REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Département de Métallurgie Projet de Fin d'Études

Pour obtention de diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

THÈME

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

Proposé par : Mr. K. ABADLI **PRÉSENTÉ PAR :** Mr. Nacer MOUNIR

Promotion 2010-2011

Remerciements

MERCI MON DIEU DE M'AVOIR PERMIS D'ARRIVER JUSQU'À ICI ET DE M'AVOIR DONNÉ L'APTITUDE D'ACHEVER CE MODESTE TRAVAIL.

J'EXPRIME TOUTE MES SALUTATION ET MON GRAND HONNEUR À MONSIEUR **KAMEL ABADLI** QUI A DIRIGÉ MON PROJET AVEC BEAUCOUP DE PASSIONNÉ, UNE GRANDE EFFICACITÉ, JE TIEN LUI REMERCIER POUR SES ENCOURAGEMENTS, SA DISPONIBILITÉ PERMANENTE, SURTOUT SA RIGUEUR SCIENTIFIQUE ET CES VIFS CONSEILS DURANT CES TROIS MOIS DE TRAVAIL. POUR CELA, JE M'EXPRIME TOUTE MA GRATITUDE.

J'EXPRIME TOUTE MA SYMPATHIE ET MA GRATITUDE À **MR DJEGHLAL** QUI M'A FAIT L'HONNEUR DE PRÉSIDER LE JURY DE CE MÉMOIRE.

MES REMERCIEMENTS VONT AUX MEMBRES DE JURY MR DELLALI ET MR KASSER QUI ONT ACCEPTÉ D'ÊTRE LES EXAMINATEURS DE CE MÉMOIRE.

JE REMERCIE ENFIN TOUS LES ENSEIGNANTS QUI ONT CONTRIBUÉ À MA FORMATION LABORIEUSEMENT DURANT MON PARCOURS SCOLAIRE.

Dédicaces

Se dédie ce mémoire, fruit d'un long travail, et ce en quise de reconnaissance et d'estime

A mes très chers parents : Mohammed et Malika

En témoignage de ma reconnaissance infinie pour l'amour dont ils m'ont entouré tout au long de mes études par les nombreux sacrifices qu'ils n'ont cessé de consentir, qu'ils veuillent bien trouver en ce travail l'expression de mon profond attachement.

A mes frères Belkacem, Macene et Kamel et à tous mes cousin et cousines

Qu'ils puissent trouver dans ce modeste mémoire l'expression de mon attachement et de ma profonde reconnaissance.

A toutes la famille (mes grandes mères, grand père, mes tantes et mes oncles, mes cousins et cousines) A tous mes collègues (exceptionnellement : Nassima, Eineb, Mariem, El SCadi, Moh, Rahim, Boualem, Satih, Bilel, Ahcene, Ahmed, Amine, SCossem,...) et mes amis (Omar, Moh, Aziz, SCamza, SCichem, Barnir,...) et nos accompagnants au laboratoire (les étudiants de l'USTHB, et Mlle SCachemi), à toute l'équipe de laboratoire des solutions solides de la faculté de physique USTHB exceptionnellement les messieurs RASCOU et BOUEROURA qui m'ont accueille au sein de leur laboratoire. Et à qui m'ont toujours soutenue.

A tous ceux qui m'aiment et que je n'ai pas cités.

ملخص

الفولاذ المفاوم للصدأ على الوجهين عرضه لظاهرة الشبخوخة والصدمة الحرارية الذي يتم إنشاؤها يواسطة ترسيب مراحل معينة غنية في صناعة السيائك عناصر الكروم (الكروم). يرجع إلى عوامل عدة مثل الشيخوخة ودورات الصدمة الحرارية أنناء الخدمة. عملنا يهدف إلى دراسة آثار الشيخوخة والصدمة الحرارية على هطول الأمطار في المرحلة الثانوية ورئيس الوزراء ألفا الأوسنينيت خلال الشيخوخة والثانوية ويؤكد الأوسنينيت المتيقية خلال ركوب الدراجات الحرارية على المهرية والخصائص الفولاذ المفاوم للصدة ملحومة المركانيك على مطول الأمطار في المرحلة الثانوية ورئيس وأدلى الشيخوخة في 350 و 775 درجة مؤوية ويؤكد الأوسنينيت المتيقية خلال ركوب الدراجات الحرارية على وأدلى الشيخوخة في 350 و 775 درجة مؤوية وحتى 500 ساعة من دورات الصيانة ودرجات الحرارة والصدمة الحرارية 1050 الثركان الشيخوية.

