République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique *Ecole nationale Polytechnique*



Département de Métallurgie

Projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en métallurgie

Thème

Influence des paramètres de traitement thermique, Température / Vitesse de refroidissement sur le comportement structurale et mécanique d'une soudure hétérogène Duplex 2205 / Supermartensitique

Proposé et dirigé par :

Pr.M.BOUABDALLAH

Réalisé par :

BOUHAFS Choayb CHAOUBI M^{ed} Nadir

Promotion juin 2012

ENP, 10 Avenue Hassen Badi – El Harrach, Alger

ملخص

الهدف من هده العمل هو دراسة نتائج التغيير في سرعة التبريد و درجات الحرارة اثناء المعالجات الحرارية للحام الغير متجانس ديبلكس 2205 و سيبارمارتونسيتي (13 كروم) من أجل إيضاح التطور الميكرو بنيوي و التغيرات البنيوية التي قد تحدث في مثل هده العمليات على اللحام ونتائج هده الأخيرة على الخصائص الميكانيكية.

كلمارتم مغمّالحية : الفولاذ المضاد للتأكسد ,ديبلكس ,سيبار مارتونسيتي, للحام الغير متجانس, منطقة التلاحم, المعالجات الحرارية, الصلابة.

Résumé

Le but de ce travail est l'étude des conséquences du changement de la vitesse de refroidissement et de la température au cours des traitements thermiques de trempe d'un assemblage hétérogène (Duplex 2205/Supermartensitique 13 Cr) afin de mettre en évidence l'évolution des microstructures et les changements structuraux qui peuvent engendrer de tels opérations sur l'assemblage et les conséquences de ces derniers sur les caractéristiques mécaniques.

Mots clés : Acier inoxydable, duplex, supermartensitique, soudure hétérogène, zone fondue, traitement thermique, dureté.

Abstract

The aim of this work is the study of the consequences of temperature and the variation of cooling rate during the heat treatments of hardening of a heterogeneous weld (Duplex 2205/Supermartensitic 13 Cr) in order to highlight the evolution of the microstructures and the structural changes that can generate such operations on the weld and the consequences of the latter on the mechanical characteristics.

Key words: Stainless steel, duplex, supermartensitic, heterogeneous welding

Dédicace

A la lumière de ma vie, ma très chère mère, que dieu la garde pour

moí;

A la mémoire de mon père que je prière toujours au dieu pour rentre

luí dans leur grands paradís « Rebbí y'rahmou » ;

A tous mes frères ; et toutes mes sœurs ;

A ma grande famílle (Oncles, tantes, cousíns et cousínes);

A tous mes amís;

Aínsí qu'à toute la promotíon de métallurgíe ;

Je dédie ce modeste travail.

Choayb

A mes très chers parents ;

A mes frères et mes sœurs ;

A toute ma famílle ;

A tous mes camarades et collègues ;

Je dédie ce travail.

Nadír

Remerciements

Tout d'abord nous remercions Allah, le tout puissant, qui nous a donné le courage et le pouvoir à fin de compléter ce modeste travail.

Au terme de ce travail nous tenons à remercier vivement Mr M.BOUABDALAH ET Mme K.LAZAZI pour leurs conseils judicieux, et orientations tout au long de ce travail.

Nous tenons à remercier également tous les membres de jury d'avoir accepté d'examiner et de juger notre travail.

Nous tenons aussi à remercier touts les enseignants du département de métallurgie, le groupe pédagogique et le groupe administratif pour leur immense effort afin de préserver la réputation de cette école.

Sommaire	1
	1
Chapitre I : Les aciers inoxydables	
I.1. Introduction	2
I.3. Influence des éléments d'addition	6
I.4. Les familles des aciers inoxydables	7
I.5. Critères de choix des aciers inoxydables	8
I.6. Traitements thermiques des aciers inoxydables	9
I.7. Les aciers inoxydables Duplex (austéno-ferritique)	.10
I.8. Les aciers inoxydables supermartensitiques	13
I.8.1. Généralités	.13
I.8.2. Traitement thermique des aciers supermartensitiques	.16
Chapitre II : Métallurgie de soudage des aciers inoxydables	
II.1. Introduction	17
I.2. Définition du soudage	.17
II.3. Procédés de soudage des aciers inoxydable	17
II.4. Soudabilité des aciers inoxydables	.20
II.4.1. Définition de la soudabilité	20
II.4.2. Phénomènes thermiques et effets métallurgiques	20
II.4.3. Phénomènes thermiques et effets mécaniques	21
II.4.4. Soudabilité des aciers inoxydables duplex	21
II.4.5. Soudabilité des aciers inoxydables supermartensitiques	.25
II.4.6. Contrôle de ferrite dans les joints soudés	27
Chapitre III : Techniques expérimentales	
III.1. Introduction	30
III.2. Présentation de la soudure étudiée	. 30
III.3. L'opération de soudage	.31
III.4. Traitement thermique	31
III.5. Caractérisation métallographique	.32
III.6. Calcul du taux de dilution	.36
III.7. Analyse par diffraction des rayons X	37
III.7.1. Production des rayons X pour la diffraction	.37

Sommaire

	III.7.2. Diffraction des rayons X	38
	III.7.3. Indentification des pics des diffractogrammes	38
	III.8. Essai de microdureté Vickers	39
	Chapitre IV : Résultats expérimentaux et discussions	
	IV.1. Caractérisation de la soudure à l'état reçu	40
	IV.1.1. Résultats de la caractérisation macrographique	40
	IV.1.2. Calcul des taux de dilution	41
	IV.2. Résultats de la caractérisation micrographique	42
	IV.2.1. Métaux de base	42
	V.2.2. Zones affectées thermiquement et zones de liaison	43
	IV.2.3. Zone fondu	44
	IV. 3. Effet des traitements thermiques sur l'évolution de la microstructure	45
	IV.3.1. Résultats d'observation au microscope optique	45
	IV.3.1.1. Métal de base duplex	45
	IV.3.1.2. Métal de base supermartensitique	46
	IV.3.1.3. Zone affectée thermiquement côté duplex	47
	IV.3.1.4. Zone affectée thermiquement coté supermartensitique	48
	IV.3.1.5. Zone fondue	50
	IV.3.2. Résultats d'observation au microscope électronique à balayage	51
	IV.4. Résultats d'estimation du taux de ferrite	52
	IV.5. Résultats de diffraction des rayons X	55
	IV.5.1. Métal de base duplex	55
	IV.5.2. Zone fondue	56
	IV.6. Résultats des essais de microdureté	57
	IV.6.1. Echantillon à l'état reçu	57
	IV.6. 2. Effets des traitements thermiques sur la microdureté	58
	IV.6.2.1 Métal de base duplex	58
	IV.6.2.2. Métal de base supermartensitique	59
	IV.6.2.3. Zone affectée thermiquement coté duplex	59
	IV.6. 2.4. Zone affectée thermiquement côté supermartensitique	61
	IV.6. 2.5. Zone fondue	62
(Conclusion générale	64

Liste des tableaux

Chapitre I : Les aciers inoxydables

Tableau I.1 : Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes
Tableau I.2 : Choix d'un acier inoxydable, en fonction des principaux critères, pour les
principales applications
Tableau I.3 : Caractéristiques des traitements thermiques des aciers inoxydables
Tableau I.4 : Températures typiques des réactions de précipiotation et autres réactions
caractéristiques des aciers inoxydables duplex10

Chapitre III: Techniques expérimentales

Tableau III.1 : Composition chimique en pourcentage massique d	le l'acier inoxydable
supermartensitique	
Tableau III.2 : Composition chimique en pourcentage massique de l'ac	ier30

Chapitre IV: Résultats expérimentaux et discussion

Tableau IV.1 : Valeurs des aires et des taux de dilutions pour chaque matériau	.41
Tableau IV.2 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base duplex	.58
Tableau IV.3 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base supermartensitique	.59
Tableau IV.4 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base supermartensitique	.60
Tableau IV.5 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base supermartensitique	.61
Tableau IV.6 : Evolution de la dureté Vickers pour la zone fondue	.62

Chapitre I : Les aciers inoxydables

Figure I.1 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome
Figure I.2: Détail de la boucle γ du diagramme fer-chrome pour des alliages contenant
environ 0,004 % de carbone et 0,002 % d'azote4
Figure I.3 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures
inférieures à 850 °C
Figure I.4: Coupes du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en Ni 5
Figure I.5 : Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de chrome et à bas carbone 0,01 %
(Influence de la teneur en nickel)
Figure I.8 : Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour 68 % de Fe
Figure I.9 : Microstructure d'un acier duplex refroidi au four à partir de 1050°C12
Figure I.10 : Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex
Figure I.11 : Modèle de Bain démontrant la transformation γ
Figure I.12 : Progression de la formation de lamelles de martensite dans un grain d'austénite
primaire
Figure I.13 : Schéma du raffinement d'une structure contenant de la martensite et de
l'austénite résiduelle après deux traitements thermiques de revenu

Chapitre II: Métallurgie de soudage des aciers inoxydables

Figure II.1 : Principe du soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée	17
Figure II.2 : Principe du soudage manuel à l'arc électrique	18
avec électrode réfractaire (TIG)	18
Figure II.3 : Différentes zones d'un joint soudé duplex (austénoferritique).	22
Figure II.4 : Cycle thermique de la zone affectée thermiquement près de la ligne de	24
Figure II.5 : Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation complèt	e en
martensite	26
Figure II.6 : Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation en martensite.	27
Figure II.7 : Les différentes zones à risques métallurgiques.	29
Figure II.8: Diagramme de schaeffler	29
inoxydable supermartensitique.	30

Chapitre III: Techniques expérimentales

Figure III.1 : Géométrie du chanfrein en V.	31
Figure III.2 : Dispositif d'attaque électrolytique.	33
Figure III.3 : Exemple d'un examen macrographique.	33
Figure III.4 : Exemple d'une image micrographique G= 200.	34
Figure III.5: Exemple de transformation de l'image micrographique en image binaire	35
Figure III.6: Exemple de calcul du taux de ferrite à l'aide d'image J	35
Figure III.7 : Taux de dilution	36
Figure III.8 : Difractogramètre de marque	37
FigureIII.9 : Transitions électroniques	37
FigureIII.10 : Diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires selon la 2	loi de
Bragg	38
Figure III.11 : Dimensions de l'empreinte et formule de calcul de la dureté selon Vicker	s39

Chapitre IV: Résultats expérimentaux et discussions

Figure IV.1: Macrographie du joint soudé avec ses zones principales40
Figure IV.2: Détermination des aires pour le calcul des taux de dilutions41
Figure IV.3 : Micrographie optique du métal de base (Acier Duplex)42
Figure IV.4 : Micrographie optique du métal de base (Acier Supermartensitique)43
Figure IV.5 : Micrographie optique de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone
de liaison (ZL) du côté Duplex
Figure IV.6 : Micrographie optique de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone de
liaison du côté Supermartensitique
Figure IV.7: Micrographie optique de la zone fondue
Figure IV.8 : Evolution de la microstructure du métal de base duplex après refroidissement à
l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C46
Figure IV.9 : Evolution de la microstructure du métal de base supermartensitique après
refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C47
Figure IV.10 : Evolution de la microstructure de la zone affectée thermiquement côté duplex
après refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C48
Figure IV.11 : Evolution de la microstructure de la zone affectée thermiquement côté duplex
après refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C49

Figure IV.12 : Evolution de la microstructure de la zone fondue après refroidissement à l'air
et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C50
Figure IV.13 : Observation au MEB du métal de base coté supermartensitique
Figure IV.14 : Observation au MEB de la zone fondue
refroidis à l'eau
Figure IV.15 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la
température de trempe à l'air dans le métal de base duplex
Figure IV.16 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la
température d'hypertrempe à l'eau dans le métal de base duplex52
Figure IV.17 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la53
température de trempe à l'air dans la zone fondue53
Figure IV.18 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la
température d'hypertrempe à l'eau dans la zone fondue53
Figure IV.19 : Evolution du taux de ferrite dans le métal de base duplex en fonction des deus
milieux de refroidissement l'eau et l'air
Figure IV.20 : Evolution du taux de ferrite dans la zone fondue en fonction des deus milieux
de refroidissement l'eau et l'air
Figure IV.21 : Résultats de la diffraction des rayons X pour le métal de base coté duplex
trempé à l'air à partir de 1045 °C, 1190 °C et 1265 °C
Figure IV.22 : Résultats de la diffraction des rayons X pour la zone fondue trempé à l'air à
Figure BV22 : Histogramme de la migraduraté de chaque gane de la condure nour
l'éthentillen à l'état som
Figure B/24 : Histogramme de l'évolution de la misreduraté en fonction de la viterre de
rigure 1V.24 : Histogramme de l'evolution de la incrodurete en fonction de la vitesse de
reprodussement et de la temperature de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1205 °C)
Figure BV 25 - Utite grouper de l'évolution de la miser duraté en fonction de la mitere de
Figure IV.25: Histogramme de l'evolution de la microdurete en fonction de la vitesse de
retroidissement et de la temperature de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C)
pour le metal de base supermartensitique
rigure IV.20: Histogramme de l'evolution de la microdurete de la zone affectée
thermiquement côté duplex en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température
de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C)60

Figure IV.27 : Histogramme de l'évolution de la microdureté dans la zone affect
thermiquement du côté supermartensitique en fonction de la vitesse de refroidissement et e
la température de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C).
Figure IV.28 : Histogramme de l'évolution de la microdureté dans la zone fondue en fonction
de la vitesse de refroidissement et de la température de traitement thermique
Figure IV.29 : Profil de la microdureté le long du joint de soudure hypertrempé à l'eau o
fonction de la température de traitement thermique.

