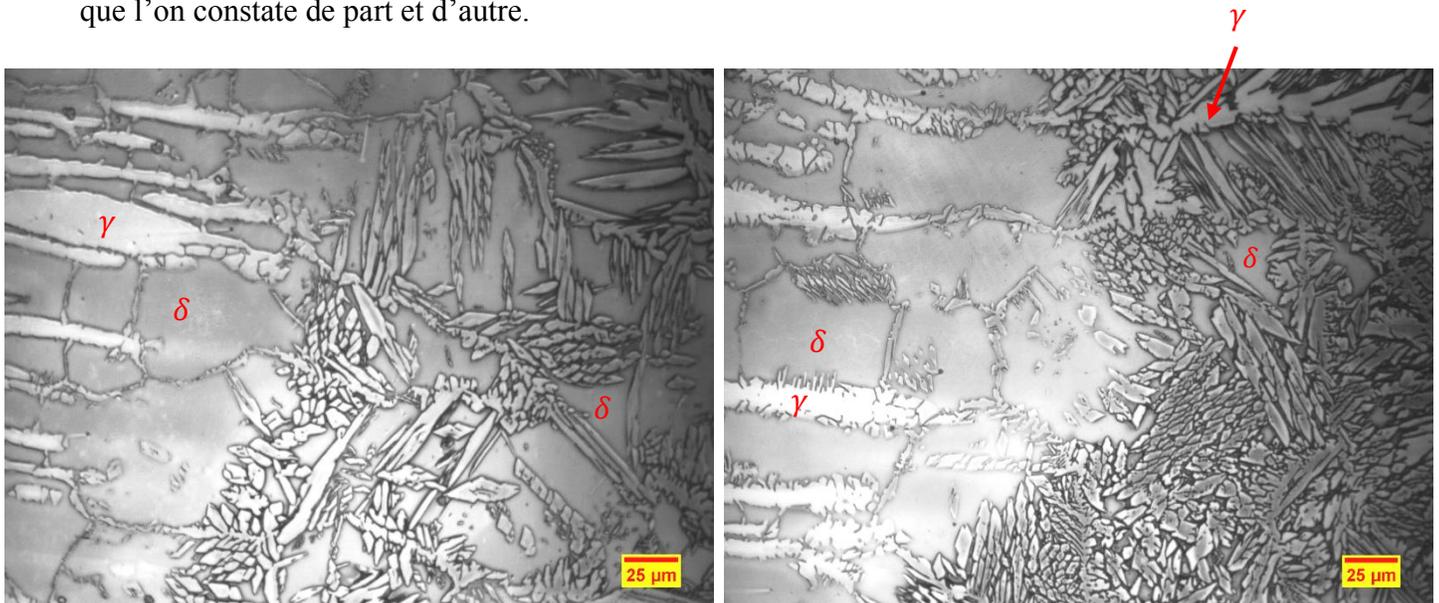
Le métal de base : représentent la structure du métal de base après soudage et c'est la même que celle du matériau à l'état reçu. Cette microstructure est typique aux aciers inoxydables duplex et visualise clairement les deux phases : ferrite/ austénite. Nous remarquons l'apparition d'une structure en bande constituée de grains d'austénite et de ferrite. Les grains semblent allongés dans la direction du laminage.

La zone affectée thermiquement est constituée de deux sous-zones à savoir la zone recuite et la zone recuite surchauffée. Dans la ZAT recuite (Figure IV.3) la structure est semblable à celle du métal de base.



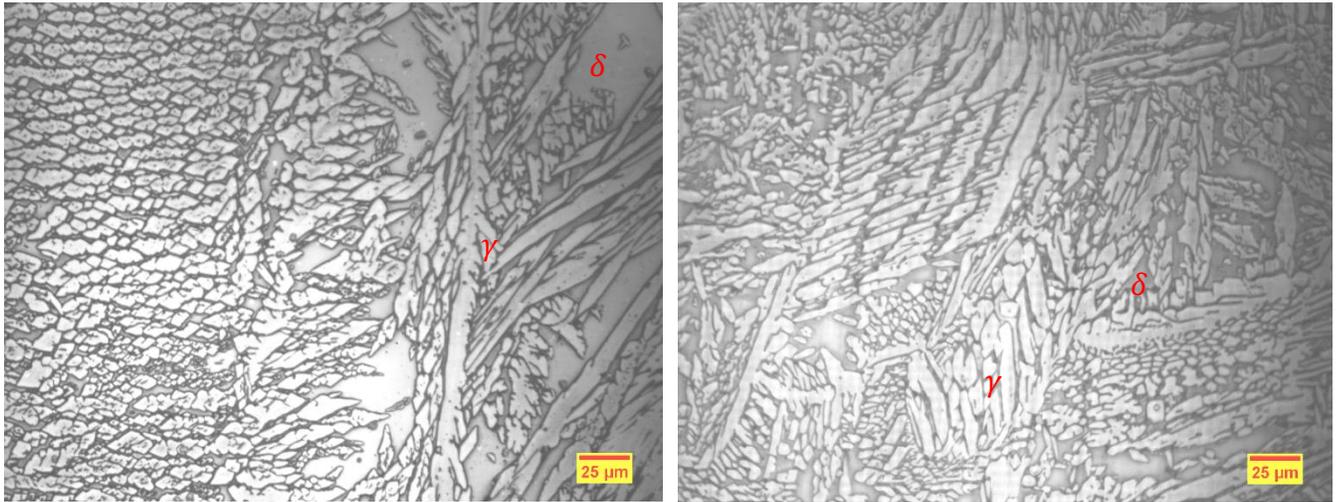
**Figure IV.3 - Microstructure de la zone affectée thermiquement à 1 cm du centre du cordon.**

La zone de liaison (Figure IV.4) correspond à la limite jusqu'à laquelle le métal a été porté à la fusion. Elle définit ainsi la zone fondue et elle est mise en évidence par la différence de structure que l'on constate de part et d'autre.



**Figure IV.4 - Microstructure de la zone de liaison à la frontière avec le métal fondu.**

Dans la zone fondue (ZF) (Figure IV.5), il y a apparition de l'austénite aciculaire de structure de *Widmanstätten* et de l'austénite intragranulaire sous forme globulaire.



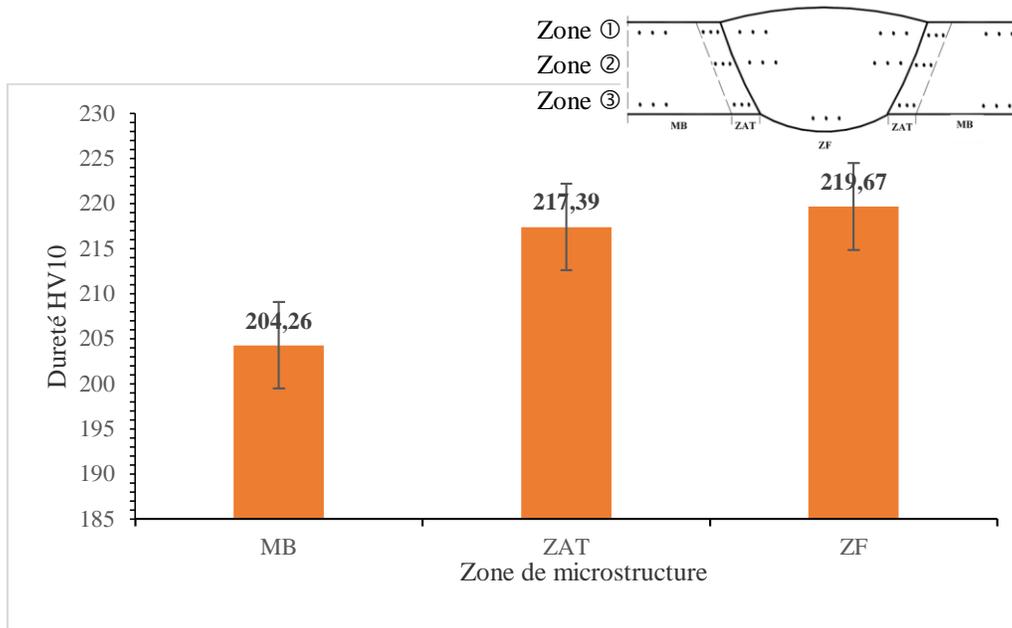
**Figure IV.5 - Microstructure du centre de la zone fondue.**

Pour mettre en évidence l'influence de l'opération de soudage sur l'équilibre des phases austénite/ ferrite, nous avons calculé le taux de ferrite dans les zones principales de la soudure). On constate que le taux de ferrite diffère d'une zone à l'autre. Le taux le plus élevé est dans la ZAT recuite surchauffée, puis la ZAT recuite, puis la ZF et enfin le taux le plus faible se trouve dans MB avec 52,7%  $\alpha$ , c'est la valeur la plus proche de l'équilibre (50%  $\alpha$ , 50%  $\gamma$ ).

## **IV.2. Résultats des essais mécaniques**

### **IV.2.1. Essai de dureté HV**

Les résultats des essais de dureté Vickers sont donnés dans le tableau IV.1. Les plages ainsi que positions choisies selon la norme ASM. Le tracé des variations de HV10 en fonction de la distance du centre de la soudure (figure IV.6) nous a permis d'estimer l'effet de la microstructure sur la dureté du duplex 2209.



**Figure IV.6 – Variation de la dureté HV à travers le cordon de soudure mesurée selon la norme ASM E384.**

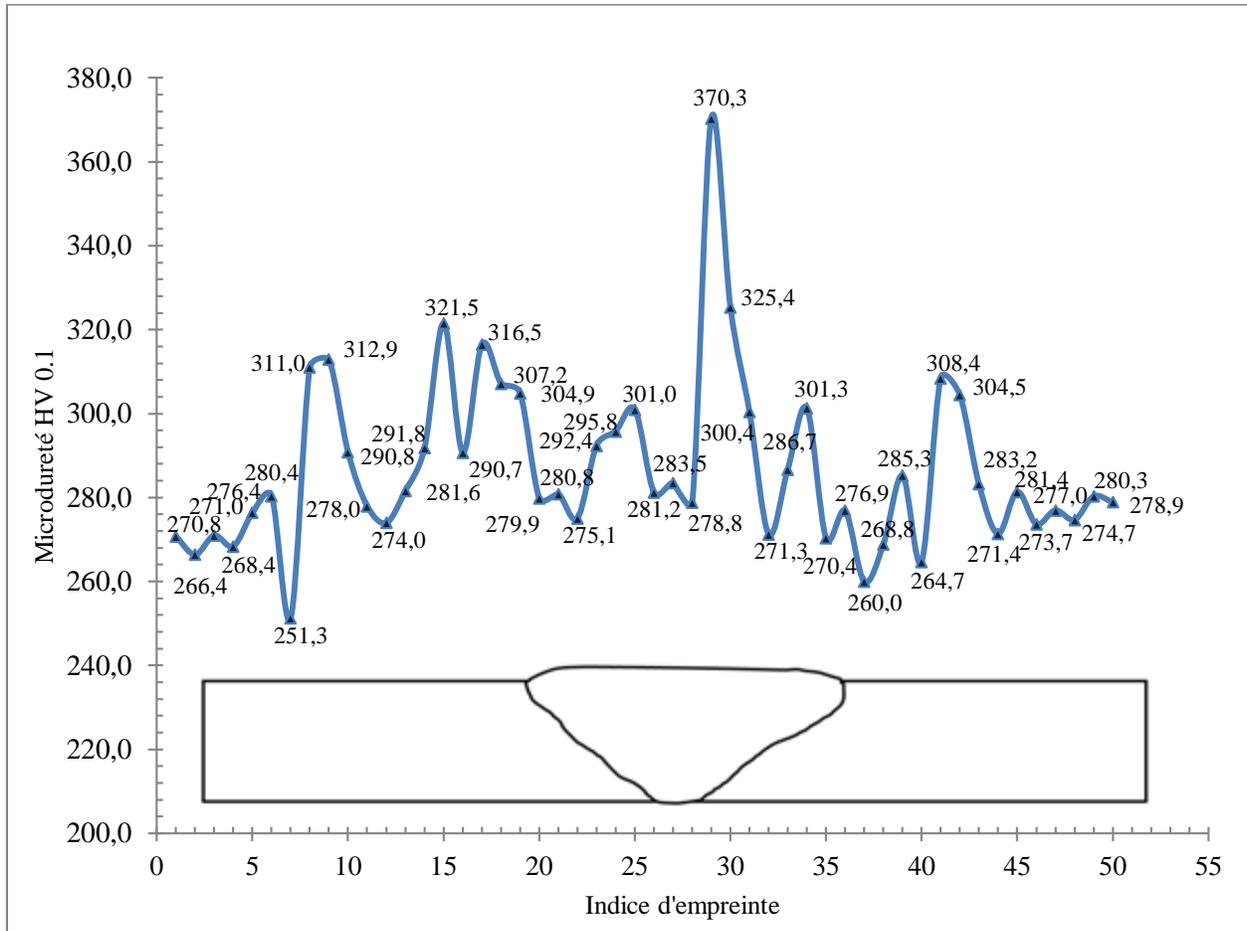
**Tableau IV.1 - Résultats des essais de dureté HV10 et estimation de la dureté moyenne.**