Chapitre I : Les aciers inoxydables

I.1. Introduction

Un acier est considéré comme « inoxydable » quand sa teneur en chrome est supérieure à 10.5% en masse, ce qui rend possible l'obtention d'alliages en fer beaucoup plus performants que leurs prédécesseurs (alliages Fe-C), en termes de résistance à la corrosion. Bien que cette dénomination soit directement liée à la quantité de Cr présent dans l'acier, la composition chimique de ces matériaux n'est pas limitée au trio Fe-Cr-C. Au contraire, c'est l'addition d'éléments d'alliage qui permet, dans certains cas, d'améliorer en parallèle la résistance à la corrosion et d'autres propriétés (principalement mécaniques et physiques) pour adapter l'acier aux conditions d'utilisation [1].

I.2. Diagrammes de phase

Les diagrammes de phase d'équilibre peuvent être employés pour décrire les transformations de phase et la stabilité de phase en aciers inoxydables.

Aux basses températures et jusqu'à 910 °C, le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer (α). A partir de 910 °C, il se transforme en fer (γ) dont la structure est cubique à faces centrées et une nouvelle transformation intervient à 1400 °C pour donner le fer (δ) dont la structure est cubique centrée. Ces transformations qui sont réversibles peuvent se résumer suivant le schéma du tableau I.3 [2,3].

Tableau I.1 : Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes [3].

Fer a (ferrite)	Fer y (austénite)	Fer δ (ferrite)
$(\theta < 910 \ ^{\circ}C)$	$(910 \ ^{\circ}C < \theta < 1 \ 400 \ ^{\circ}C)$	(θ > 1 400 °C)
Structure cubique centrée	Structure cubique à faces	Structure cubique centrée
	centrees	

I.2.1. Système Fe-Cr

Le chrome, cristallisant dans le système cubique centré, constitue l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Il génère la passivation de l'acier, par la formation d'un film passif que l'on trouve sous forme d'oxyde complexe de type (Fe, Cr)₂ O₃ et d'hydroxyde Cr(OH)₃nH₂O dans le film passif [4]. Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome (figure I.1) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle γ » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique, favorise le développement du domaine α .



Figure I.1 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [3].

Les alliages fer-chrome peuvent former une phase intermétallique dite phase σ qui se développe en dessous de 820 °C (figure I.1). Les alliages à très haute teneur en chrome (Cr > 30 %) sont particulièrement sensibles à ce phénomène. Cette situation ne peut se présenter que, soit lors du refroidissement de pièces moulées présentant une très grande inertie thermique, soit lors du soudage multipasse à l'arc d'assemblages de forte section.

Le détail de la boucle γ (figure I.2), 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 α qui existe. L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase α). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases α et γ coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\alpha + \gamma$.



Figure I.2: Détail de la boucle γ du diagramme fer-chrome pour des alliages contenant environ 0,004 % de carbone et 0,002 % d'azote [3].

Une transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure I.3). Il s'agit d'une démixtion de la phase α en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase α '. Elle se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice α . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [3].



Figure I.3 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C [3].

I.2.2. Système Fe-Cr-Ni

Le nickel, de structure cubique à faces centrées, favorise l'extension du domaine austénitique (figure I.4). Il constitue avec le chrome les éléments les importants d'alliage des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques [5]. La figure I.4 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel.



Figure I.4: Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel (Influence du nickel sur l'extension de la boucle γ) [3].

Pour un alliage contenant 18 % de chrome (figure I.5), si la teneur en nickel reste inférieure à environ 2 %, la structure demeure ferritique dans tout l'intervalle de température. Au-delà d'une teneur en nickel de 2 %, on observe l'apparition d'une structure biphasée $\alpha + \gamma$ dite austénoferritique. Au-delà d'environ 4 % de nickel, le domaine d'existence de l'austénite γ s'élargit depuis la température de fusion jusqu'à environ 500 °C pour des teneurs en nickel de l'ordre de 8 à 10 % [3].



Figure I.5 : Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de chrome et à bas carbone 0,01 % (Influence de la teneur en nickel) [3].

I.3. Influence des éléments d'addition

Le Fer, le Chrome et le Nickel sont les éléments fondamentaux des aciers inoxydables. Ils sont équilibrés en fonction des conditions particulières de corrosion ou des impératifs de caractéristiques mécaniques à haute température [5].

a. Chrome (Cr)

L'avantage principal de l'ajout du Chrome aux aciers est l'amélioration de la résistance à la corrosion. La résistance est d'autant plus grande lorsque la teneur en Chrome est élevée. Les aciers inoxydables contiennent au minimum 10.5% de Chrome. La résistance à la corrosion est due à la formation d'un film passif riche en Chrome à la surface de l'acier. D'un point de vue électrochimique ceci se traduit par l'extension du domaine passif et la réduction de la vitesse de corrosion. Cependant, l'ajout du Chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de Chrome et des phases intermétalliques. Ces phases provoquent souvent la réduction de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion. Aussi, le Chrome est un élément alphagène qui stabilise la ferrite.

b. Molybdène (Mo)

Le Mo renforce l'action du chrome en conférant à l'acier inoxydable une résistance à la corrosion par piqûres. Pour une teneur en chrome d'au moins 18 %, les additions de Mo sont environ trois fois plus efficaces que les additions de chrome lorsqu'il s'agit de protéger l'acier de la corrosion par piqûres et de la corrosion caverneuse en milieu chloruré. Le Mo est alphagène. Il augmente la tendance des aciers inoxydables à former des phases intermétalliques nocives. C'est pourquoi qu'on limite habituellement sa teneur à environ 7.5 % dans les aciers austénitiques et à 4% dans les aciers duplex.

c. Nickel (Ni)

Le nickel est un élément gammagène permettant de stabiliser l'austénite, il favorise le passage de la structure cubique centrée (ferritique) de l'acier inoxydable à la structure cubique faces centrées (austénitique). Dans le cas des aciers inoxydables supermartensitiques, le nickel joue un rôle clé en étalant la zone austénitique durant le refroidissement de l'acier pour assurer la transformation martensitique. L'ajout du Nickel dans les aciers abaisse les températures AC1 et Ms retardant le début de la transformation martensitique [6].

d. Azote

L'azote est un gammagène puissant (il favorise la forme austénitique) et peut remplacer une partie du nickel dans les aciers inoxydables austénitiques. Il réduit l'énergie de défaut d'empilement et augmente le taux d'écrouissage de l'austénite. Il augmente également la résistance de l'austénite par durcissement de la solution solide. Il est usuel d'ajouter de l'azote aux aciers duplex et d'ajuster la quantité de nickel afin de réaliser l'équilibre des phases souhaitées.

I.4. Les familles des aciers inoxydables

I.4.1. Introduction

Les aciers inoxydables constituent une grande famille d'alliages métalliques qui ont tous en commun de posséder du fer et du chrome. Suivant leur teneur en chrome et les traitements métallurgiques qu'ils ont subis, ils présentent une large gamme de propriétés. Dans la suite, nous allons brièvment décrire les différentes structures d'acier inoxydable.

I.4.2. Les aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par une remontée de la température de transition $\alpha \rightarrow \gamma$ du diagramme de phases, qui fait qu'en pratique leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température de la gamme thermomécanique [7]. Cette famille d'aciers, alliée principalement à du Cr et du C, est connue pour avoir une limite d'élasticité assez élevée mais une ductilité réduite. Les propriétés à la corrosion de ces aciers sont acceptables dans des milieux dont la sévérité est faible.

I.4.3. Les aciers inoxydables martensitiques

Pour ces aciers, la teneur maximale en carbone est limitée à 1.2 %. La teneur en chrome est comprise entre 11.5 et 18 %, et ils peuvent contenir jusqu'à 6 % de nickel et jusqu'à 1.5 % de molybdène [7]. Ils sont obtenus principalement par refroidissement rapide de l'austénite. En ce qui concerne les propriétés mécaniques, ils possèdent une limite d'élasticité plus élevée que les aciers ferritiques [1].

I.4.4. Les aciers inoxydables austénitiques

En principe, les aciers inoxydables austénitiques contiennent généralement entre 0.02 et 0.10 % de carbone, 17 à 20% de chrome, 7 à 25 % de nickel et 2 à 5 % de molybdène [7]. Ils contiennent beaucoup plus d'éléments d'alliages, tels que le Ni et le Mo, ce qui les rend plus

coûteux. Ils sont très utilisés dans l'industrie chimique pour leurs grandes résistances à la corrosion et leur solubilité. D'un point de vue mécanique, ils présentent une grande ductilité, en revanche leur limite d'élasticité est plus basse que celle des aciers ferritiques et ils ne présentent pas de température de transition ductile-fragile [1].

I.4.5. Les aciers inoxydables duplex

Des alliages avec la composition en (Cr, Ni, Mo et Si) sont équilibrés pour obtenir par un traitement thermique une structure mixte constituée de ferrite (70 à 50 %) et d'austénite (30 à 50 %). Cet état confère à ces aciers d'excellentes performances comme la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion [7].

I.5. Critères de choix des aciers inoxydables

Le choix d'un acier inoxydable est basé sur une série de critères dont certains sont en relation directe avec son excellente résistance à la corrosion. Cette propriété donne au matériau inoxydable une durée de vie quasi exceptionnelle dans la très grande majorité de milieux et donc des applications. A cette propriété fondamentale, on doit ajouter les caractéristiques mécaniques (résistance mécanique, ductilité, ténacité) qui couvre une très grande plage de températures, allant des températures cryogéniques jusqu'à celles dépassant 1000 °C [3].

Le tableau I.2 donne un résumé de choix d'un acier inoxydable pour des principales situations rencontrées.

Application	Famille de nuances	Résistance à la corrosion	Caractéristiques mécaniques	Formage	Soudage
Industrie alimentaire	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-(Mo)	***	*	*	**
Ustensiles ménagers	Austénitiques : Fe-Cr-Ni	***	*	***	*
Echappement automobile	Ferritique : Fe-Cr-(Ti/Nb)	**	**	***	*
Appareils électroménagers	Austénitiques : Fe-Cr-Ni Ferritiques : Fe-Cr-Ti	**	*	***	**
Matériel de transport	Austénitiques : Fe-Cr-Ni Ferritiques : Fe-Cr	**	***	**	**

Tableau I.2 : Choix d'un acier inoxydable, en fonction des principaux critères, pour lesprincipales applications [3].

Instruments chirurgicaux	Martensitiques : Fe-Cr-(Ni-Mo)	**	***		
Industries chimiques	Austénitiques/Duplex : Fe-Cr-Ni-(Mo)	***	**	*	***
*** : très élevées					
** : élevée * : moyenne					

I.6. Traitements thermiques des aciers inoxydables

Tous les types de traitements sur les aciers inoxydables assurant une bonne résistance à la corrosion ont pour but de rendre la répartition en chrome du métal la plus homogène possible en évitant toute précipitation de phases riches en chrome [7]. Le tableau I.3 présente les principaux types de traitements thermiques pour les aciers inoxydables.

Tableau I.3 : Caractéristiques des traitements thermiques des aciers inoxydables [7].

Traitement thermique	Objectifs	Processus métallurgiques mis en œuvre
Homogénéisation	 Diminuer l'ampleur des ségrégations. Obtenir une phase homogène. 	Maintien à haute température (diffusion des éléments ségrégés, dissolution de précipités ou de phases intermétalliques).
Durcissement	Augmenter les caractéristiques mécaniques.	 Austénisation puis transformation martensitique. Durcissement secondaire par précipitation.
Adoucissement	 Augmenter la ductilité. Diminuer la fragilité. 	 Elimination des dislocations par restauration ou recristallisation. Grossissement des grains. Transformation de phases.
Détente	Eliminer les une partie des contraintes résiduelles.	 Par abaissement de la limite d'élasticité avec la température. Par relaxation des contraintes (fluage).
Traitements superficiels	Augmenter la dureté en surface	Apport d'industriels.

Désensibilisation	Supprimer la sensibilité à la	Homogénéisation de la teneur en
	corrosion intergranulaire due aux	chrome autour des carbures
	carbures de chrome.	(diffusion).

I.7. Les aciers inoxydables Duplex (austéno-ferritique)

I.7.1. Généralités

Un acier inoxydable Duplex est un alliage biphasé composé d'austénite de structure CFC et de ferrite de structure CC. La catégorie « duplex », en anglais Duplex Stainless Steels, sera réservée principalement aux aciers, au sein desquels les deux phases sont présentes en fraction volumique équivalente (près de 50% α – 50% γ).

En termes de propriétés mécaniques, les aciers duplex se trouvent entre leurs prédécesseurs monophasés ferritiques et austénitiques. Les limites d'élasticité sont élevées, presque le double de celles des austénitiques et dans certaines nuances elles peuvent atteindre des valeurs similaires aux limites d'élasticité des aciers inoxydables ferritiques. La ductilité reste satisfaisante, plus basse que celle des aciers austénitiques mais supérieure à celle des aciers monophasés ferritiques. Ce compromis peut être expliqué par la structure biphasée de l'alliage : la phase γ permet de conserver la ductilité et la ténacité du matériau tandis que le durcissement est principalement conféré par la ferrite. La résilience reste très bonne, même à basses températures, et aucune transition ductile-fragile n'est observée [1]. Le développement des aciers duplex modernes peuvent être divisés en cinq groupes :

- Lean duplex tels la nuance EN 1. 4362 (2304), sans addition de Mo ;

- Duplex standard tels l'acier EN 1.4462 (2205), un acier à toute épreuve, qui représente plus de 80% des usages ;

- Superduplex 25-26% Cr à teneur accourue en Mo et en N par comparaison avec les nuences 25% Cr usuelles (exemple : EN 1. 4410 (2507)) ;

- Hyperduplex, définis comme des aciers duplex fortement alliés.

I.7.2. Métallurgie des aciers inoxydables duplex

Le diagramme de phase ternaire Fe-Cr-Ni illustre le comportement métallurgique des aciers inoxydables duplex. Une coupe du diagramme ternaire à 68% de fer (figure I.8) montre que ces alliages se solidifient sous forme de ferrite (α), dont une partie, en fonction de la

composition de l'alliage, se transforme ensuite en austénite (γ) lorsque la température s'abaisse à environ 1000 °C (1832 °F). Aux températures inférieures, l'équilibre ferriteausténite connait peu de modifications supplémentaires. L'effet de l'augmentation de la teneur en azote apparait également sur la figure I.8. Thermodynamiquement, l'austénite se formant à partir de la ferrite, le niveau d'équilibre de l'austénite ne peut être dépassé. Mais, à mesure que le refroidissement progresse et que les températures s'abaissent, les carbures, les nitrures, la phase sigma et les autres phases intermétalliques sont autant de constituants microstructuraux susceptibles d'apparaître [6].



Figure I.8 : Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour 68 % de Fe (De petites variations de la teneur en Ni et en Cr ont une incidence importante sur les quantités d'austénite et de ferrite dans les aciers duplex) [6].

Le tableau I.4 récapitule un certain nombre de réactions de précipitation et de limites de température importantes pour les aciers duplex.

Tableau I.4 : Températures typiques des réactions de précipiotation et autres réactions caractéristiques des aciers inoxydables duplex [6].

	EN 1.4462 (2205)		EN 1.4410 (2507)	
	°C	°F	°C	°F
Plage de solidification	1470 à 1380	2680 à 2515	1450 à 1350	2640 à 2460
Température de formation de calamine (à l'air)	1000	1830	1000	1830
Formation de phase sigma	700 à 950	1300 à 1740	700 à 1000	1300 à 1830
Précipitation de carbures	450 à 800	840 à 1470	450 à 800	840 à 1470

Fragilisation à 475 $^{\circ}\mathrm{C}$ / 885 $^{\circ}\mathrm{F}$	300 à 525	575 à 980	300 à 525	575 à 980

L'équilibre des phases ferrite/austénite dans la microstructure peut être prédit au moyen d'une régression linéaire multivariable comme suit :

 $Cr_{eq} = \% Cr + 1.73 \% Si + 0.88 \% Mo$

 $Ni_{eq} = \% Ni + 24.55 \% C + 21.75 \% N + 0.4 \% Cu$

% ferrite = -
$$20.93 + 4.01 \text{ Cr}_{eq} - 5.6 \text{ Ni}_{eq} + 0.016 \text{ T}$$

Où T(en degrés Celsius) est la température de recuit, comprise entre 1050 °C et 1150 °C, et les compositions élémentaires sont exprimées en % massiques.

Lors du refroidissement, la phase sigma précipite à des températures inférieures à celles correspondant à la transformation de ferrite en austénite (figure I.9). Pour éviter cette phase sigma, il faut par conséquent maîtriser la température de recuit et veiller à ce que la trempe suive dans les meilleurs délais.



Figure I.9 : Microstructure d'un acier duplex refroidi au four à partir de 1050°C, montrant la précipitation de la phase sigma sur les joints Austénite/Ferrite [28].

I.7.3. Traitement thermique des aciers duplex

Le traitement thermique appliqué aux aciers duplex est un traitement d'hypertrempe, ce traitement à pour but d'obtenir à l'ambiante un mélange d'austénite et de ferrite sans phase intermétallique et sans précipitation, source de corrosion intergranulaire.

La décomposition de la ferrite δ est caractérisée principalement par la précipitation de la phase σ , des carbures de chrome de types M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, de la phase χ et de l'austénite secondaire γ_2 . Le diagramme de la figure I.10 récapitule les différents précipités qui peuvent se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de températures [4].





I.8. Les aciers inoxydables supermartensitiques

I.8.1. Généralités

Cette catégorie d'acier inoxydable dite supermartensitique permet de jumeler une bonne soudabilité à une bonne résistance mécanique tout en maintenant une excellente résistance à la corrosion. Ce nom a été attribué à cause de leur microstructure majoritairement composée de martensite (M ou α ') dite adiabatique. Sa formation ne dépend que de la température atteinte sous la température de début de transformation martensitique (Ms) et non de la vitesse de refroidissement obtenue pour arriver à Ms [8]. La martensite dans les aciers martensitiques conventionnels n'est pas adiabatique, donc c'est la grande différence avec les aciers supermartensitiques. Les aciers supermartensitiques contiennent beaucoup d'éléments d'alliages dont l'effet est d'abaisser Ms [9]. Essentiellement, les aciers inoxydables supermartensitiques sont des aciers à base de chrome (Cr), de nickel (Ni) et de molybdène (Mo) ayant une faible concentration de carbone (C). En plus de ces principaux éléments, ces aciers possèdent une teneur importante et contrôlée en silicium (Si), en cuivre (Cu), en titane (Ti), en manganèse (Mn) et en azote (N) [10].

Lorsque 1' on évalue la microstructure des aciers en fonction des cycles thermiques, il est primordial de comprendre le début, la progression et la fin de la transformation de phase. Les principales phases et constituants issus de la décomposition au refroidissement des aciers sont l'austénite (γ), la ferrite (α), la perlite (P), la bainite (B) et/ou la martensite (M).

a. La martensite

La transformation martensitique des aciers supermartensitiques se fait sans diffusion du carbone et ne dépend pas du temps. À la figure I.11, la formation de la martensite est schématisée au travers de deux réseaux C.F.C de l'austénite au départ de la transformation martensitique. Lors du refroidissement de l'austénite, qui possède un réseau cubique à face centrée (CFC), celle-ci se transforme en martensite en un réseau quadratique centré (Figure 1b) avec une distorsion créée par la sursaturation du carbone. Le volume de la martensite est plus élevé que celui de 1' austénite puisque sa densité est plus faible. Ce changement de densité est le résultat d'un retour à l'équilibre thermodynamique de la transformation allotropique de l'austénite. L'emprisonnement du carbone dans la structure quadratique de la martensite diminue le mouvement des dislocations, ce qui rend la martensite plus dure que l'austénite.



Figure I.11 : Modèle de Bain démontrant la transformation γ→ M; a) formation d'un réseau quadratique centré de la martensite à partir de deux réseaux d'austénite cubiques faces centrées imbriqués; b) Maille de martensite seule [8].

Ce changement de structure et de densité s'accompagne d'un cisaillement de l'austénite et d'une augmentation de volume normale au plan cohérent. Conséquemment, l'augmentation de volume s'accompagne de contraintes internes qui s'opposent à la poursuite de la transformation du réseau. La figure I.12 schématise la progression de la formation de martensite à travers un grain d'austénite primaire.



Figure I.12 : Progression de la formation de lamelles de martensite dans un grain d'austénite primaire [8].

b. L'austénite résiduelle

Dans la structure finale d'un acier martensitique, il est courant qu'il y ait présence d'austénite résiduelle ($\gamma_{rés}$). Elle peut se former lors de la solidification de coulée, à la fin du refroidissement d'un traitement thermique d'austénitisation ou lors du traitement thermique de revenu. Puisque pour les aciers supermartensitiques la température de début de transformation martensitique (*Ms*) est basse et que certains grains d'austénite sont enrichis d'éléments d'alliage favorisant la stabilité de ceux-ci, il est très probable qu'après austénitisation il y ait de l'austénite résiduelle.

Pour améliorer la ténacité des joints soudés en augmentant la présence d'austénite résiduelle, il faut réaliser un double traitement de revenu. Après le traitement d'austénitisation, la microstructure est composée de martensite non revenue identifiée par M1 à la figure I.13.a et peut aussi avoir une faible proportion d'austénite résiduelle. Ensuite, le premier traitement de revenu est réalisé légèrement au-dessus de la température de début de transformation de phase austénitique (Ac1). Alors, la martensite non revenue (M1) s'est transformée en partie de nouveau en austénite lors du maintien en température, que l'on appellera austénite de réversion ($\gamma_{rév}$). Donc durant le traitement, la microstructure est composée d'austénite de réversion ($\gamma_{rév}$), de martensite non revenue (M1) et d'une faible proportion d'austénite résiduelle ($\gamma_{rév}$) qui s'enrichie d'éléments gammagènes (Figure I.13.b). Le deuxième revenu est effectué à une température légèrement plus basse qu'Ac1 où les éléments gammagènes diffusent encore vers l'austénite résiduelle déjà présente.