	MB	ZAT	ZF		ZAT	MB
<b>1<sup>ère</sup> zone</b>	212,2	216,4	222,8	216,4	205,8	195,5
	203,2	215,6	219,9	215,6	215,3	205,6
	212,1	215,9	219,6	215,9	206,3	202,1
<b>2<sup>ème</sup> zone</b>		218,1	223,1	218,2	224,8	
		218,4	220,5	224,8	213,5	
		222,2	219,7	213,5	213,4	
<b>3<sup>ème</sup> zone</b>	198	221,4	223,1		222,9	209,1
	201,2	214,2	218,7		223,9	206
	202,8	225,3	221		219,6	203,3

La dureté de la zone fondue et de la zone thermiquement affectée (ZAT) est légèrement supérieure à celle du métal de base. Ceci est largement dû à la teneur en ferrite élevée, mais un second facteur contributif peut aussi être les contraintes résiduelles.

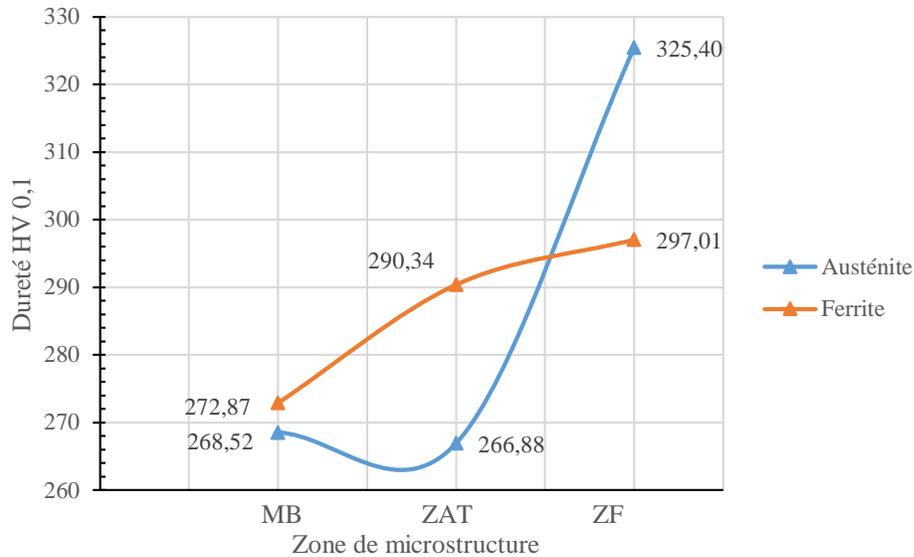
**IV.2.2 Essai de microdureté HV**

Les résultats de la filiation de microdureté Vickers suivant la ligne de bourrage sous une charge de 100 gf et avec au pas de 0,5 mm ont permet de tracer la courbe représentés sur la figure ci-dessous.



**Figure IV.7 - Filiation de microdureté selon la ligne centrale du cordon.**

L'évolution de la microdureté moyenne de la phase  $\alpha$ ,  $\gamma$  et des joints de phase  $\alpha/\gamma$  est représenté sur la figure IV.8.



**Figure IV.8 – Variation de la dureté HV des phases à travers la soudure duplex.**

### VI.2.3 Résultats de l'Essai de résilience

Les résultats des essais de résilience réalisée à la température ambiante sont donnés dans le tableau ci-dessous. Ces résultats montrent que la résilience de cet acier est très affectée après l'opération de soudage. On note que la valeur minimale de la résilience est attribuée à la ZF, et que la ZAT résiste moins au choc que le métal de base.

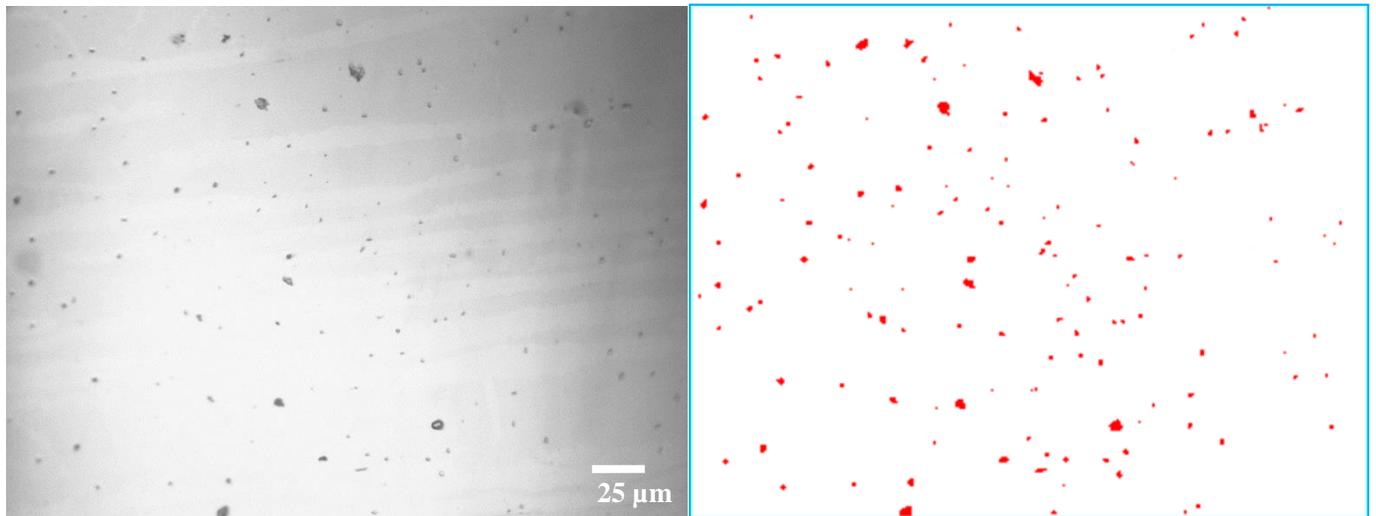
**Tableau IV.2 - Résultats des essais de résilience et estimation de la résilience moyenne.**

N° de l'essai	MB (en J)	ZAT(en J)	ZF(en J)
<b>1</b>	249,70	160,00	92,30
<b>2</b>	253,30	156,20	110,80
<b>3</b>	245,00	149,10	82,70
<b>Moyenne</b>	249,33	155,10	95,27

### IV.3. Analyse d'images des piqûres formées dans la ZAT après immersion

#### IV.3.1 Piqûres après 1 jour d'immersion

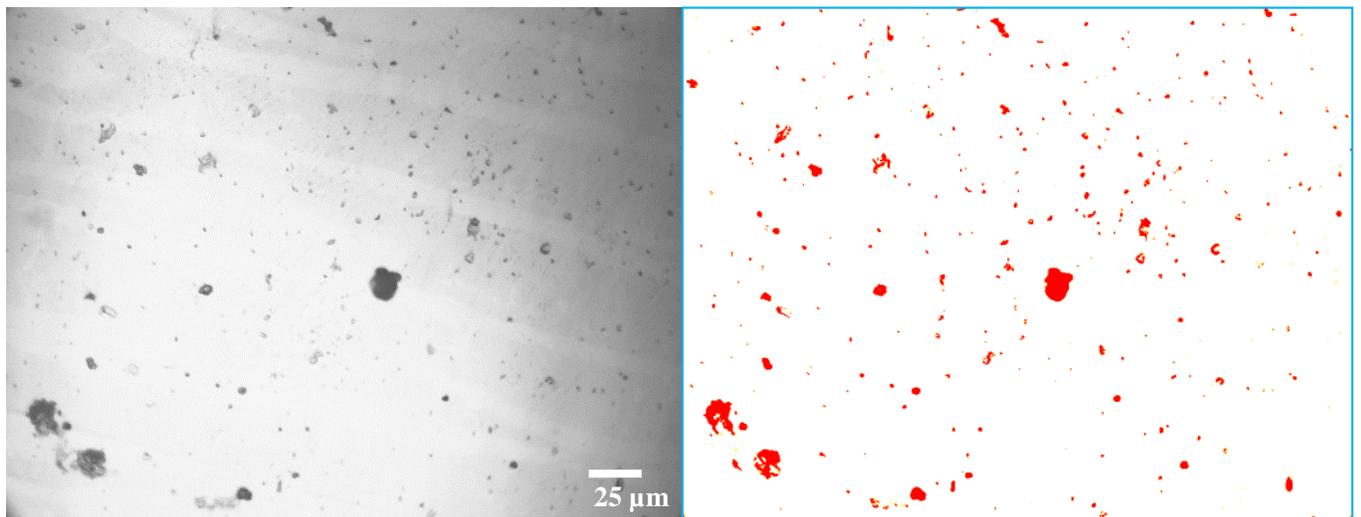
D'après les figures IV.9, On constate que l'immersion pendant une durée de 24 heures dans les conditions standards de pression et de température est largement suffisante pour que l'attaque sélective de la surface immergée se produise.