Figure I.13 : Schéma du raffinement d'une structure contenant de la martensite et de l'austénite résiduelle après deux traitements thermiques de revenu; a) M1 après austénitisation; b) formation γ_{rév} et présence de M1 lors du premier revenu; c) refroidissement du premier revenu; d) refroidissement du deuxième revenu (M1: martensite non revenue; Mr: martensite revenue; γ_{rév}: austénite de réversion et γ_{rév}: austénite résiduelle) [8].

c. La ferrite

Cette phase est généralement absente et non souhaitée dans la microstructure des aciers supermartensitiques. Elle abaisse la résistance mécanique du matériau. Avec une teneur de 13%Cr, un niveau assez élevé d'éléments gammagènes tel le Ni est requis pour contrer sa formation lors d'un refroidissement à l'équilibre. Cependant, pour différentes vitesses de refroidissement suite au chauffage dans la zone de ferrite, que la ferrite n'arrivait pas parfois à se transformer en austénite et ce même pour les aciers duplex et austénitiques. Les études ont démontré qu'avec une vitesse de refroidissement rapide, la température de début de transformation ferrite $\delta \sim \gamma$ est abaissée et la diffusion complète des éléments de substitution nécessaire à la dissolution de la ferrite δ est trop lente pour se réaliser à cette vitesse de refroidissement. Lorsque la phase ferritique est soumise à des cycles thermiques rapides comme au soudage, elle peut ainsi se former en petite quantité près de la zone du métal en fusion [8].

I.8.2. Traitement thermique des aciers supermartensitiques

C'est dans l'intervalle de température de 300 à 550 °C que le risque de sensibilisation est maximal. En effet, on observe la précipitation des carbures : Fe₃C, Cr₂C et surtout $M_{23}C_6$ à partir de 500 °C. Un traitement thermique à une température supérieure à 700 °C restaure la résistance à la corrosion intergranulaire [4].

Chapitre II : Métallurgie de soudage des aciers inoxydables

II.1. Introduction

La majorité des assemblages indémontables sont effectués par des procédés de soudage. Ces procédés assurent la continuité des pièces à assembler contrairement au rivetage, collage ou boulonnage qui présentent des discontinuités physiques ou chimiques [11].

II.2. Définition du soudage

Le soudage est une opération qui consiste à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler ; soit par chauffage, soit par intervention de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans métal d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base [12].

II.3. Procédés de soudage des aciers inoxydable

Il existe de nombreuses classifications des procédés de soudage applicable aux aciers inoxydable tels que : soudage à l'arc avec électrode enrobée, sous flux, MIG, TIG, soudage au plasma, soudage par faisceaux d'électrons et par faisceaux laser **[13]**.

Les procédés les plus utilisés pour le soudage des aciers inoxydables ayant d'excellents résultats sont : le soudage à l'arc avec électrode enrobée et le soudage TIG (Tungsten Inert Gaz).

II.3.1. Procédé à arc avec électrode enrobée

Ce procédé est à la fois rapide et d'une bonne souplesse d'utilisation avec toutes les nuances d'aciers inoxydables. L'électrode enrobée est constituée par une âme métallique centrale autour de laquelle est disposé concentriquement l'enrobage. Généralement, l'âme est constituée par un fil plein en acier inoxydable, qui permet de conduire le courant, apporte le métal, forme le cordon et comporte les éléments d'alliages qui doivent assurer une grande part des caractéristiques désirées de la soudure. L'enrobage des électrodes contient des oxydes complexes, des fondants et des carbonates intimement mélangés puis agglomérés à l'acide de silicate alcalin par dissociation à haute température des carbonates, il est possible de générer une protection gazeuse tandis que les oxydes sous forme d'un laitier participent aux réactions d'affinage du bain de fusion. Le principe de procédé est illustré dans la Figure II.1.



Figure II.1 : Principe du soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée [13].

Le rôle d'enrobage dans ce procédé est :

- Protège le métal fondu du contact de l'acier et évite l'oxydation du chrome ;
- Contribue à la bonne qualité métallurgique du joint et à sa résistance à la corrosion ;
- Contribue à la stabilisation de l'arc [14].

II.3.2. Procédé TIG (Tungsten Inert Gaz)

Le soudage TIG est un procédé qui fond et joint des métaux en les chauffant avec un arc établi entre une électrode non-consommable de tungstène et les métaux à souder (figure II.2). Il est souvent utilisé pour le soudage de tubes et de tôles de faible épaisseur, il est également utilisé dans les premières passes des structures de forte épaisseur. Le soudage TIG assure l'intégrité de la zone fondue par sa protection gazeuse. L'absence de transfert de métal dans l'arc assure un comportement d'arc et de bain très stable garantissant des qualités de cordons optimales, lisses en endroit et en envers, exempts de défauts tels que les caniveaux, les morsures ou les projections de métal [15,16].



Figure II.2 : Principe du soudage manuel à l'arc électrique

avec électrode réfractaire (TIG) [13].

Dans le cas du soudage de tubes d'acier inoxydable duplex, le gaz destiné à la protection de l'intérieur des tubes soudés d'un seul coté peut être soit de l'argon pur (Ar 99,99%) soit de l'azote de haute pureté (99,99%). Il convient toutefois de se prémunir contre la présence d'Hydrogène qui peut provoquer une fragilisation à froid du joint soudé [16].

II.4. Soudabilité des aciers inoxydables

II.4.1. Définition de la soudabilité

Un matériau est soudable à un degré donné, par un procédé et pour un type d'application donnés, lorsqu'il se prête, moyennant les précautions correspondant à ce degré, à la réalisation d'une construction entre les éléments de laquelle il est possible d'établir la continuité métallique par la constitution des joints soudés qui, par leurs propriétés locales et les conséquences globales de leur présence, satisfont aux caractéristiques requises et choisies comme bases de jugement [17].

II.4.2. Phénomènes thermiques et effets métallurgiques

Le cycle thermique lié au soudage se décompose en 3 stades principaux :

- échauffement en phase solide ;

- fusion ;

- refroidissement.

II.4.2.1. Echauffement en phase solide

Il se traduit par les transformations métallurgiques suivantes :

a. La suppression des états hors d'équilibre

Les aciers écrouis subissent une recristallisation, les aciers trempés un revenu. Les aciers trempés revenus sont sujets aux phénomènes de vieillissement (précipitations de carbures).

b. L'austénisation

L'austénisation à des températures élevées peut provoquer une surchauffe, c'est-à-dire un grossissement de grain qui agira ultérieurement sur l'aspect final de la structure.

II.4.2.2. Fusion

Dans le bain de fusion, deux aspects essentiels sont à considérer :

a. Evolution de la composition chimique

L'évolution de la composition chimique résulte de la volatisation de certains éléments, d'oxydation, (formation de soufflures ...) de réactions avec le milieu ambiant (formation de phosphures de fer, de sulfures...).

b. Phénomène de dilution

La dilution consiste en un mélange du métal de base avec la zone fondue, et entraîne des variations de composition chimique selon la nature du métal d'apport employé.

II.4.2.3. Refroidissement

Dans la zone fondue, le refroidissement conduit à une structure de solidification orientée dans le sens de l'écoulement de la chaleur (dendrites). A proximité de la zone fondue, le métal

de base est le siège de transformations structurales qui selon la vitesse de refroidissement et la composition chimique conduisent à des structures d'équilibre (retour à la structure cristalline du métal de base) ou hors d'équilibre (apparition de cristaux aux propriétés différentes).

II.4.3. Phénomènes thermiques et effets mécaniques

Une autre conséquence de l'application de cycles thermiques réside dans les déformations et les contraintes internes. Les déformations sont dues à la différence de dilatation entre le métal chaud et le métal refroidi. Cette dilatation, ou retrait, est directement proportionnel au coefficient de dilatation du matériau.

Le cycle thermique du soudage entraîne donc des modifications locales de deux sortes :

- Changement de structure, de composition chimique : ces changements modifient fondamentalement les propriétés mécaniques.

- Apparition de contraintes résiduelles.

On peut délimiter alors trois zones :

- la zone fondue ;
- la zone affectée thermiquement (Z.A.T) ;
- le métal de base, sans modification [18].

II.4.4. Soudabilité des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex sont généralement caractérisés par une bonne soudabilité. Les nuances commerciales courantes ayant une basses teneur en carbone (moins de 0,03 % en poids), de ce fait essentiellement une élimination du risque de sensibilisation à la corrosion intergranulaire due à la précipitation des carbures de chrome. Le métal de base et les métaux d'apport ayant également une basse teneure en soufre et en phosphore (moins de 0,03 % en poids), ce qui, combiné au mode de solidification ferritique, réduit la probabilité de fissuration pendant la solidification (fissuration à chaud).

La résistance à la fissuration par Hydrogène (fissuration à froid) est également bonne ce qui est due à la solubilité élevée d'hydrogène dans l'austénite et le haut pourcentage d'austénite dans la matrice [19].

Généralement les aciers inoxydables, se solidifient en ferrite (phase δ) et subissent une transformation partielle en austénite au cours du refroidissement.

De ce fait, en plus de la dépendance de l'équilibrage entre les éléments alphagènes et gammagènes, la structure à l'état brute de soudage va aussi dépendre du cycle thermique de l'assemblage :

Les cycles thermiques rapides conduisent à une forte proportion de ferrite dans le joint soudé ce qui a pour effet de détériorer les caractéristiques de résilience.

 \blacktriangleright Les cycles thermiques lents favorisent la formation d'austénite au refroidissement, mais ils provoquent aussi la précipitation des nitrures et la formation des composés intermétalliques (phase σ ...) dont les effets sur la résilience et la résistance à la corrosion sont extrêmement néfastes.

Généralement, pour éviter ces phénomènes, il faudra conserver l'énergie de soudage entre 8 et 18 Kj/cm et prendre soin de contrôler la température d'interpasses pour la maintenir en dessous de 100 à 120 °c **[20]**.

a. Solidification et structure des soudures duplex

Le mode de solidification et de refroidissement influent sur les propriétés de soudages des métaux. La microstructure du métal soudé et celle du métal de base est différente.

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se font suivant le mode épitaxie à partir du métal de base aux joints fusionnés, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique.

La formation de l'austénite débute initialement sur des sites intergranulaires, ensuite, elle est suivie par la formation de l'austénite de type Widmanstatten.

Etant donné que la germination de l'austénite a lieu dans les joints de grains, une petite taille des grains ferritiques engendrent des taux d'austénite élevés. Généralement, le taux de ferrite dans le métal fondu dépend de la composition chimique et des vitesses de refroidissement, pour des vitesses de refroidissement lentes on aura la formation de plus d'austénite, par contre, pour des vitesses rapides on aura la formation de peu d'austénite [21].

La figure II.3 présentée ci-dessous récapitule les différentes zones dans un joint soudé austénoferritique. L'étendue de ces zones dépend fortement des paramètres de soudage et des procédés utilisés.



Figure II.3 : Différentes zones d'un joint soudé duplex (austénoferritique) [22].

Les transformations microstructurales qui se produisent au cours du soudage par fusion des aciers inoxydables duplex sont complexes et dépendent de la composition du matériau et aussi du cycle thermique du soudage.

Durant cette opération, la zone affectée thermiquement est chauffée à haute température en provoquant la transformation de l'austénite à la ferrite et à la croissance du grain ferritique (δ), à cet effet, l'acier devient totalement ferritique, mais au refroidissement apparaît la phase austénitique. La transformation $\gamma \rightarrow \delta$ est très dominante dans cette zone durant les deux cycles de soudage chauffage et refroidissement [20, 23].

La zone affectée thermiquement peut être le siège d'une précipitation de carbures de chrome à une certaine distance de la zone fondue. Car les températures atteintes au cours du soudage et la vitesse de refroidissement le permettent. D'autres transformations de phases qui se produisent dans les aciers inoxydables duplex, parmi lesquelles, on cite : la précipitation des nitrures de chrome (Cr₂N) dans la matrice ferritique et la précipitation des composés intermétallique (phase σ , phase χ , phase π et la phase R), ainsi que, la précipitation de l'austénite secondaire dans la ferrite [**21, 23**].

b. La zone fondue

Pendant la solidification de l'acier duplex notamment du métal fondu des soudures, il se forme une structure presque entièrement ferritique, en poursuivant le refroidissement de la phase austénitique est amorcé aux joints des grains ferritiques.