**Figure IV.9 : Piqures formées dans la ZAT après 1 jour d’immersion.**

#### **IV.3.2 Piqures après 2 jours d’immersion**

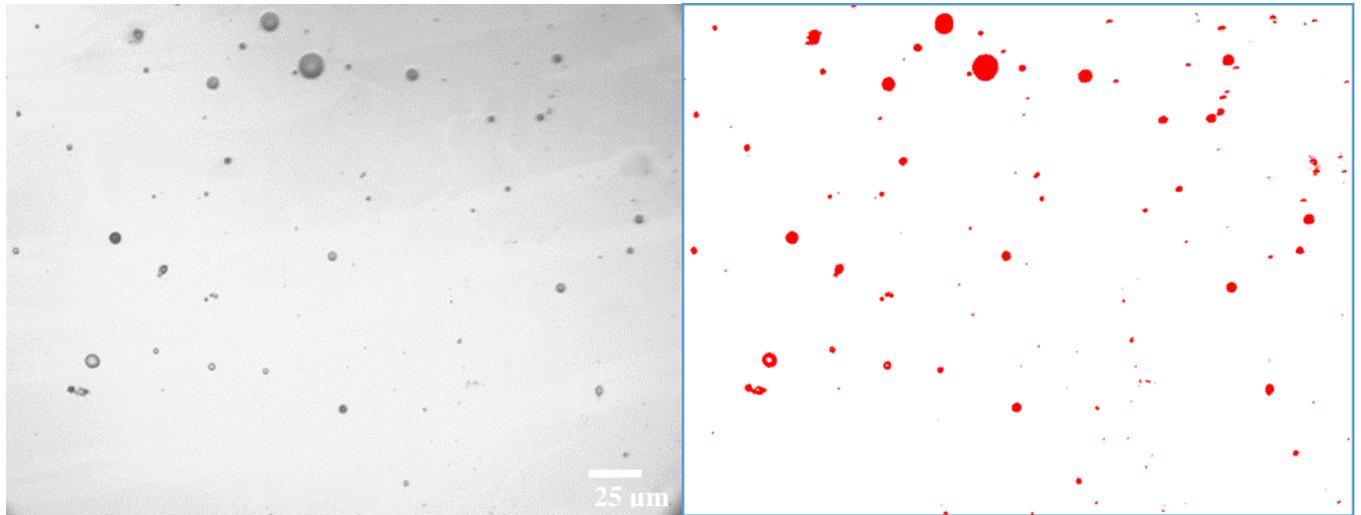
Comme montre les figures IV.10, l’immersion de deux jours donnent lieu à l’apparition de nouvelles piqures de diamètre très petit ont tendance à se réuni avec les piqures adjacentes. Un nombre limité de piqures ont un diamètre plus grand. Le diamètre moyen est 2.33  $\mu\text{m}$  et le diamètre maximal est 26.2  $\mu\text{m}$ .



**Figure IV.10 : Piqures formées dans la ZAT après 2 jours d’immersion.**

#### **IV.3.3 Piqures 4 jours d’immersion**

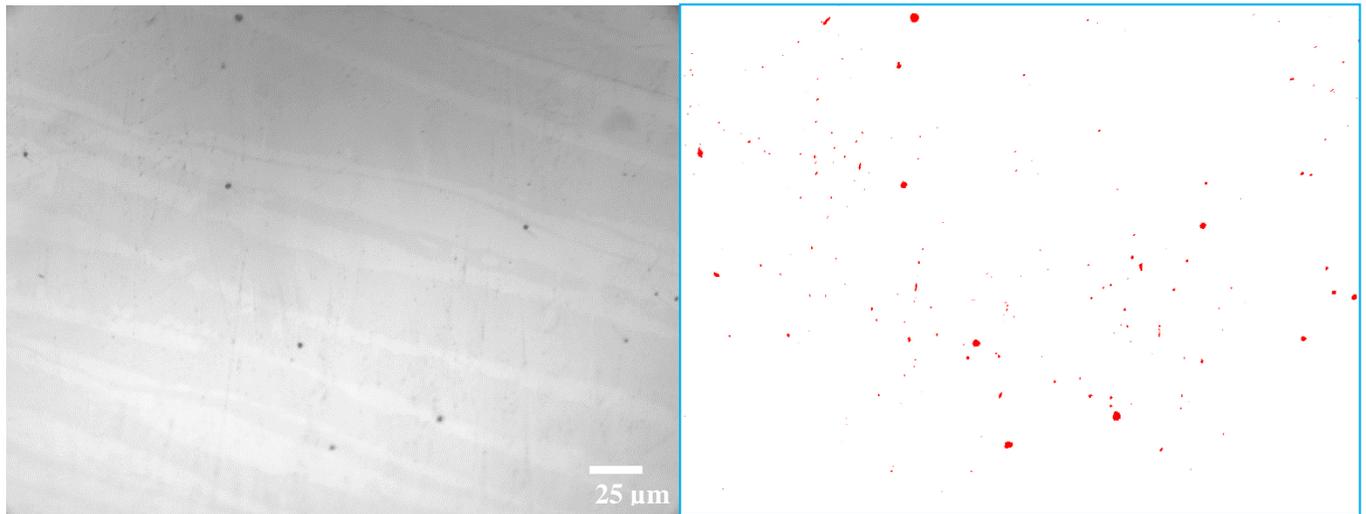
Après cette période d’immersion, nous constatons que les piqures observées (figure V.11) sont caractérisées par leurs formes très régulières qui se ressemblent un peu partout (forme de disques) et par leur différence de taille. Le diamètre maximale atteint les 13,8  $\mu\text{m}$ . Cette expérience a permet particulièrement de déduire que le processus de piquuration est périodique.



**Figure V.11 : Piqûres formées dans la ZAT après 4 jours d'immersion.**

#### **IV.3.4 Piqûres après 6 jours d'immersion**

Les micrographies après six jours d'immersion (figure IV.12) révèlent des piqûres de diamètre moins inférieure devant celles qui ont été observées après 4 jours d'immersion. Ceci peut être expliqué par le fait que ces piqûres ont tendance à se repassiver.



**Figure IV.12 : Piqûres formées dans la ZAT après 6 jours d'immersion.**

#### **IV.4. Corrélation entre la profondeur des piqûres (en µm) et leur diamètre (en µm)**

Le suivi de la variation de la profondeur des piqûres dans la ZAT en fonction de leur diamètre a permis de construire le nuage de point expérimental de la figure IV.13. L'interpolation de ces résultats par la méthode de la régression linéaire a permis de déterminer que la valeur du facteur de forme est de 0,5698. Ce facteur constitue une caractéristique morphologique très importante qui nous renseigne de plus sur le sens de la propagation préféré des piqûres.

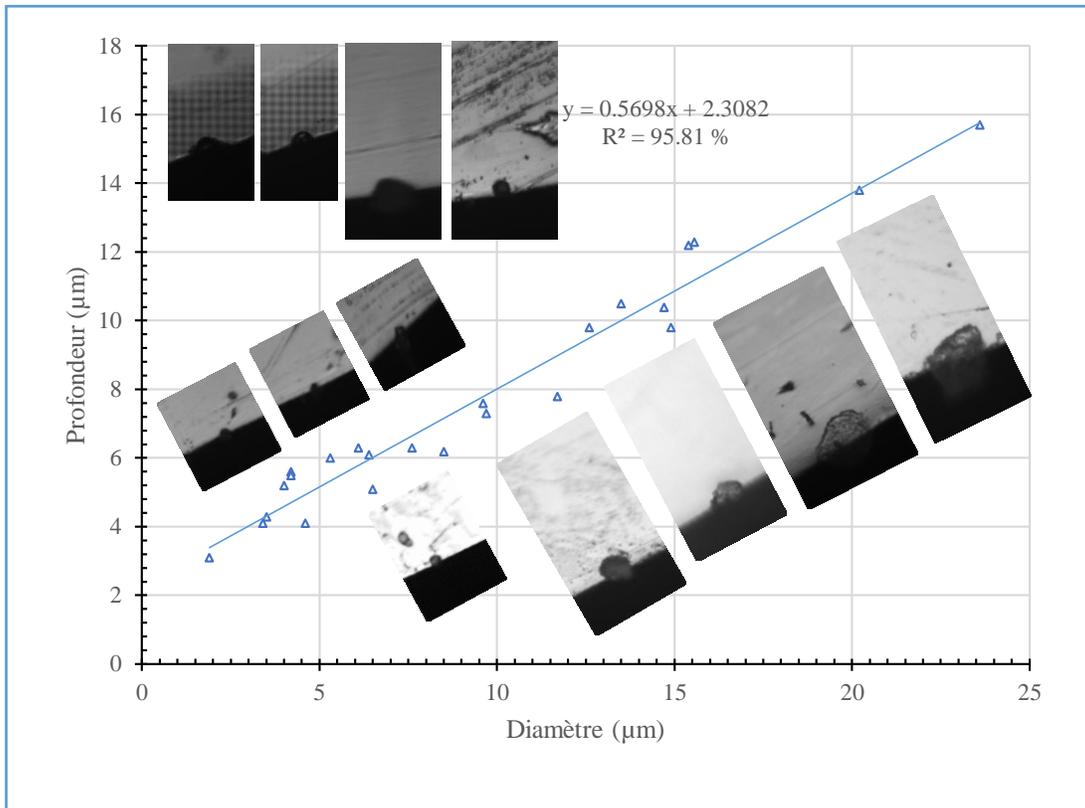


Figure IV.13 - Relation entre le diamètre des piqûres et leur profondeur.

### VI.5. Corrélation entre le diamètre maximale des piqûres et le temps d'immersion

Nous constatons que dans chaque plage l'évolution de la densité des piqûres de corrosion passent par des pics dans le temps à cause de la croissance et la repassivation. La bonne estimation de cette évolution dans le temps n'est possible qu'avec une interpolation polynomiale de degré 3. Les courbes qui en résultent sont des courbes Gaussienne (figure IV.14).

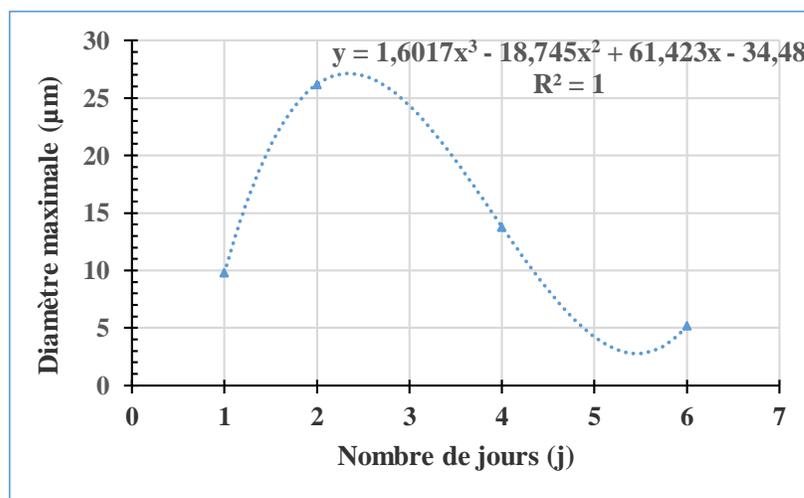
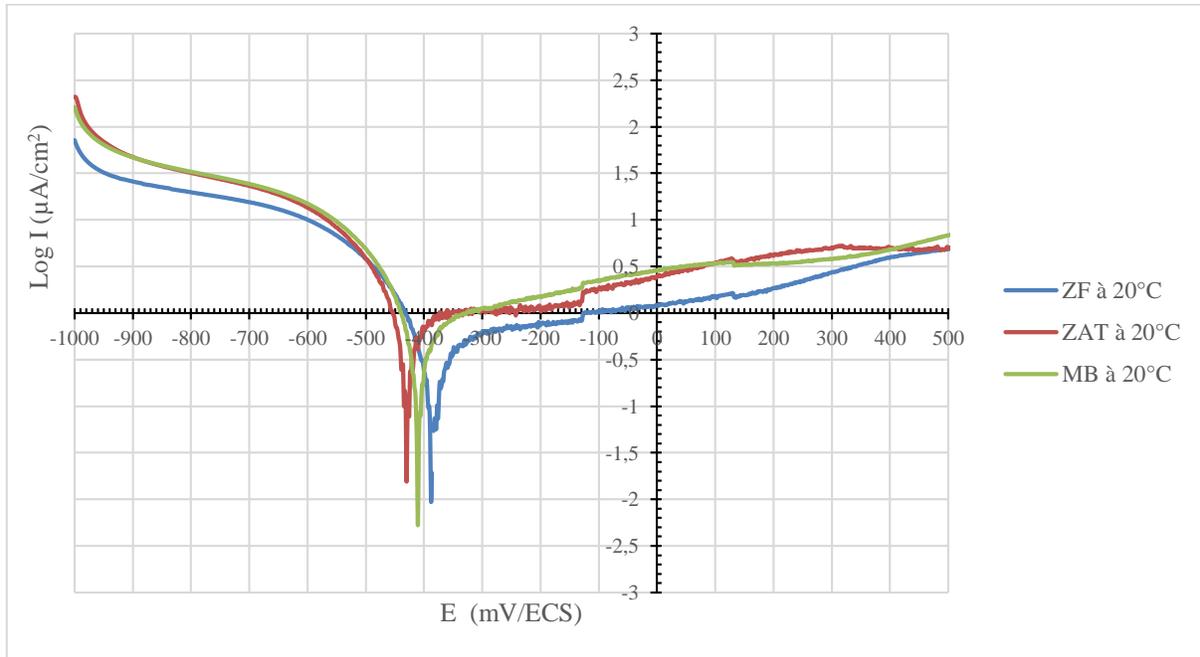


Figure IV.14 - Variation du diamètre maximale des piqûres en fonction du temps d'immersion.

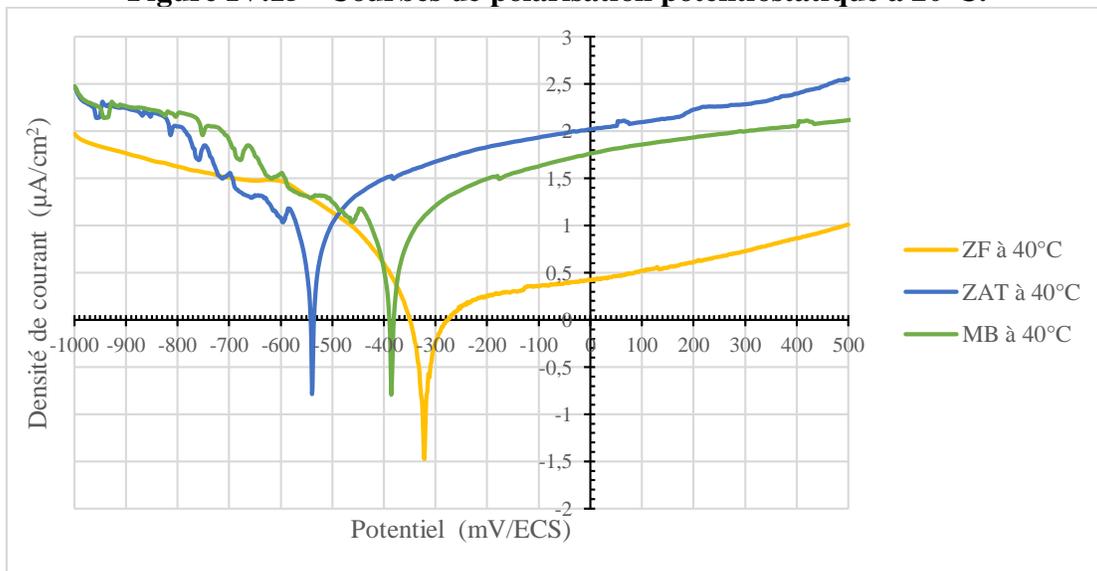
**IV.6. Résultats des essais de polarisation potentiostatique dans la solution NaCl 3.5%**

**IV.6.1 Courbes de polarisation potentiostatique**

Les courbes de polarisation potentiostatique obtenues à des différentes températures (figures IV.15, IV.16 et IV.17) permettent de déduire que le comportement en corrosion de la soudure diffère d'une zone à l'autre, à la température ambiante, le domaine de passivité est compris entre les deux valeurs de  $E -500$  mV/ECS et  $500$  mV/ECS. Une élévation de température conduit systématiquement à la diminution de ce domaine. Nous voyons ainsi qu'il y a des fluctuations de courant dus à un phénomène de germination des piqûres métastables vers la fin de ce palier.



**Figure IV.15 - Courbes de polarisation potentiostatique à 20°C.**



**Figure IV.16 - Courbes de polarisation potentiostatique à 40°C.**

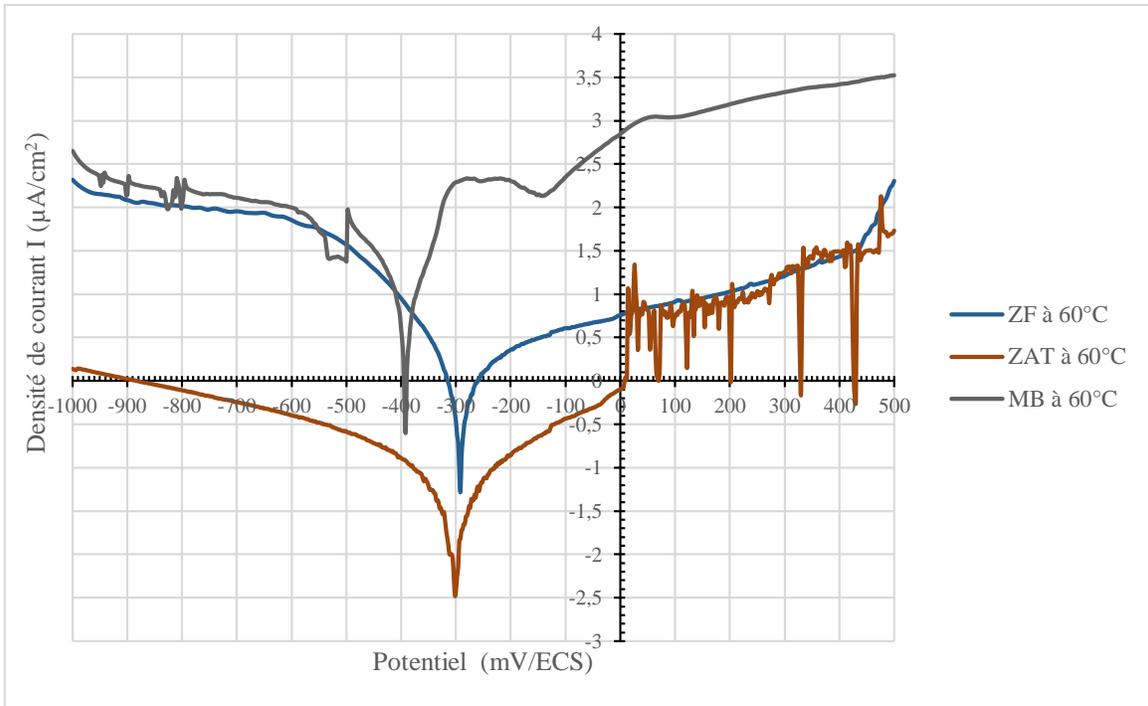


Figure IV.17 - Courbes de polarisation potentiostatique à 60°C.

### VI.6.2 Calcul des Paramètres électrochimiques

Nous résumons dans les tableaux ci-dessous les valeurs des potentiels et des courants de corrosion ainsi que les pentes de Tafel  $\beta_a$  et  $\beta_c$ , calculées de l'extrapolation.

La résistance de polarisation  $R_p$  définit par la relation  $R_p = \frac{\Delta E}{\Delta I} \Big|_{I=I_{corr}}$  est lié à la densité de courant de corrosion  $I_{corr}$  par la relation de Stern et Geary :  $I_{corr} = \frac{1}{2,3 \cdot R_p} \cdot \frac{\beta_a \cdot \beta_c}{\beta_a + |\beta_c|}$ , la vitesse de corrosion est déduite à partir de la loi de Faraday, on indique à la fin de chaque tableau le coefficient de corrélation linéaire associé à chaque extrapolation.

Tableau IV.3 - Paramètres électrochimiques après polarisation.

Métal de base (MB) à T=20°C		Métal de base (MB) à T=40°C		Métal de base (MB) à T=60°C	
$E_{corr}$	-413.9 mV	$E_{corr}$	-390.7 mV	$E_{corr}$	-308,8 mV
$R_p$	41.73 KΩ.cm <sup>2</sup>	$R_p$	4,39 KΩ.cm <sup>2</sup>	$R_p$	1,84 KΩ.cm <sup>2</sup>
$I_{corr}$	140.8434 µA/cm <sup>2</sup>	$I_{corr}$	4,0062 µA/cm <sup>2</sup>	$I_{corr}$	4,5783 µA/cm <sup>2</sup>
$\beta_a$	34.4 mV	$\beta_a$	123,5 mV	$\beta_a$	52,7 mV
$\beta_c$	-30.7 mV	$\beta_c$	-100,2 mV	$\beta_c$	-53,1 mV
$V_{corr}$	1.63 µm/an	$V_{corr}$	46,38 µm/an	$V_{corr}$	53,01 µm/an
Coef	0.9954	Coef	1	Coef	1

ZAT à T=20°C		ZAT à T=40°C		ZAT à T=60°C	
$E_{corr}$	-433.4 mV	$E_{corr}$	-333.4 mV	$E_{corr}$	-308.7 mV
$R_p$	33.1 K $\Omega$ .cm <sup>2</sup>	$R_p$	20,81 K $\Omega$ .cm <sup>2</sup>	$R_p$	760,13 K $\Omega$ .cm <sup>2</sup>
$I_{corr}$	183.6734 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>	$I_{corr}$	0,4187 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>	$I_{corr}$	19,1029 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>
$\beta_a$	34.9 mV	$\beta_a$	63,5 mV	$\beta_a$	86,5 mV
$\beta_c$	-30.9 mV	$\beta_c$	-46,3 mV	$\beta_c$	-90,6 mV
$V_{corr}$	2.126 $\mu$ m/an	$V_{corr}$	4,848 $\mu$ m/an	$V_{corr}$	0,221 $\mu$ m/an
Coef	0.9975	Coef	0,9980	Coef	0,9973

Métal fondu (ZF) à T=20°C		Métal fondu (ZF) à T=40°C		Métal fondu (ZF) à T=60°C	
$E_{corr}$	-389.1 mV	$E_{corr}$	-327.3 mV	$E_{corr}$	-297.9 mV
$R_p$	75.39 K $\Omega$ .cm <sup>2</sup>	$R_p$	34,5 K $\Omega$ .cm <sup>2</sup>	$R_p$	26,33 K $\Omega$ .cm <sup>2</sup>
$I_{corr}$	50.9039 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>	$I_{corr}$	0,4776 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>	$I_{corr}$	0,5342 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>
$\beta_a$	27.5 mV	$\beta_a$	141,2 mV	$\beta_a$	109,9 mV
$\beta_c$	-21.5 mV	$\beta_c$	-76,7 mV	$\beta_c$	-69,4 mV
$V_{corr}$	0,589 $\mu$ m/an	$V_{corr}$	5,529 $\mu$ m/an	$V_{corr}$	6,186 $\mu$ m/an
Coef	0.9921	Coef	1	Coef	0,9970