La transformation s'effectue selon la séquence suivante :

 $LIQUIDE \rightarrow LIQUIDE + FERRITE \rightarrow FERRITE \rightarrow FERRITE + AUSTENITE$

En effet, la solidification de la ferrite implique la croissance épitaxiale à partir du métal de base aux joins fusionnés. La croissance de la dendrite initiale est orientée selon le gradient thermique. La précipitation de l'austénite dépend de la composition de métal soudé, sa formation initiale se produit intergranulairement. La précipitation de l'austénite est un processus de nucléation et de croissance contrôlée par la diffusion.

Ainsi la vitesse de refroidissement est d'une importance majeur dans la détermination de cette transformation. Pour des vitesses de refroidissement lentes on aura la formation de plus d'austénite et pour des vitesses de refroidissement rapides on aura la formation de peu d'austénite. Cependant, comme la nucléation est facilitée aux joints de grains, une taille petite des grains de ferrite, en principe, favorise des quantités d'austénite élevées.

c. La zone affectée thermiquement

Le cycle thermique de la Z.A.T dans la zone juste à coté de la zone de fusion peut être divisé en trois régions distinctes pour comprendre les phénomènes qui se produisent dans la zone affectée thermiquement (Figure II.4). On distingue :

Région 1 : transformation de l'austénite en ferrite et dissolution des précipités ;

Région 2 : structure entièrement ferritique et croissance de grains ;

Région 3 : reformation de l'austénite et réaction de précipitation (carbure et nitrure).

Dans la région 1, le métal est chauffé jusqu'aux températures approchant de la température du liquidus. A ce niveau, l'austénite commence à se transformer en ferrite via le processus de diffusion contrôlé jusqu'à ce que la structure soit entièrement ferritique. A cette même température, la plupart des précipités (carbure nitrure) résultant des traitements thermomécanique commencent à se dissoudre.

Dans la seconde région, la structure devient entièrement ferritique, plus on s'attarde dans cette zone et plus la croissance des grains sera prononcée.

Pendant le refroidissement dans la troisième région, il y a la germination et la croissance des grains austénitiques, en plus le refroidissement des précipités. La transformation (ferrite \rightarrow austénite) pour un alliage donné est contrôlée par la vitesse de refroidissement, la zone affectée thermiquement aura une structure principalement ferritique. Même remarque pour les précipités, ils sont plus prononcés aux cinétiques de refroidissement importantes [2,24].



Figure II.4 : Cycle thermique de la zone affectée thermiquement près de la ligne de

fusion d'un acier inoxydable duplex [2].
II.4.5. Soudabilité des aciers inoxydables supermartensitiques

Du fait de leur teneur en chrome élevé (>= 13 %), ces aciers possèdent une très grande trempabilité et nécessitent donc, sur le plan du soudage, de prendre les précautions qui s'imposent pour tous les aciers alliés afin de limiter les risques de fissuration à froid.

Ces fissures qui se forment à basse température (< 200 °C) résultent de l'association de trois phénomènes:

- L'apparition d'une microstructure peu ductile (martensite) qui d'une manière générale dépend d'une part de la trempabilité du métal et d'autre part du cycle thermique de soudage mais la très grande trempabilité de ces aciers fait que l'on ne pourra pas éviter la transformation martensitique en jouant sur le cycle thermique.

- La présence d'hydrogène dans le métal fondu dont une partie va d'ailleurs diffuser dans la zone affectée thermiquement : la quantité d'hydrogène introduite dépend de la nature des produits de soudage mais aussi de leurs conditions de préparation avant emploi (humidité) et de la propreté du joint (graisse, humidité).

- L'existence de contraintes qui s'appliquent sur le joint, ces contraintes pouvant être d'origine interne (gradient thermique, transformations au refroidissement) ou externe (bridage).

Pour limiter les risques de fissuration à froid, on devra donc :

- Limiter l'introduction d'hydrogène dans le métal fondu par un choix judicieux des produits de soudage (électrodes basiques, flux à bas d'Hydrogène diffusible, gaz de protection exempt d'hydrogène).

- Sélectionner des conditions de soudage conduisant à un cycle thermique lent afin d'adoucir la structure martensitique en permettant un auto revenu et d'éliminer durant le refroidissement une proportion notable de l'hydrogène introduit dans le bain liquide ; Il faudra donc si possible, utiliser une forte énergie de soudage et toujours préchauffer l'assemblage, le préchauffage permettant de diminuer les contraintes internes en plus de ralentir le cycle thermique.

- Effectuer un post chauffage afin d'éliminer l'hydrogène encore présent en prenant soin de ne pas laisser refroidir la pièce entre la fin du soudage et le post chauffage (si on laisse refroidir la pièce avant d'avoir éliminé l'hydrogène, des fissures peuvent se former ce qui rendrait tout post chauffage ultérieur totalement inutile).

- Eviter tout bridage superflu [25].

II.4.5.1. La zone fondue (ZF)

La zone de fusion de l'acier inoxydable martensitique avec un pourcentage de Cr de 11 à 14 % en poids et 0,1 à 0,25 % de C en poids, se solidifient comme ferrite δ . La ségrégation de C et d'autres éléments d'alliage pendant la solidification peut dans certains cas avoir comme conséquence la formation d'austénite, ou un mélange de ferrite et d'austénite.

Quand le métal fondu se transforme à l'état solide, l'austénite se consomme en ferrite, conduisant ainsi à une structure austénitique en dessous de 1100°C, cette dernière se transformera en martensite après un refroidissement plus ou moins rapide. La figure **II.6** représente la microstructure de cette séquence de transformation [2].



 $L \rightarrow L + F_P \rightarrow F_P \rightarrow F_P + A \rightarrow A \rightarrow martensite$

Figure II.5 : Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation complète en

martensite [2].

Avec :

F _P : ferrite primaire	F _e : ferrite eutectique	A : austénite
M _s : début de la transforma	tion martensitique	M : martensite
M_f : fin de la transformatio	n martensitique	L : liquide

• Mode de transformation 2 (deux phases : martensite + ferrite eutectique)

$$L \rightarrow L + F_{P} + (A + F_{e}) \rightarrow F_{P} + A + Fe \rightarrow A + F_{e} \rightarrow M + F_{e}$$

S'il y'a quelque ferrite qui se forme à la fin de la solidification ça veut dire qu'elle est riche en éléments alphagènes (particulièrement le chrome et le molybdène), cette dernière ne se transforme pas en austénite lors du refroidissement en dessous des températures de solidification. La quantité de ferrite formée dépend de la proportion des éléments alphagènes et gammagénes. La figure II.6 est représentative d'un tel cas [2].



Figure II.6 : Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation en martensite

et ferrite eutectique [2].

• Mode de transformation 3 (deux phase : martensite + ferrite primaire)

$$L \rightarrow \ L + F_P \rightarrow F_P + A + F_P \rightarrow M + F_P$$

Il se peut qu'une partie de la ferrite primaire ne se transforme pas en austénite aux hautes températures, donc on la retrouve dans la structure finale après refroidissement [2].

II.4.5.2. La zone affectée thermiquement ZAT

L'effet de soudage sur la zone affectée thermiquement dans les aciers inoxydables supermartensitiques est un aspect important de la soudabilité de ces aciers. La structure de la ZAT, obtenue après soudage, reste majoritairement martensitique. Suivant le gradient de température et la vitesse de refroidissement (mode opératoire de soudage) certaines phases peuvent émerger au niveau de la ZAT. Ce fait est confirmé par plusieurs recherches faisant référence à la formation d'austénite et de ferrite δ dans la ZAT des aciers inoxydables supermartensitiques.

II.4.6. Contrôle de ferrite dans les joints soudés

Le problème essentiel pour maîtriser la soudabilité de l'acier est le contrôle de la teneur en ferrite du joint soudé (zone fondue, zone affectée thermiquement) **[26]**. Lors de l'opération de soudage, on assiste à une augmentation importante de taux de ferrite dans la zone fondue et la zone affectée thermiquement. Cela est dû au cycle thermique de soudage **[21]**.

La possibilité de déterminer la teneur en ferrite que l'on va trouver à l'état brut de soudage et ce à la température ambiante est très essentielle. Cela est rendu possible grâce à un certain nombre de techniques :

- La ferritoscopie qui utilise la propriété de ferromagnétisme de la ferrite ;
- L'exploitation des logiciels d'analyse quantitative des structures métalliques ;

- L'exploitation des représentations graphiques connues sous le nom de « **diagramme de constitution** », ces diagrammes ont été développés durant les années, afin de prédire avec précision la quantité de ferrite dans le soudage des aciers inoxydables [26]. Parmi ces diagrammes, on cite :

Le diagramme de Schaeffler

Le diagramme de Schaeffler permet :

- De choisir un métal d'apport adapté, garant de bonnes qualités métallurgiques ;
- D'apprécier la structure de la zone fondue ;
- D'appréhender les différents risques métallurgiques lors d'un assemblage soudé.

a. Caractéristiques métallurgiques

Dans le cas des aciers duplex, la structure est insensible à la fissuration à chaud, la résistance à la corrosion intergranulaire est bonne pour les nuances à bas carbone, la ténacité et la ductilité sont excellentes.

Dans le cas des aciers supermartensitiques, la structure est sensible à la fissuration en dessous de 400 °C, la dureté et la résistance à la rupture sont élevées, la ténacité est bonne, la ductilité est faible, sauf pour les nuances à bas carbone.

b. Zones à risques métallurgiques



Figure II.7 : Les différentes zones à risques métallurgiques [27].

Afin d'éviter les risques métallurgiques, la structure du joint soudé doit être :

- Dans une zone d'austénite + 5 à 10% de ferrite avec un $Cr_{eq}\,{<}\,25$;
- Dans la zone idéale (Figure II.8).



Figure II.8: Diagramme de schaeffler [27].

Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

III.1. Introduction

Nous rappelons que le but de notre travail est d'étudier l'influence des paramètres des traitements thermiques, la température et la vitesse de refroidissement, sur le comportement structural et mécanique d'une soudure hétérogène. Pour cela, nous avons préparé des échantillons pour faire des traitements thermiques à différentes températures et dans différents milieux de refroidissement.

III.2. Présentation de la soudure étudiée

Dans notre cas il s'agit d'un soudage hétérogène. Nous avons rassemblé deux tubes de métaux de base différents, l'un étant un acier inoxydable duplex et l'autre est un acier inoxydable supermartensitique. Le métal d'apport est un acier duplex.

III.2.1. Matériaux de base

III.2.1.1. Métal de base N° 1

La composition chimique du métal de base N° 1 du tube en acier supermartensitique est donnée dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acier inoxydable supermartensitique.

Les éléments	Mn	Р	S	Ni	Cr	Мо	N	Nb	Si	В	Al	Ti	Cu	С
Taux en %	1	O.02	0.005	7	13	2.5	0.01	0.05	0.45	0.0005	0.055	0.15	0.25	0.015

III.2.1.2. Métal de base N° 2

La composition chimique du métal de base N° 2 du tube en acier duplex (Austénoferritique) est donnée dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : Composition chimique en pourcentage massique de l'acierinoxydable duplex A790 GR selon l'ASTM.

Les éléments	C	Si	Mn	Ni	Мо	Cr	Р	S	Cu	Ν
% massique	0.03	1.00	2.00	4.5-6.5	2.5-3.5	21-23	0.03	0.02	-	0.08-0.2

III.2.2. Métal d'apport

La composition chimique du métal d'apport est donnée dans le tableau III.3. Cette composition chimique correspond aux aciers inoxydables duplex 2209 à cause de leurs hautes teneurs en éléments Chrome et Nickel.

Tableau III.3 : Composition chimique en pourcentage massique du métal d'apport.

Les	W	Cu	С	Ni	Cr	Мо	Si	Ν
éléments								
%	2	0.5	0.02	6.7	25.1	3.5	0.4	0.3
massique								

III.3. L'opération de soudage

L'assemblage des deux tubes a été réalisé par l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (GTP). Le procédé de soudage utilisé est le TIG (Tungsten Inert Gas).

La préparation des bords des deux tubes à assembler est nécessaire par un chanfrein en « V » avant l'exécution de l'opération de soudage en abattant les arêtes des deux tubes afin d'obtenir une bonne pénétration et pour permettre une fusion calme et sans surchauffe des bords (Figure III.1).