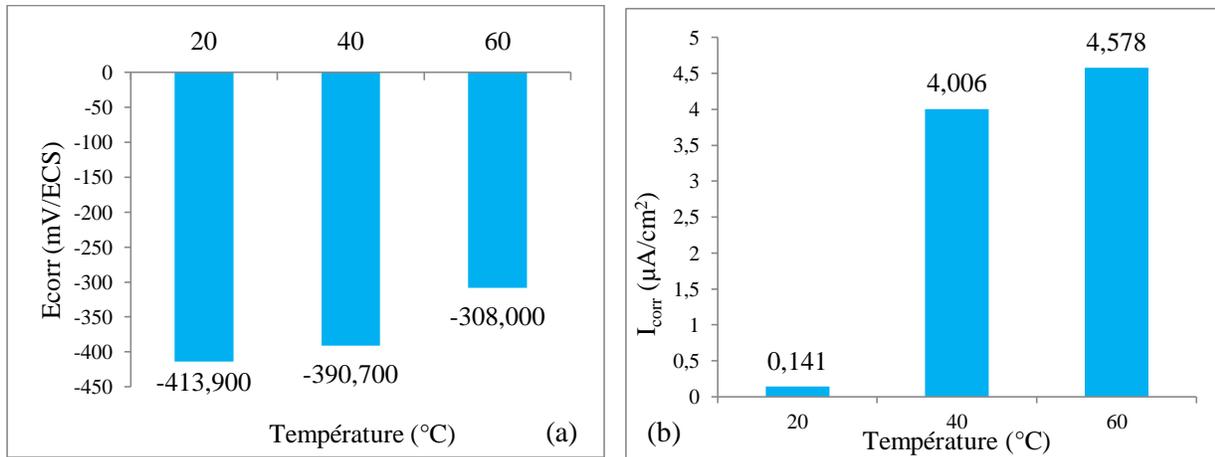


Figure IV.18 – Histogrammes des Paramètres électrochimiques du MB.

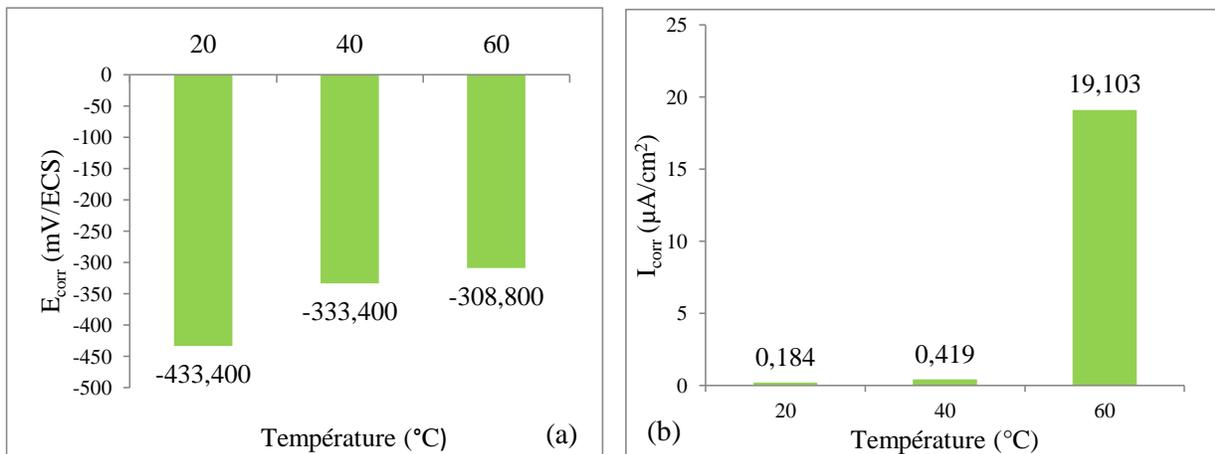
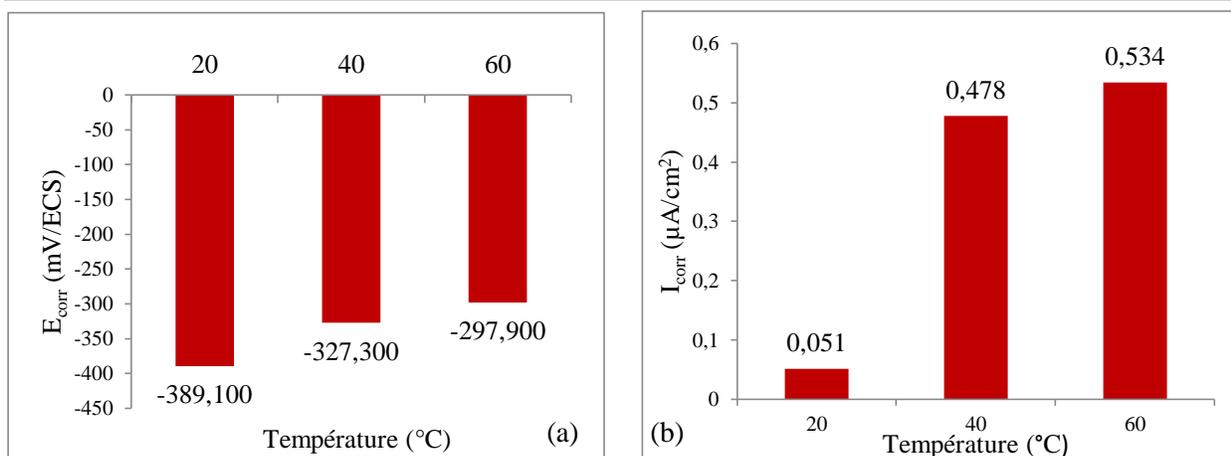


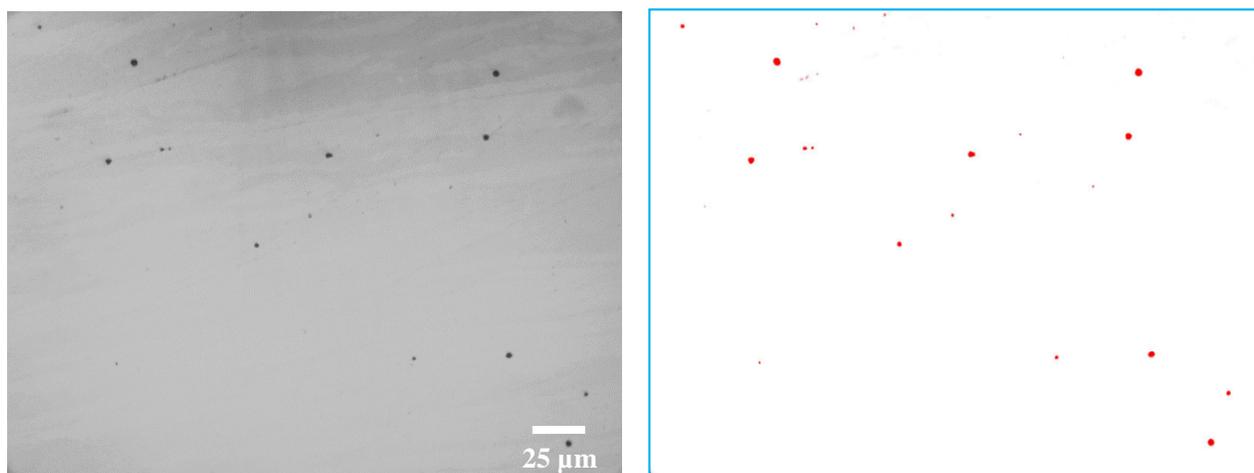
Figure IV.19 – Histogrammes des Paramètres électrochimiques de la ZAT.



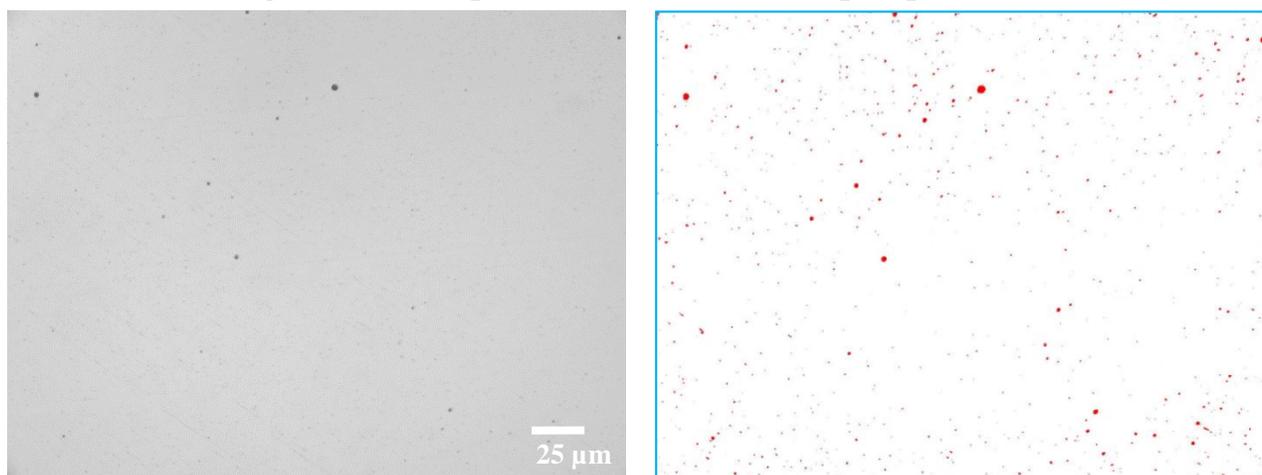
**Figure IV.20 - Histogrammes des Paramètres électrochimiques de la ZF.**

### IV.6.3 Observation après polarisation

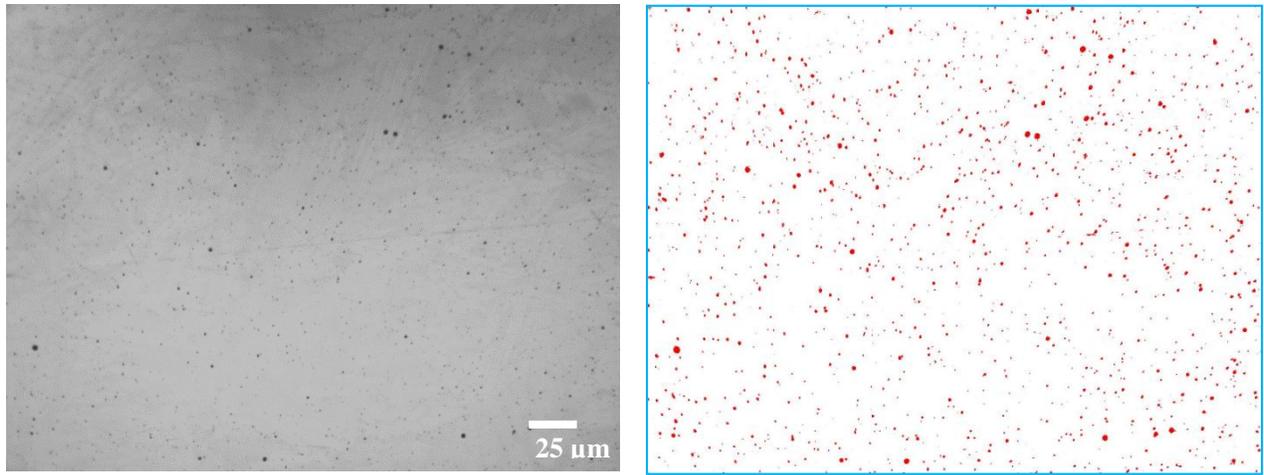
Les figures de IV.21 à IV.29 représentent les micrographies obtenues après polarisation des différentes zones à différentes températures.



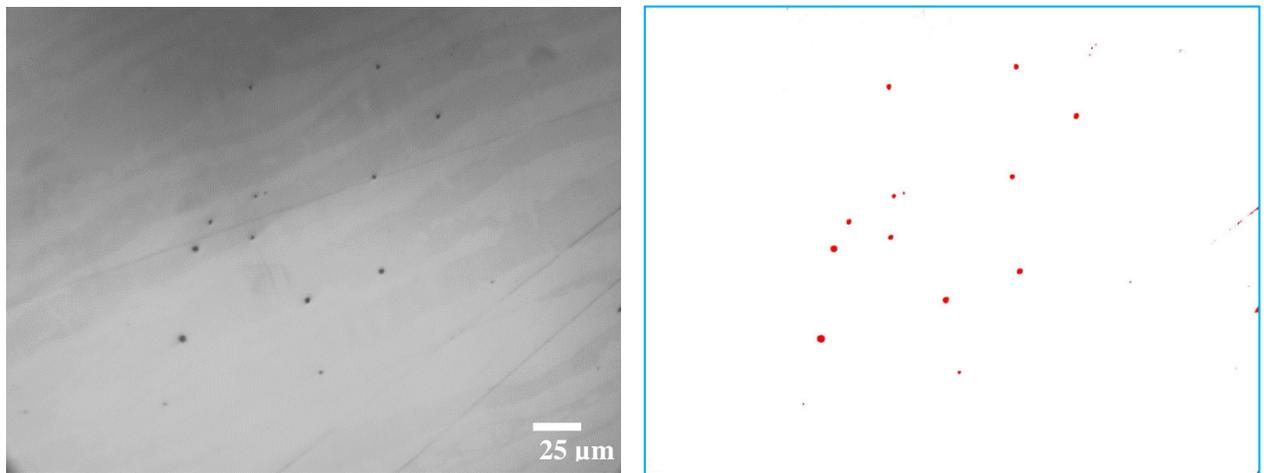
**Figure IV.21 - Piqûres formées dans le MB après polarisation à 20 °C.**



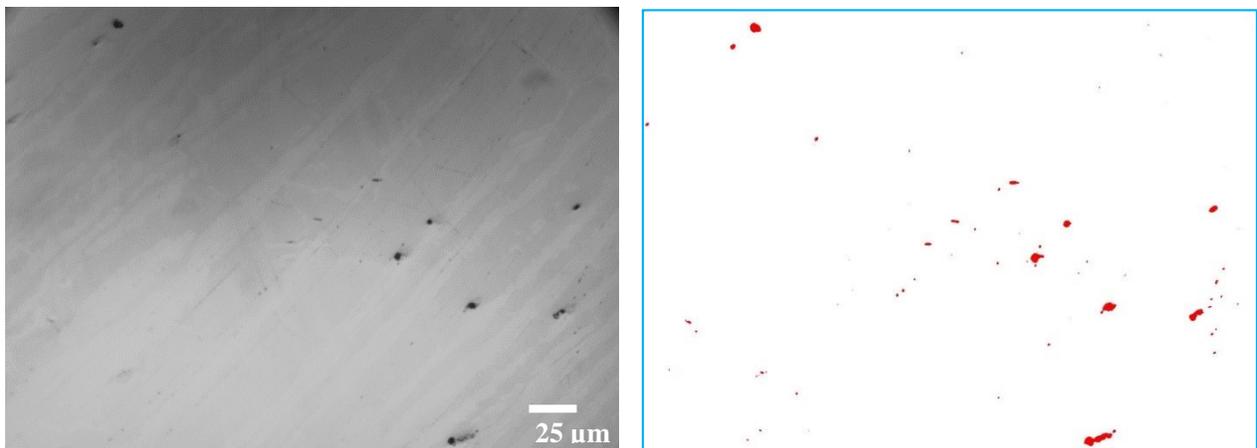
**Figure IV.22 - Piqûres formées dans la ZAT après polarisation à 20 °C.**



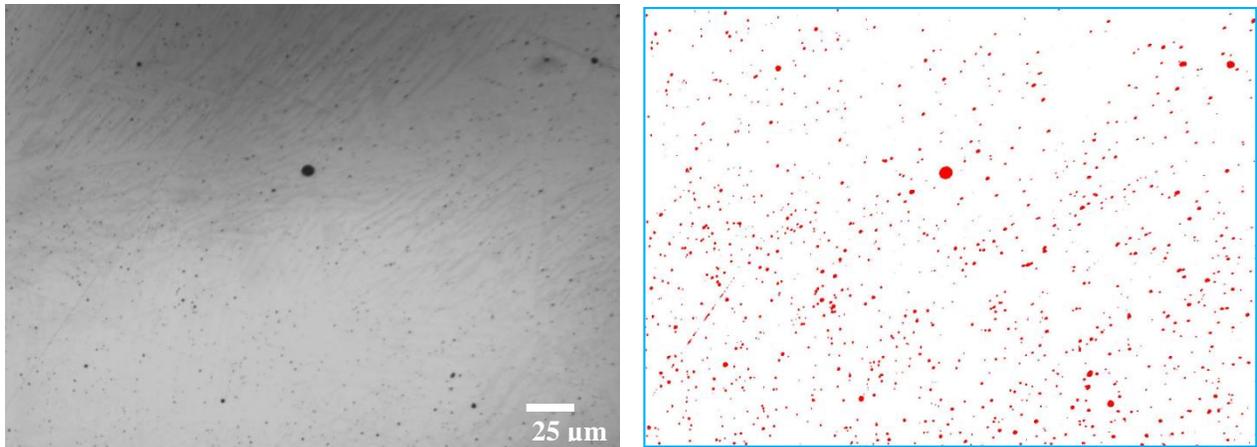
**Figure IV.23 - Piqûres formées dans la ZF après polarisation à 20 °C.**



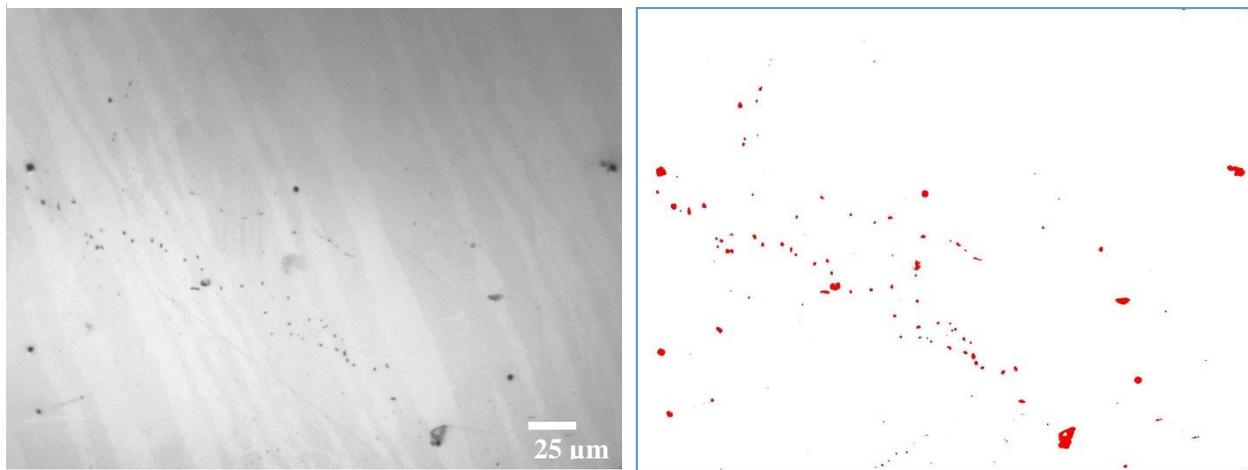
**Figure IV.24 - Piqûres formées dans la MB après polarisation à 40 °C.**



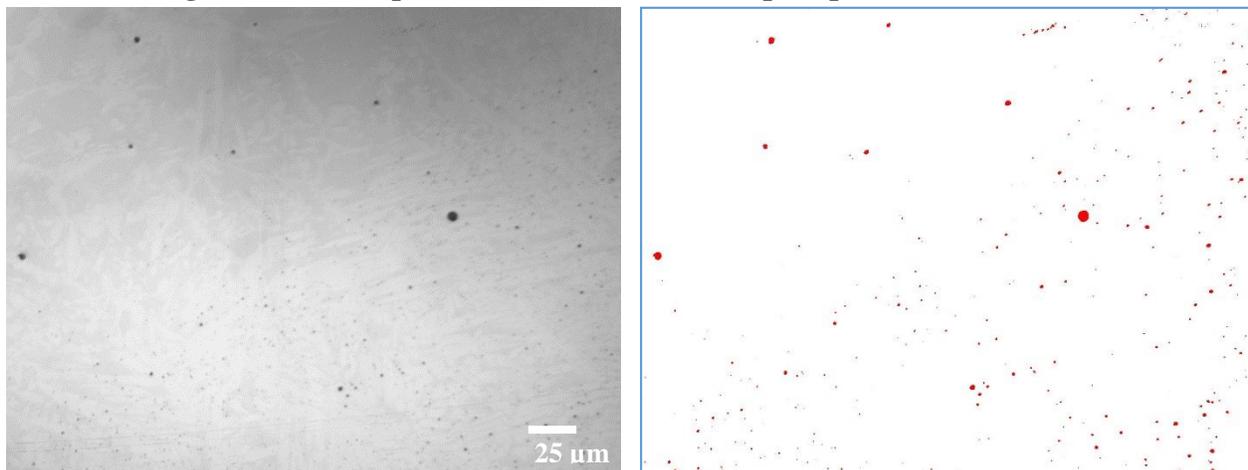
**Figure IV.25 - Piqûres formées dans la ZAT après polarisation à 40 °C.**



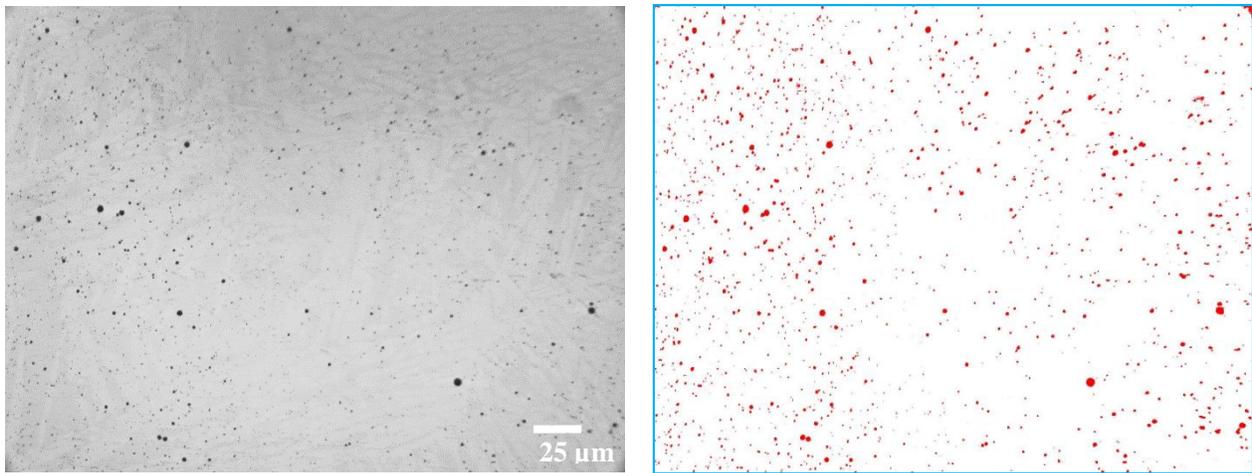
**Figure IV.26 - Piqûres formées dans la ZF après polarisation à 40 °C.**