Figure III.1 : Géométrie du chanfrein en V.

Les dimensions du chanfrein dépendent de la géométrie et de la nature métallurgique de la zone à souder et de la procédure de soudage utilisé.

III.4. Traitement thermique

Après la réalisation des soudures, nous avons découpés des échantillons sous formes de parallélépipèdes. Ces échantillons ont subi un traitement thermique dans un four à résistance électrique pendant une heure en choisissant trois températures (1045 °C, 1190 °C, 1265 °C), dans deux milieux de refroidissement différents : l'eau et l'air.

III.5. Caractérisation métallographique

La caractérisation métallographique nous permet de déterminer la structure du métal, la taille et la forme des grains ainsi que la répartition des phases. Pour cela, le polissage mécanique et l'attaque aux réactifs chimiques sont les principales étapes de notre préparation métallographique

III.5.1. Préparation des échantillons pour la métallographie

III.5.1.1. Polissage

Les échantillons ont subi une préparation mécanique avec une polisseuse fonctionnant sous eau pour réduire les frottements et éviter les échauffements. Les étapes de cette préparation sont les suivantes :

- Un polissage grossier sur des papiers abrasifs jusqu'au papier 2400 pour éliminer les couches d'attaque et rendre la surface miroir ;

- Un polissage de finition à l'alumine $(0.3 \,\mu m)$ sur du papier de feutre.

Les échantillons subissent une rotation de 90° à chaque changement du papier pour effacer les raies précédentes de polissage. Ce travail a été réalisé au niveau du Département de Métallurgie à l'Ecole Nationale Polytechnique.

III.5.1.2. Attaque aux réactifs chimiques

Pour distinguer les joints de grains et les différentes phases présentes, deux attaques différentes ont été utilisées, l'une est chimique et l'autre est électrolytique au KOH.

III.5.1.2.1. L'attaque chimique « Glyceregia »

Nous avons utilisé un réactif à l'eau régale glycérinée dont la constitution est de : 10 ml HNO3 14N (densité 1.40), 20-50 ml HCL 12 N (densité 1.18) et 30ml de glycérol. L'utilisation de ce réactif permet la révélation des grains de ferrite et d'austénite et leurs interfaces, les joints des macles et la phase sigma. Cette attaque est réalisée à la température ambiante avec des durées allant de 30 s à 5 mn.

III.5.1.2.2. L'attaque électrolytique au KOH

Cette attaque est réalisée à l'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 10 N. L'attaque est faite à température ambiante avec des durées allant de 5 à 30s sous une tension de 3V, elle révèle de différentes couleurs la phase σ , la ferrite, les carbures de chrome et l'austénite.

L'appareillage utilisé pour cette attaque se compose d'un Becher de 1 à 2 litres contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à une distance de 3 centimètres de la cathode en acier inoxydable. Les électrodes sont reliées à une alimentation en courant continue qui débite une tension réglée (Figure III.2).



Figure III.2 : Dispositif d'attaque électrolytique.

Après l'attaque aux réactifs les échantillons doivent être nettoyés en utilisant le bac à ultrasons pour assurer un nettoyage en profondeur puis séchés sous un courant d'air sec et chaud.

III.5.2. Examen macrographique

L'examen macrographique permet de révéler la structure métallographique des échantillons pour définir le nombre de passes réalisées, la disposition des passes et la géométrie des cordons de soudures (figure III.3).



Figure III.3 : Exemple d'un examen macrographique.

III.5.3. Examen au microscope optique

L'examen au microscope optique a pour but de caractériser la structure des échantillons. Il a été réalisé à l'aide d'un microscope optique équipé d'un appareil photo numérique avec un logiciel d'acquisition et de traitement d'image. Les micrographies ont été prises avec différents grossissements (x100, x200, x500) dont le but est d'avoir plus de détails.

III.5.4. Examen au microscope électronique à balayage

Pour affiner l'investigation des microstructures et confirmer les résultats de l'effet des traitements thermiques obtenus par le microscope optique, on a utilisé le Microscope Electronique à Balayage (MEB).

III.5.5. Utilisation de la technique d'analyse d'images pour la quantification des taux de phases

Le but de cette technique est de déterminer à partir des micrographies le taux des différentes phases mises en évidence dans la structure. Les différentes étapes de l'analyse d'image sont :

III.5.5.1. Acquisition des images

Les images des micrographies ont été prises par la caméra du microscope optique.



Figure III.4 : Exemple d'une image micrographique G= 200.

III.5.5.2. Transformation de l'image micrographique en image binaire

Cette étape consiste à donner la valeur 1 (noir) aux structures qui vérifient les critères sélectionnés et 0 (blanc) aux autres. Dans notre cas on a utilisé l'image J pour transformer les images micrographiques en images binaires (figure III.5).



Figure III.5: Exemple de transformation de l'image micrographique en image binaire.



Figure III.6: Exemple de calcul du taux de ferrite à l'aide d'image J.

III.6. Calcul du taux de dilution

Lors de l'opération du soudage, une partie des métaux de base est fusionnée par la source de chaleur et se mélange au métal disposé pour former la zone fondue (Figure III.7). La détermination du taux de dilution est primordiale lors de l'assemblage par soudage de matériaux dissemblables afin de sélectionner le type de métal d'apport pour optimiser la soudabilité métallurgique des joints à partir du diagramme de Schaeffler.



Figure III.7 : Taux de dilution.

En rapport de la surface, cela donne :

$$d\% = \frac{SA + SB}{SA + SB + SMA} x \ 100$$

III.7. Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant l'identification des phases cristallines et le suivi de leur transformation lors d'un traitement thermiques que subit le métal.

III.7.1. Production des rayons X pour la diffraction

L'ensemble des spectres de diffraction a été établi à l'aide d'un diffractomètre de marque « D8 ADVENCE BRUKER » au niveau de l'université de Biskra (figure III.8). Les mesures sont réalisées par un pas de 0.03 ° et un temps de 0.7 s pour chaque pas.

Le principe de la production des rayons X est basé sur l'arrachement des électrons à un filament de tungstène chauffé électriquement sont accélérés sous l'effet d'un champ électrique intense (tension de 50 kV) pour bombarder une anode (ou anticathode) faite de matériaux différents selon les applications visées (figure III.9). Dans notre cas, l'anode est en cuivre, qui produit des rayons X de longueur d'onde $\lambda = 1,54$ Å.





Figure III.8 : Difractogramètre de marque « D8 ADVENCE BRUKER ».



III.7.2. Diffraction des rayons X

Le métal peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules), appelés nœuds, repérés par des disques noirs sur la figure III.10. Le schéma représente une coupe de *plans réticulaires* passant par les centres de ces éléments, espacés d'une distance *d*. L'angle θ (angle *de Bragg*) détermine l'incidence d'un faisceau parallèle de rayons X sur ces plans réticulaires. Les directions dans lesquelles les interférences sont constructives, appelées « pics de diffraction », peuvent être déterminées très simplement par la formule suivante, dite loi de Bragg :

$$2d\sin\theta = n\cdot\lambda$$

Avec :

d = distance interréticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallographiques ;

 θ = demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur);

n =ordre de la diffraction (nombre entier) ;

 $\lambda =$ longueur d'onde des rayons X.



Figure III.10 : Diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires selon la loi de Bragg.

III.7.3. Indentification des pics des diffractogrammes

Le logiciel utilisé pour identifier les pics des différents diffractogrammes de nos échantillons s'appelle « X'pert high score ». L'identification des plans réticulaires (hkl) se fait par l'extraction des angles auxquelles les pics apparaissent et à partir de la loi de Bragg (2 d $\sin\theta = n$. λ) on calcule la distance entre les plans réticulaires. Une fois les distances d_{iki} des raies ont été calculées on passe au calcul des rapports (d₀²/di²).

Dans le cas d'un système cubique centré, les seules réflexions possibles sont celles pour lesquelles la somme h+k+l est paire ; la succession des raies est du centre vers l'extérieur : 110-220-211......

Dans le cas du système cubique a faces centrées, les réflexions possibles sont celles pour lesquelles hkl sont tous de même parité; la succession des raines est donc 111-200-220.

III.8. Essai de microdureté Vickers

La dureté est l'une des propriétés mécaniques qui caractérisent les matériaux. Elle exprime la résistance d'un matériau soumis à une déformation plastique localisée. L'essai consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui F donnée. La dureté est mesurée par rapport aux dimensions des empreintes laissées par le pénétrateur sur la surface du matériau contrôlé.

Dans le cas de la dureté Vickers le pénétrateur a la forme d'une pyramide droite à base carrée et d'angle de 136° au sommet. La charge de l'essai est de 1 Kgf. Cette charge est appliquée d'une manière progressive et constante jusqu'à ce que la charge choisie soit atteinte, elle est ainsi maintenue pour une période de temps variant entre 10 et 15 s (figure III.11).



Figure III.11 : Dimensions de l'empreinte et formule de calcul de la dureté selon Vickers.

Chapitre IV : Résultats expérimentaux et discussions

IV.1. Caractérisation de la soudure à l'état reçu

IV.1.1. Résultats de la caractérisation macrographique

L'image macrographique (figure IV.1) révèle une hétérogénéité structurale entre les deux matériaux de base et la zone fondue. On peut constater l'apparence très claire de la zone de liaison du côté supermartensitique par rapport au côté duplex, cela peut être attribué à la nature différente des constituants de la zone fondue qui sont la ferrite et l'austénite par rapport à la martensite qui constitue le métal de base 2 (acier supermartensitique). La zone de liaison du côté duplex est plus adoucie en termes de changement structural. On remarque clairement au niveau des micrographies la continuité des deux phases ferrite/austénite à partir du métal de base duplex à travers la zone affectée thermiquement jusqu'à la zone fondue, au niveau de la zone de liaison on peut même observer une solidification par phénomène d'épitaxie

L'hétérogénéité des soudures est due généralement à la différence de la composition chimique et de la morphologie structurale des trois zones.

On constate aussi que la zone fondue est composée de 5 passes. La première passe située au niveau du talent entre les deux métaux de bases, les passes (2, 3 et 4) représente la passe de bourrage, la 5^{ème} passe est la passe de finition.



Figure IV.1: Macrographie du joint soudé avec ses zones principales.

IV.1.2. Calcul des taux de dilution

D'après la figure IV.2 :

- La surface A représente le métal de base « Supermartensitique » » qui s'est dissout dans la ZF.

- La surface B représente le métal de base «Duplex 2205 » qui s'est dissout dans la ZF.

- La surface C représente le métal d'apport ER 2209.

- La somme des trois surfaces nous donne alors la zone fondue.



Figure IV.2: Détermination des aires pour le calcul des taux de dilutions.

Les surfaces mesurées, sont regroupées dans le tableau IV.1

Tableau IV.1 : Valeurs des aires et des taux de dilutions pour chaque matériau.

	ER 2209	2205	13CrS
Aires	S_{C} = 16008,144	$S_B = 4108,461$	$S_A = 4311,938$
Taux de dilution	$D_{\rm C} = 65,53$	$D_{B} = 16,81$	D _A = 17,65
(%)			

D'après le calcul des taux de dilution (tableau IV.1), on constate que :

- L'acier supermartensitique (Dc = 17,65 %) se dissout plus dans la ZF que l'acier duplex (D_B = 16,81 %).

- Le métal d'apport représente la plus grande partie de la ZF avec (DA = 65,53 %).

IV.2. Résultats de la caractérisation micrographique

IV.2.1. Métaux de base

La figure IV.3 présente la microstructure du métal de base coté duplex qui est composée de deux phases, l'austénite « γ » qui apparait en clair et la ferrite « δ » qui est foncé dans des proportions proche de 50/50%. La figure montre aussi un allongement des grains qui est dû au laminage du tube au cours de l'élaboration.



Figure IV.3 : Micrographie optique du métal de base (Acier Duplex).

La structure micrographique du métal de base côté supermartensitique est formée essentiellement de martensite en lattes (figure IV.4). Les lattes morphologiquement parallèles constituent un bloc. Ces blocs sont groupés en ensembles d'orientations cristallines très différentes dans un même plan : le paquet.