**Figure IV.27 - Piqûres formées dans la MB après polarisation à 60 °C.**

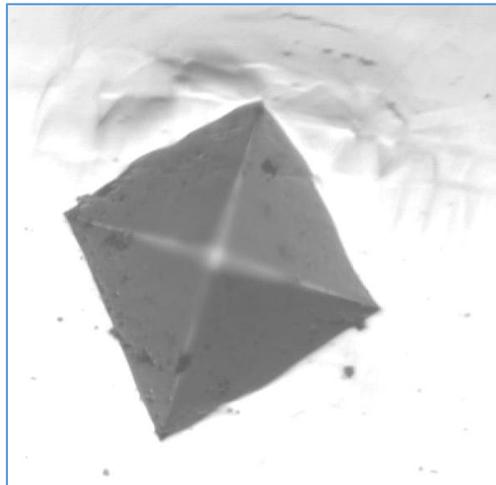


**Figure IV.28 - Piqûres formées dans la ZAT après polarisation à 60 °C.**



**Figure IV.29 - Piqûres formées dans la ZF après polarisation à 60 °C.**

L'empreinte de dureté après polarisation (figure IV.30) montre des piqûres en profondeur.



**Figure IV.30 - Empreinte de dureté après polarisation.**

Les courbes d'évolution de la densité et de diamètre maximale des piqûres estimées en fonction de la température (figures IV.31 et IV.32) mettent en évidence la différence de sensibilité à la piqûration entre la différente zone de la soudure. La densité surfacique des piqûres dans la ZF est la plus élevée à cause du nombre important des joints de phase. Leur croissance est bloquée par les grains d'austénite. Dans la ZAT les piqûres sont amorcées sur des précipités, ce qui permet à celle-ci d'atteindre des diamètres extrêmes. La résistance à la corrosion par piqûre du MB reste bonne mais elle est fortement influencée par la température.

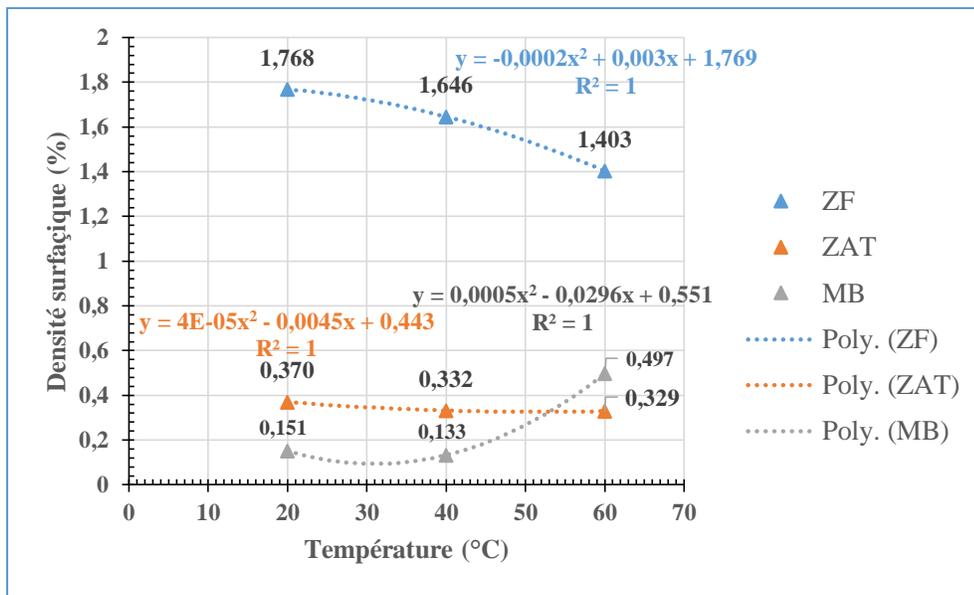


Figure IV.31 - Variation de la densité surfacique des piqûres en fonction de la température.

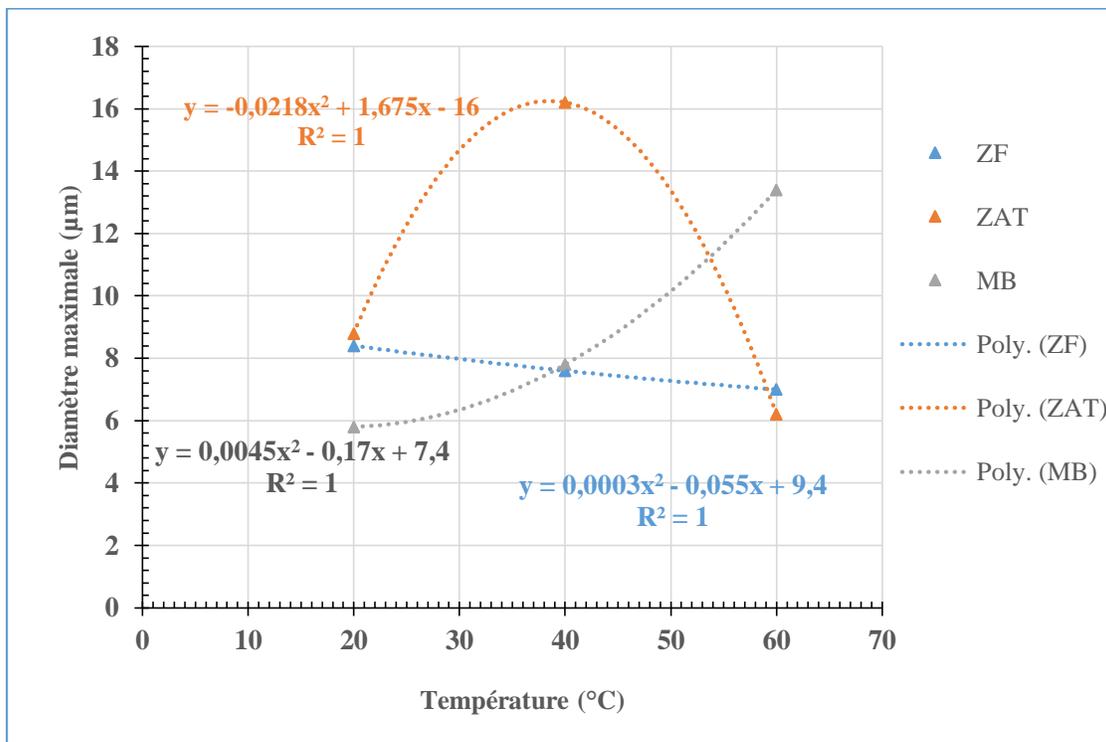
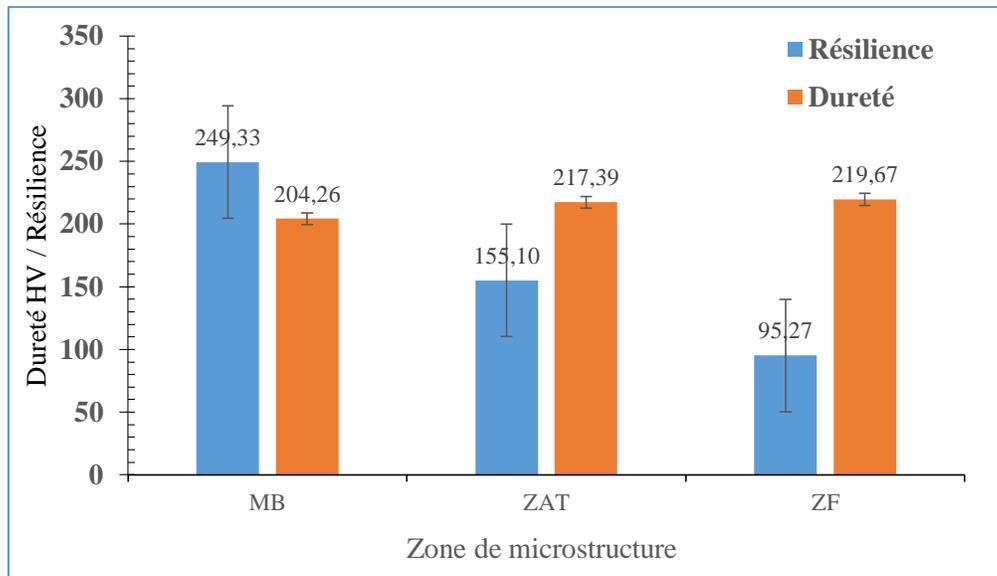


Figure IV.32 - Variation du diamètre maximale en fonction de la température.

#### IV.7. Interprétations des résultats

Dans la zone fondue, la solidification de la ferrite suit une croissance épitaxiale depuis la ZAT recuite. La croissance des dendrites initiales est orientée suivant la direction du gradient thermique, et produit une structure ferritique colonnaire. Ceci fournit les conditions de départ pour

d'autres transformations à l'état solide lors du refroidissement et il déterminera la structure finale de cette zone. La taille des grains ferritiques, leur orientation et leur morphologie, ainsi que la teneur en ferrite, influencent les propriétés de la soudure : dureté et résilience comme l'illustre l'histogramme de la figure suivante.

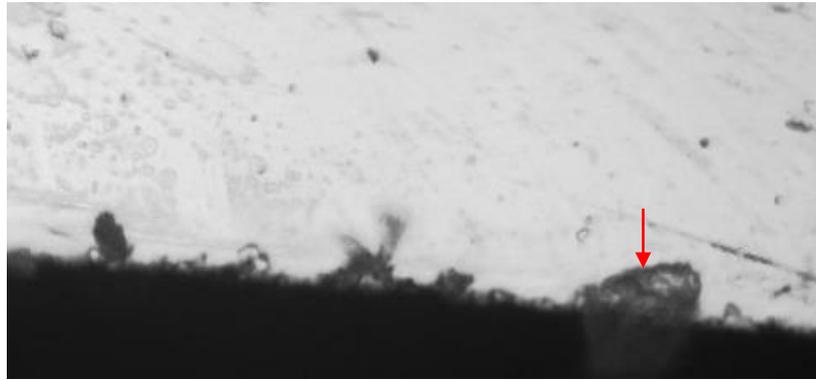


**Figure IV.33 - Influence de la microstructure sur la résilience et la dureté Vickers.**

À l'état solide le partage des éléments entre les phases lui aussi a un effet très important sur les propriétés de la soudure. La précipitation de l'austénite commence en dessous de la température de liquidus de la ferrite. La formation de cette phase se produit au niveau des joints de grain ferritiques dans lesquelles les grains d'austénite nouvellement formés prennent l'aspect de plaques latérales dites de *Widmanstätten*. La taille de ces lattes dépend de la taille des grains de ferrite et de la vitesse de refroidissement, leur orientation suit les lignes de champs de transfert thermique lors du refroidissement.