L'austénite résiduelle en lattes est piégée entre les lattes de martensite. En microscopie optique, il est difficile de repérer l'austénite résiduelle en raison de sa finesse. Les deux méthodes les plus utilisées pour le dosage de phase de l'austénite résiduelle sont la sigmamaétrie et la diffraction des rayons X.

La fraction volumique de la phase austénitique déduite par DRX doit dépasser les 5% dans le métal de base supermartensitique, d'après [6].



Figure IV.4 : Micrographie optique du métal de base (Acier Supermartensitique).

IV.2.2. Zones affectées thermiquement et zones de liaison

La micrographie de la zone affectée thermiquement coté duplex (figure IV.5) nous révèle un grossissement des deux phases ferritique et austénitique avec une augmentation du taux de ferrite, mais le grossissement des grains de la ferrite est plus important que celui de l'austénite. Ces transformations sont causées par le chauffage et le refroidissement que subit la zone affectée thermiquement à chaque passe réalisée lors du soudage. L'augmentation du taux de ferrite s'explique par la transformation incomplète de la ferrite δ vers l'austénite γ au cours du refroidissement lent.

On remarque également que la zone de liaison « ZL » sépare la zone fondue et la zone affectée thermiquement. Le grossissement des grains ferritiques est évident dans la zone de liaison du côté duplex.



Figure IV.5 : Micrographie optique de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone de liaison (ZL) du côté Duplex.

La micrographie de la zone affectée thermiquement côté martensitique (figure IV. 6) nous révèle un grossissement des grains de martensite à cause des cycles thermiques de soudage.

Pour le côté supermartensitique, la zone de liaison ou ligne de fusion est plus nette, en raison de la nature différente des matériaux. On remarque aussi qu'elle est fine.



Figure IV.6 : Micrographie optique de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone de liaison du côté Supermartensitique.

IV.2.3. Zone fondu

La structure de la zone fondue (figure IV.7) est très fine et de type dendritique. On explique cette morphologie par la solidification rapide qui a empêché la cristallisation des grains.



Figure IV.7: Micrographie optique de la zone fondue.

IV. 3. Effet des traitements thermiques sur l'évolution de la microstructure

IV.3.1. Résultats d'observation au microscope optique

IV.3.1.1. Métal de base duplex

L'évolution de la microstructure du métal de base duplex en fonction des températures de trempe à l'air et à l'eau est illustrée dans la Figure IV.8 (a, b, c, d, e et f). En effet, on constate un grossissement des grains lorsque la température augmente. On remarque aussi une coalescence des grains austénitiques ainsi qu'une augmentation du taux de ferrite tel que les échantillons refroidis à l'eau ont un taux de ferrite plus élevés que ceux refroidis à l'air. On observe également avec l'augmentation de la température, la structure allongée tend à disparaitre et les grains tendent à trouver la forme équiaxe.



a. Refroidissement à l'air 1045 °C



b. Refroidissement à l'eau 1045 °C



c. Refroidissement à l'air 1190 °C



d. Refroidissement à l'eau 1190 °C



e. Refroidissement à l'air 1265 °C f. Refroidissement à l'eau 1265 °C

Figure IV.8 : Evolution de la microstructure du métal de base duplex après refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C.

IV.3.1.2. Métal de base supermartensitique

Dans le cas du métal de base supermartensitique, on peut noter une petite modification de la microstructure pour les deux milieux de refroidissement l'air et l'eau (figure IV.9).

On remarque des blocs parallèles dans un paquet avec un contraste élevé. Les échantillons trempés à l'eau montrent une structure en blocs plus clairs. Les blocs sont plus allongés dans les échantillons refroidis à l'air.

Lorsque la température du traitement augmente, on remarque un grossissement des grains austénitiques. Cela se répercute sur la morphologie des lattes de martensite qui deviennent plus grossières. D'autre part, on peut noter une petite modification de la microstructure pour les deux milieux de refroidissement l'air et l'eau. En effet, le refroidissement à l'eau entraine une transformation martensitique plus complète contrairement au refroidissement à l'air qui donne une quantité d'austénite résiduel appréciable.



a. Refroidissement à l'air 1045 °C

b. Refroidissement à l'eau 1045 °C



c. Refroidissement à l'air 1190 °C

b. Refroidissement à l'eau 1190 °C



e. Refroidissement à l'air 1265 °C

f. Refroidissement à l'eau 1265 °C

Figure IV.9 : Evolution de la microstructure du métal de base supermartensitique après refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C.

IV.3.1.3. Zone affectée thermiquement côté duplex

Les conséquences morphologiques des traitements thermiques dans la structure de la zone affectée thermiquement du côté duplex à 1045 °C (figure IV.10.a et IV.10.b), cette zone est caractérisée par une structure duplex exempte de précipités avec une répartition uniforme des phases γ et δ . Le passage de la température de trempe à 1190 puis à 1265 °C favorise la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ et entraîne une croissance remarquable des grains de ferrite (figure IV.10).





f. Hypertrempe à l'eau 1265 °C



IV.3.1.4. Zone affectée thermiquement coté supermartensitique

On remarque une différence nette entre la zone fondue et la ZAT supermartensitique (Figure IV.11). Une ligne blanche sépare la zone fondue et la ZAT supermartensitique, Une différence très apparente entre le coté martensitique et la zone fondue duplex, la ligne blanche entre les deux est constituée essentiellement de ferrite δ (d'après les études de Bhadeshia et

Carrouge [29]). Cette ligne de fusion est plus large dans les échantillons trempés dans l'eau. Et elle se rétrécit en diminuant la température de traitement thermique. Ceci est dû au fait que le taux de ferrite δ augmente avec la température de traitement et la vitesse de refroidissement.



e. Trempe à l'air 1265 °C

f. Hypertrempe à l'eau 1265 $^{\circ}\mathrm{C}$

Figure IV.11 : Evolution de la microstructure de la zone affectée thermiquement côté duplex après refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C.

IV.3.1.5. Zone fondue

D'après les micrographies de la zone fondue de la figure IV.12, on observe que les effets de chauffage conduisent à la rupture de la structure de solidification. On remarque aussi que la structure semble plus grossière pour le refroidissement à l'eau que celle du refroidissement à l'air.



e. Refroidissement à l'air 1265 °C

f. Refroidissement à l'eau 1265 °C

Figure IV.12 : Evolution de la microstructure de la zone fondue après refroidissement à l'air et à l'eau à partir de 1045°C, 1190°C et 1265°C.

IV.3.2. Résultats d'observation au microscope électronique à balayage

IV.3.2.1. Métal de base supermartensitique

Les micrographies issues du microscope électronique à balayage et présentées dans la figure IV.13 confirment bien les résultats du microscope optique. On voit que la structure martensitique est composée d'une précipitation de lattes ou aiguilles qui sont enchevettrées et orientées différèment. Leur taille est très variable selon leur orientation.



a. Hypertrempe à l'eau 1045°C b. Hypertrempe à l'eau 1265 °C

Figure IV.13 : Observation au MEB du métal de base coté supermartensitique

refroidis à l'eau

IV.3.2.2. Zone fondue

L'évolution de la structure du métal fondu continue avec l'augmentation de la température de trempe comme le montre les micrographies optiques. A 1265 °C (figure III.14), on remarque la présence de grains d'austénite avec des formes globulaires.



a. Hypertrempe à 1045°C

b. Hypertrempe à 1265 °C

Figure IV.14 : Observation au MEB de la zone fondue refroidis à l'eau.

IV.4. Résultats d'estimation du taux de ferrite

Après les déférents traitements de trempe on peut voir clairement qu'il y a une évolution morphologique de la microstructure. Cette évolution a une influence directe sur l'équilibre austénite-ferrite. En effet, les mesures de la fraction volumique (figures IV.15, IV.16, IV.17 et IV.18) de la ferrite montrent un déplacement important de l'équilibre austénite-ferrite en faveur de la ferrite. Ceci est en parfait accord avec le diagramme d'équilibre.



Figure IV.15 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température de trempe à l'air dans le métal de base duplex.



Figure IV.16 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe à l'eau dans le métal de base duplex.



Figure IV.17 : Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température de trempe à l'air dans la zone fondue.





D'autre part, nous constatons que le taux de ferrite change en fonction de milieu de refroidissement : la proportion de la ferrite dans les échantillons qui ont subi une hypertrempe à l'eau est plus grande que celle des échantillons trompés à l'air (Voir les figures IV.19, IV.20). Ceci peut être expliqué par la faible vitesse de refroidissement qui a permis une transformation à l'état solide de la ferrite en austénite. Par ailleurs, une fraction

de la ferrite peut se décomposer en phase sigma lorsque l'échantillon traverse lentement le domaine de la formation de cette phase.



Figure IV.19 : Evolution du taux de ferrite dans le métal de base duplex en fonction des deus milieux de refroidissement l'eau et l'air.



Figure IV.20 : Evolution du taux de ferrite dans la zone fondue en fonction des deus milieux de refroidissement l'eau et l'air.

IV.5. Résultats de diffraction des rayons X

IV.5.1. Métal de base duplex

On remarque dans les spectres de diffraction de la figure IV.21 que l'intensité du pic (111) γ est plus grande que celle de (110) δ . Les traitements thermiques ont modifié la forme et les intensités de certains pics dans les diffractogrammes. Ces modifications sont liées aux phénomènes de recristallisation et aux changements morphologiques qu'ont subis les grains des deux phases lors des traitements thermiques.

Pour le calcul du paramètre de la maille, on a utilisé la formule suivante :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

D'où le paramètre de la maille moyenne de la phase austénitique (γ) a = 3.60 Å et celui de la phase ferritique a= 2.79 Å.



Figure IV.21 : Résultats de la diffraction des rayons X pour le métal de base coté duplex trempé à l'air à partir de 1045 °C, 1190 °C et 1265 °C.

IV.5.2. Zone fondue

A 1265 °C on observe une augmentation remarquable de l'intensité du pic (110) δ par rapport à celle de (111) γ (figure IV.22). D'après la coupe du diagramme Fe-Cr-Ni et l'estimation du taux de ferrite présentée précédemment, la balance de phase à cette température est en faveur de la phase ferritique. Cette phase est plus stable à haute température, ses grains sont plus larges que ceux de l'austénite d'où l'augmentation de l'intensité de ses pics de diffraction.

Le paramètre de la maille moyenne de la phase austénitique (γ) a = 3.60 Å et celui de la phase ferritique a= 2.79 Å.



Figure IV.22 : Résultats de la diffraction des rayons X pour la zone fondue trempé à l'air à partir de 1045 °C, 1190 °C et 1265 °C.

IV.6. Résultats des essais de microdureté

Nous rappelons que les mesures de la microdureté ont été effectuées sous une charge de 1kgf (HV1) avec un pas de 1mm pour tous les échantillons. Les résultats de mesure obtenus sont représentés dans l'ensemble des tableaux au dessous.

IV.6.1. Echantillon à l'état reçu

D'après l'histogramme de la figure IV.23, on remarque que la microdureté est plus élevée dans le bain de fusion et cela s'explique par la finesse de la structure dendritique. On voit également que la dureté diminue lorsqu'en allant du bain de fusion jusqu'aux les deux métaux de base tel que le métal de base duplex est moins dure que le métal de base supermartensitique et la zone affectée thermiquement du côté duplex est moins dure que celle du côté supermartensitique.

	1	1			
	HV1 (a)	HV1(b)	HV1(c)	HV1(d)	HV1 (moy)
MB D	223,6	241,1	217,1	221,4	225,8
ZAT D	230,4	234,6	224,9	256,9	236,7
ZF	243,3	241,6	253	257,5	248,85
ZAT M	230,4	224,9	249,8	256,9	240,5
MB M	232,5	222,9	238,3	231,2	231,225

Tableau IV.1 : Valeurs de microdureté de l'échantillon à l'état reçu.



Figure IV.23 : Histogramme de la microdureté de chaque zone de la soudure pour l'échantillon à l'état reçu.

IV.6. 2. Effets des traitements thermiques sur la microdureté

IV.6.2.1 Métal de base duplex

Dans le cas du métal de base duplex, on peut noter une petite modification de la microdureté pour les deux milieux de refroidissement l'air et l'eau (figure IV.24). On constate également que la microdureté est élevée dans le cas de trempe à l'eau. Cela s'explique par l'augmentation du taux de ferrite au contraire pour la trempe à l'air.

Mode de refroidissement	Dureté (Hv1)						
Terroraissement	1045 (°C)	1190 (°C)	1265 (°C)				
A l'Eau	270,666667	292	284				
A l'Air	232,467	230	246,835				

Tableau IV.2 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base duplex.



Figure IV.24 : Histogramme de l'évolution de la microdureté en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C) pour le métal de base duplex.
IV.6.2.2. Métal de base supermartensitique

L'évolution de la microdureté dans le métal de base supermartensitique en fonction des températures de trempe à l'air et à l'eau est illustrée dans la figure IV.25. En effet, la microdureté augmente avec l'augmentation de la température. On peut noter une petite modification de la microdureté pour les deux milieux de refroidissement tel que dans le cas de trempe à l'eau la dureté est un peu élevée. Cela s'explique par la structure martensitique qui est majoritaire pour la trempe à l'eau.

Mode de	Dureté (Hv1)							
Terroranssement	1045 (°C)	1190 (°C)	1265 (°C)					
A l'Eau	247,333333	272,5	293,2					
A l'Air	239	270,666	279,5					

Tableau IV.3 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base supermartensitique.



Figure IV.25 : Histogramme de l'évolution de la microdureté en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C) pour le métal de base supermartensitique.

IV.6.2.3. Zone affectée thermiquement coté duplex

D'après l'histogramme de la figure IV.26, on remarque que la dureté augmente au fur et à mesure que la température augmente. Ceci est dû à l'augmentation du taux de la ferrite avec l'augmentation de la température et la vitesse de refroidissement.

Tableau IV.4 : Evolution de la dureté Vickers pour le métal de base supermartensitique.

Mode de	Dureté (Hv1)							
Terroranssement	1045 (°C)	1190 (°C)	1265 (°C)					
A l'Eau	279,666	290	300,75					
A l'Air	285,5	293,667	317					



Figure IV.26 : Histogramme de l'évolution de la microdureté dans la zone affectée thermiquement coté duplex en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C).

IV.6. 2.4. Zone affectée thermiquement côté supermartensitique

D'après la figure IV.27, on voit clairement l'augmentation de la microdureté avec l'augmentation de la température. Cela s'explique par la ligne blanche qui se trouve entre la zone fondue et la zone affectée thermiquement et qui est constituée essentiellement de la ferrite δ . Cette ligne de fusion est plus large dans les échantillons trempés à l'eau. Et ceci est dû au fait que le taux de ferrite δ augmente avec la température de traitement et la vitesse de refroidissement.

Tableau IV.5	: Evolution	de la dureté	Vickers pour	le métal de	base supermartensit	ique.

Mode de	Dureté (Hv1)							
Terroranssement	1045 (°C)	1190 (°C)	1265 (°C)					
A l'Eau	257,333333	330	355,666667					
A l'Air	249	312,75	337,33					



Figure IV.27 : Histogramme de l'évolution de la microdureté dans la zone affectée thermiquement côté supermartensitique en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C).

IV.6. 2.5. Zone fondue

L'évolution de la microdureté de la zone fondue en fonction des températures de trempe à l'air et à l'eau est illustrée dans la Figure IV.28. D'une part, on constate que la microdureté diminue avec l'augmentation de la température des traitements thermique. Cela est en parfait accord avec les résultats micrographiques optiques tel qu'à 1045 °C la microstructure est fine d'où la microdureté est élevée. D'autre part, le milieu de refroidissement a une influence sur la microdureté. En effet, les échantillons trempés à l'air ont une dureté élevée par rapport à ceux refroidis à l'eau.

Mode de	Dureté (Hv1)							
Terroranssement	1045 (°C)	1190 (°C)	1265 (°C)					
A l'Eau	312,142	279	266,333					
A l'Air	319	295,226	270					

Tableau IV.6 : Evolution de la dureté Vickers pour la zone fondue.



Figure IV.28 : Histogramme de l'évolution de la microdureté dans la zone fondue en fonction de la vitesse de refroidissement et de la température de traitement thermique (1045 °C, 1190 °C et 1265 °C).

D'autre part, l'augmentation des valeurs de la dureté dans le milieu de la zone de fusion est due à l'augmentation de taux de ferrite dans cette zone (figure IV.29). Cela peut-être expliqué par la différence des vitesses de refroidissement dans les trois zones telles que la vitesse de refroidissement dans les racines et les passe de finition et plus rapide ce qui permet la transformation de la ferrite en austénite. Et plus la température d'hypertrempe augmente plus la dureté diminue.



Figure IV.29 : Profil de la microdureté le long du joint de soudure hypertrempé à l'eau en fonction de la température de traitement thermique, charge=1kfg, pas =1mm.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'ensemble des résultats que nous avons obtenus dans ce travail nous a permis de mener à bien la caractérisation de cette soudure. On a pu grâce à la macrographie observer, premièrement, l'hétérogénéité dans le joint soudé et mettre ainsi en évidence les différentes zones qui le constituent et deuxièmement voir les cinq passes de soudage.

L'examen micrographique nous a permet de déterminer la structure du métal, la taille et la forme des grains ainsi que la répartition des phases. Les images prises par microscope électronique à balayage nous ont confirmé ces résultats.

Les conséquences que nous pouvons tirer de cette étude peuvent se résumer comme suit :

- ✓ L'acier Supermartensitique se dissout plus dans la ZF que l'acier Duplex.
- ✓ La zone de liaison du côté Duplex est plus adoucie que celle du côté Supermartensitique.
- ✓ La microstructure optimisée du matériau Supermartensitique est celle exempte de la ferrite δ .
- ✓ Le grossissement des grains et l'augmentation du taux de ferrite ont une relation avec la température et la vitesse de refroidissement.
- ✓ Le grossissement des grains a une conséquence directe sur la dureté.

Au terme de ce travail des perspectives restent ouvertes, nous proposons :

- ✓ Une analyse DRX dans le côté Supermartensitique pour une meilleure estimation des fractions volumiques des phases.
- ✓ La caractérisation mécanique de cette soudure reste incomplète, des essais de tractions, de résiliences et de pliages sont fortement recommandés.

Annexes

OM(s.) SOUDEU	R(s):	S	AID	AN		F	REPER	RE (s)	, <u> </u>	N7.	3.	. 70	mp
IETHO	DDE SOUDA	AGE:.		G.T	AI	N·	^	NUANC	E ME	TAL: 1	307	2+1	4 7 9	
PAIS	SEUR(s),		11	,1 m	m.	-	C	MEN	Sion	SEPROL	JVETT	ES,	6	
YPE o	de GÉNÉR	ATR	ice e	MPLOY	ÉE:_			<u> </u>	05	AKI	•	- de la composición de la comp		
N:	N' METAL D'APPORT COL					COUR	RANT SOUDAGE Witesse			vitesse avance.	GAZ PROTECTEUR		TEMPS	
Passe	Туре	ø	long	Nilot	₩₽. nbr	nat.	p	I	V	cm.mn	Туре	debit L.mn	soudage	
1	DP3WT	2.4	1000	LR127E	03	C.C	(-)	100	18	03	Ar·	15	15'	30"
2	DP3WT	n	u	h	02	<u>n</u>	3	140	18	4,4	Ar.	15	10'	53"
3	DP 3WT	n	n	4	2,2	n	h	140	18	5,01	Ar.	15	09'	33"
4	DP3WT	n	h	h	2,5	n	u	140	18	4,12	Ar.	15	11'	10"
5	DP3WT	u	n	n	3,10	n	n	110	17	2,54	AT	15	18'	48"
												N		
	NB=	DI	31	NT :	m	eta	<u>, </u>	laf	por	F				
														_
													Λ	
	-												1	
			-											
			_				-	-		-		4		1_
				-					-	<u> </u>	-			1
					-				-					<u> </u>
							1	<u> </u>	1		LE COM	ITROLE		



Taux de ferrite obtenu par le diagramme de Schaeffler.

Références bibliographiques

[1] SALAZAR Daniel;

«Etude du partage de la plasticité cyclique d'un acier duplex par microscopie à force atomique», thèse de doctorat, université des sciences et technologies de Lille, 2008.

[2] John C. Lippold and Damian J. Kotecki;

Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels, Published by John Wily & Sons, 2005.

[3] P.J.Cunat;

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

[4] P.J.Cunat;

Aciers inoxydables: Propriétés. Résistance à la corrosion, Techniques de l'ingénieur, M4541, Juin 2000.

[5] Christian Bonnet;

Le Soudage (Métallurgie et Produits), Air Liquide /CTAS, 2001.

[6] NOURI AHMED;

Étude microstructurale d'un acier inoxydable Supermartensitique et caractérisation d'un cas de soudure sur cet Acier, Mémoire de Magister, Ecole Nationale Polytechnique, 2007.

[7] Maher SHAIRA;

Caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l'acier 304L induite par déformation cyclique, thèse de doctorat, Institut national des Sciences Appliquées de Lyon, 2006.

[8] MARJOLAINE Cotit;

Etude des cinétiques de transformation de phase d'un acier inoxydable martensitique 13%Cr-4%Ni, 2007.

[9] Dufrane J-J;

Metallurgical basis for the development of weldable martensitic stainless steel. in Supermartensitic stainless steel '99. 1999.

[10] Deleu E., D.A., and Dufrane J.J;

Weldability and Hot Deformability of Different Supermartensitic Stainless Steel Grades by Weld Simulation testing. In Supermartnsitic Stainless Steels '99'. 1999. Belgium.

[11] R. Cazes. Soudage à l'arc. Techniques de l'ingénieur, B7730, Août 1995.

[12] S. BENISSAAD;

Le soudage TEC 340, 1991.

[13] P. G. Cunat;

Mise en oeuvre des aciers inoxydables, Technique de l'ingénieur, M 4542, 2000.

[14] F. Delattre;

Le soudage des aciers inoxydables, Dunod Paris, 1969.

[15]Sindo Kou;

Welding metallurgy, published by John Wiley & Sons 2003.

[16] Riad 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, *en cotutelle entre l*'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger et l'Université Paris 13, 2008.

[17] Alain Michel;

Pièces mécaniques soudées (Rappels et définitions).Techniques de l'ingénieur (BM 5185v2), 2008.

[18] Monsieur DARDEVET;

Conception, construction et exploitation des réseaux de transport de gaz naturel, 1996.

[19] Metals handbook V6, Second Edition;

Welding brazing and soldering, 1993.

[20] S. S. M. Tavares, V. F. Terra, J. M. Pardal, M. P. Cinda Fonseca;

Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steels UNS S 31803, Journal of materials science, 2005.

[21] R. N. Gunn;

Duplex stainless steels, 2000.

[22] L. Depradeux;

Simulation numérique du soudage -acier 316L, INSA de Lyon mars 2003.

[24] J.C Varol, J.C Lppold;

Microstructure and property relationships in simulated heat affected zones in duplex stainless steels 1990.

[23] T. A. Palmer, J. W. Elemerand Jeo Wong;

In situ observations of ferrite- austenite transformations in duplex stainless steels weldements using synchrotron radiation, Science and Technology of welding and Joining, 2002.

[25] Christian Bonnet;

Le Soudage Métallurgie et Produits, 2001.

[26] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger;

Les aciers inoxydables, Editions physique, 1990.

[27] TOUAIBI Djallel-Eddine;

Etude de réalisation d'un assemblage hétérogène (A333. Grade 6 / A790. S32 550) par un métal d'apport "ER 2209", Projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, 2009.

[28] Kardali Nabil

Influence de la vitesse de refroidissement sur le comportement structural et mécanique de l'acier inoxydable Duplex (2205), Projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, 2005.

[29] H.Bhadeshia et D.Carrouge

Effect of delta ferrit on impact properties of supemartensitic stainless steel height affected zones, vol 9, 2004.