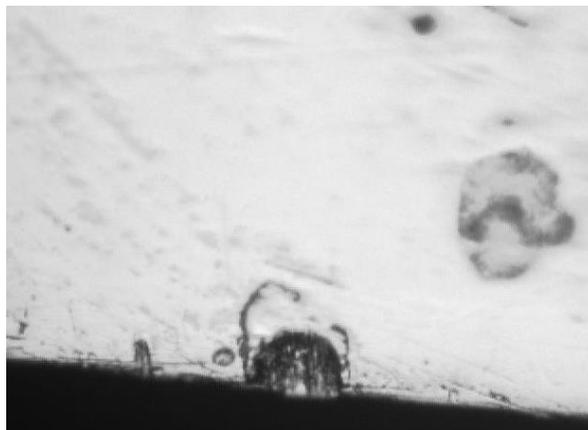
La précipitation de l'austénite est un processus de germination et croissance contrôlée par la diffusion. Ainsi, la vitesse de refroidissement est d'une grande importance dans la détermination de l'ampleur de la transformation. Dans la ZAT, la teneur de l'acier en nickel et de l'azote (stabilisateurs d'austénite) et le taux de refroidissement rapide favorise la reformation de l'austénite à l'état solide à partir des joints d'interface  $\delta/\delta$ . Cette transformation est incomplète et conduit à une microstructure biphasée à dominance ferritique.

Deux principales phases sont discernables pour le mécanisme de piqûration : Une phase d'amorçage suivi par une phase de propagation. Pour certains cas un mécanisme de repassivation peut se développer après l'amorçage ce qui interrompt le processus. Le phénomène peu ou non redémarrer dans la même région au à un autre endroit.

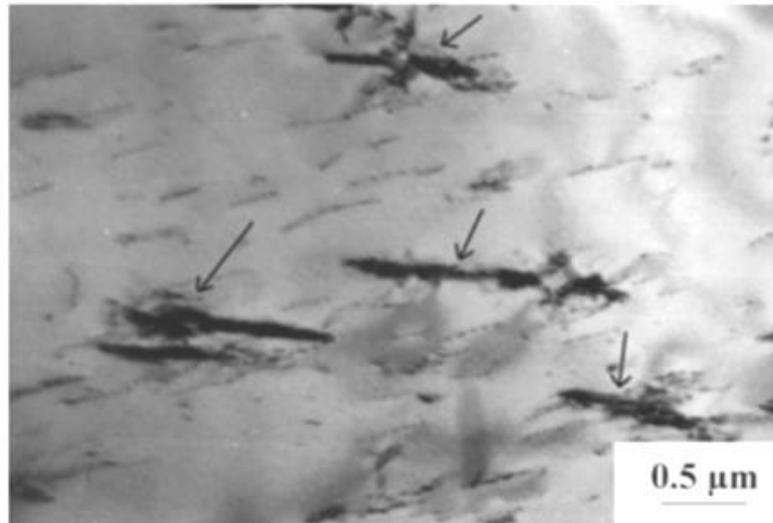


**Figure IV.34 - Exemple observé d'une piqûre repassivée.**

Concernant la phase d'amorçage. La piqûre s'amorce souvent dans une zone affaiblie du film passif, lorsque les conditions corrosives sont à la limite du domaine passif stable. Typiquement les piqûres s'amorce sous une forme initialement hémisphérique (figure VI.35) sur une inclusion (de préférence les grandes inclusions entourées par des espèces soufrées) ou en zone intergranulaire au voisinage de précipités riches en chrome (carbures, nitrures, austénite secondaire,  $\sigma$ ), figure VI.36.



**Figure IV.35 - Observation d'une piqûre de forme hémisphérique.**



**Figure IV.36 -Micrographie MET prise à partir de la ZAT révèle la présence des nitrures de chrome [34].**

Après le début du processus de dissolution anodique, les conditions locales sont modifiées en raison de la formation du produit de corrosion. Une modification locale de la composition du milieu lui-même, fonction de la mobilité des espèces ions. En conséquence, une acidification locale apparaît et le mécanisme de corrosion, incluant la dissolution anodique s'accélère.

Comme le phénomène de piqûration est associé à un phénomène de rupture du film passif à proximité de la zone où le film passif commence à être instable, les conditions en service (température, acidité) sont enclines à réduire la résistance du film passif et joue un rôle important dans la résistance à la piqûration de l'acier. Naturellement, les paramètres métallurgiques ont aussi leurs effets spécifiques. Il est important de noter que le nombre critique de piqûration concerne généralement une plage de valeurs au quelles la valeur du potentiel de piqûration change d'une région à une autre.

# **Conclusion et perspectives**

## Conclusion et perspectives

La principale cause de défaillance des assemblages soudés en acier inoxydable duplex dans les milieux chlorurés est le phénomène de corrosion par piqûration. Au cours du temps, les hétérogénéités métallurgiques locales y compris les précipitations de phase carbure ou intermétallique constituent les sites les plus favorables pour l'amorçage des piqûres lors de ce processus de dégradation. La variation de l'historique thermique de l'alliage induite par le soudage multipasses constitue le paramètre responsable de la différence de sensibilité à la piqûration entre les différentes zones de la structure soudée (MB, ZAT, ZF) et à la détérioration de ses propriétés mécaniques.

La caractérisation morphologique des piqûres ainsi formées dans la nuance duplex 2209 dans une solution NaCl a montré que celles-ci ont un facteur de forme de 0,5698. Elles s'amorcent dans le matériau sous une forme très régulière hémisphérique avec des distributions surfaciques qui se rapprochent à la loi normale de probabilité, elles se développent en premier lieu en surface et se propagent ensuite en profondeur pour former des piqûres plus grandes, et plus profondes.

La cinétique de ce processus de dégradation localisé est très fortement influencée par les paramètres qui affectent la stabilité du film de passivité, à savoir la concentration en ions agressifs du milieu en contact avec la surface du métal et la température de l'électrolyte qu'il contient.

Comme perspective, nous recommandons un traitement thermique d'hypertrempe après soudage pour la restauration des propriétés mécaniques de l'acier et pour améliorer sa résistance à la piqûration ainsi qu'une microanalyse X de la composition chimique locale dans les piqûres.

# **Bibliographie**

## Bibliographie

- [1]. C. Michel. “*Matériaux industriels, Matériaux métallique*”. Dunod. Paris(2008).
- [2]. A.N.SAKFALI “*Comportement en conditions de fatigue thermique d'une soudure duplex de nuance UNS S 31803*”. PFE. ENP. Alger (1996).
- [3]. P. Gympel, A.Norbert. “*Les aciers inoxydables : Propriétés, mise en œuvre, emploi, normes*”. Technique et Documentation Lavoisier(1990).
- [4]. P.J. CUNAT “*Aciers inoxydables - Critères de choix et structure*”. Techniques de l'ingénieur. fasc M4540 (2000).
- [5] T.B. MASSALSKI, J.L MURRAY, L.H.BENNETT, H. BAKER. “*Binary Phase Diagrams*”.ASM. Ohio (1986).
- [6] A.Iris , S.Moreuil. “*Duplex Stainless Steel*”. ISTE & WILEY. Cambridge (2009).
- [7] J. Moverare, M. Odén. “*Deformation behaviour of a prestrained duplex stainless steel*”. Materials Science and Engineering, (Année 2002).
- [8] Aubin, V. “*Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel*”. Thèse de doctorat. Université des Sciences et technologies de Lille (2001).
- [9]. P. SOULIGNAC, B. BONNEFOIS, E. SOUTIF “*Chaudronnerie en aciers inoxydables*”. Techniques de l'ingénieur. fasc BM6570 (2007).
- [10] J. Gagnepain, F. Dupouiron, B. Bonnefois, J. Charles. “*Transformations structurales dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques : influence des éléments d'alliage*”. JOURNAL DE PHYSIQUE IV.Vol4,(Année 1994).
- [11] P. Lacombe, G. Béranger, “*Les aciers inoxydables*”. Les éditions de physique (1990).
- [12] M. Liljas, P. Johansson, H.-P. Liu, C. A. Olsson, “*Development of a lean duplex stainless steel*”. Steel research international. Vol.79, (Année 2008).
- [13] A. F. Padilha, R. L. Plaut, “*Duplex Stainless Steels*”. ISTE & WILEY.Cambridge (2009).
- [14] Yunan Prawoto K. Ibrahim and W. B. Wan Nik. “*Effect of pH and chloride concentration on the corrosion of duplex stainless steel*”. The Arabian Journal for Science and Engineering.Vol.34, (Année 2009).
- [15] S. Topolska, J. Łabanowski. “*Effect of microstructure on impact toughness of duplex and superduplex stainless steels*”. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering .Vol 36, (Année 2009)
- [16] J.O. Nilsson, “*Super duplex stainless steels*”, Materials Science and Technology.Vol. 8, (Année 1992).

- [17] M. Liljas, P. Johansson, H.-P. Liu, C. A. Olsson, “*Development of a lean duplex stainless steel*”, Steel research international, Vol.79, (Année 2008).
- [18] H. Berns, V. Gavriljuk, S. Riedner. “*High Interstitial Stainless Austenitic Steels*”. Springer.(2013).
- [19] J. Simmons, “*Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels*”. Materials Science and Engineering.Vol.20, (Année 1996).
- [20] R.Gunn. “*Duplex stainless steel Microstructure, Properties and Applications*”.Woodhead Publishing. (2003)
- [21] 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. ENP. Alger.2013.
- [22] L.Francesco. “*Fragilisation par l'hydrogène de l'acier inoxydable austéno - ferritique Z2CND22 05 - role de la microstructure*”. Thèse de doctorat. Ecole Centrale. Paris.1997.
- [23] 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. 2001.
- [24] J.C Le Roux. “*Étude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé* ” Thèse de Doctorat. Ecole Centrale. Paris. 1999.
- [25] J.O.NILSON. “*Overview – super duplex stainless steels*”. Material science and Technology.Vol 8. (Année 1992).
- [26] P.D. SOUWTHWICK, R.W.K HONEYCOMBE “*Decomposition of ferrite to austenite in 26%-5Ni stainless steel*”.Metal Science.Vol 14. (Année 1980).
- [27] S.ATAMERT, J.E.KING. “*Super duplex stainless steels. Part 1.Heat affected zone microstructure*”. Materials Science and technology.Vol 8. (Année 1992).
- [28] B.E.S.LINDBLOM, N.HANNERZ. “*Austenite reformation in HAZ of ferritic austenitic stainless steel*”. Les editions de physique (1992).
- [29] J.NAWACKI, A.LUKOJC. “*Microstructural heat affected zone in duplex stainless steel welded joint*”, Materials Characterization.Vol 56. (Année 2006)
- [30] F.BONOLLO, A.GREGORI, A.TIZIANI, .J.O NILSON “*Quantitative assesement of intermetallic phase precipitation in a super duplex stainless steel weld using automatic image analysis*” Material Science Forum.Vol. (Année 1999)
- [31] AVESTA POLARIT DATASHEET.“*Duplex stainless steel*”, AvestaPolarit AB, AVESTA, 2002.
- [32] B.Bonnefois,P.Jean Cunat. “*Souder les aciers inoxydables*”. Les editions de physique (2000).

[33]. **P.J. CUNAT** “*Réservoirs, Soudage en chaudronnerie*”. Techniques de l'ingénieur. fasc A683 (1985).

[34]. **V. Muthupandi , P. Bala Srinivasan , S.K. Seshadri b, S. Sundaresan.** “*Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds*”. Materials Science and Engineering fasc A358. (Année 2003).