مفتاح الكلمات : ملحومة الفولاذ المفاوم للصندأ على الوجهين ، رئيس ألفا المرحلة الثانوية الأوستينيت، والشيخوخة، ودورات الصندمة ا الحرارية.

Résumé

Les aciers inoxydables duplex sont susceptibles aux phénomènes de vieillissement et chocs thermiques qui sont engendrés par la précipitation de certaines phases riches en éléments d'alliage Cr (Chrome). C'est dû à plusieurs facteurs tels que le vieillissement et les cycles de choc thermiques pendant la période de service. Notre travail a pour objectif d'étudier les effets de vieillissement et les chocs thermiques sur la précipitation des phases alpha prime et l'austénite secondaire lors de vieillissement et les microstructure et les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex 22 05 soudés.

Les de vieillissement ont été faites à 350 et 475°C jusqu'à 500 heures de maintien puis des cycles de choc thermiques à les températures 1050 et 1200°C. Les précipités provoqués ont des effets néfastes sur la ténacité et la résistance à la corrosion de la soudure.

Mots clés : Aciers inoxydables duplex soudé, phase alpha prime, austénite secondaire, vieillissement, les cycles de choc thermiques.

Abstract

Duplex stainless steels are susceptible to the phenomena of aging and thermal shock that are generated by the precipitation of certain phases rich in alloying elements Cr (Chromium). Is due to several factors such as aging and thermal shock cycles during the service. Our work aims to study the effects of aging and thermal shock on the precipitation of alpha prime phase and secondary austenite during aging and secondary austenite and residual stresses during thermal cycling on the microstructure and properties mechanical stainless steel welded duplex 2205.

The aging were made at 350 and 475 $^{\circ}$ C up to 500 hours of maintenance cycles and thermal shock temperatures 1050 and 1200 $^{\circ}$ C. The precipitates have caused adverse effects on toughness and corrosion resistance of the weld.

Key words: Duplex stainless steel welded; phase alpha prime, secondary austenite, and aging, thermal shock cycles.

LISTE DES FIGURES

LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

Figure I.1 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome	4
Figure I.2 : La boucle d'austénite (γ) et la zone biphasée ($\gamma + \alpha$)	4
Figure I.3: Coupe de diagramme Fr-Cr entre 20% et 80%Cr et au-dessous de 820°C	5
Figure I.4:Influence de la croissance de chrome sur la boucle d'austénite en projetant au	
temps	.6
Figure I.5: Le diagramme d'équilibre Fe-Ni selon O. Kubaschewski	6
Figure I.6: Diagramme ternaire fer-chrome-nickel. Influence du nickel sur l'extension de la	
boucle γ	7
Figure I.7: Les différentes classes des aciers inoxydables	9
Figure I.8: La microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205	11
Figure I.9: Coupe à travers le diagramme Fe-Cr-Ni à 70% Fe	12
Figure I.10: Diagramme TTT de l'acier inoxydable duplex 2205	.12
Figure I.11: La phase sigma dans et entre les joints des grains α / γ et se croitre dans la ferrite	
δ1	14
Figure I.12 : (a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers	
inoxydables duplex comparé à celui de 316; (b) Effet de la ferrite sur les propriétés de	
résilience des aciers inoxydables duplex	17
Figure I.13 : Résistance à la corrosion dans les : (a) Solution $%H_2SO_4 + 2000ppm Cl^-$; (b)	
Solution 54% P ₂ O ₅ -2%H ₂ SO ₄ +0,2 % HF+1,6% H ₂ SiF ₆	18
Figure I.14: La résistance de l'acier 2205 dans : (a) Les solutions caustiques ; (b) Les solution	S
organiques	.19
Figure I.15 : (a) Sensibilité à la corrosion par piqûres en solution de chlorure ; (b) Effet de la	
température sur la corrosion par piqûres dans la solution 10% Fe Cl ₃ 6H ₂ O	.20
Figure I.16 : (a) Conditions de passivation de plusieurs aciers inoxydables dans la solution	
10% Fe Cl ₃ 6H ₂ O ; (b) La corrosion caverneuse dans la solution 30 NaCl/l à	
20°C	.21
Figure I.17 : La résistance à la corrosion dans la : (a) solution chlorure ; (b) Les atmosphères	de
chlorures	21
Figure I.18 : Les cycles de fatigue mécanique dans une solution eau de mer	
synthétique	22

SOUDABILITE DES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

Figure II.1 : Principe du soudage manuel par le procédé TIG (ou GTAW)	24
Figure II.2 : Le schéma représentatif du principe de soudage à l'arc électrique avec électrode	
enrobée (SMAW)	25
Figure II.3 : Variation de la température θ en fonction de température au point A lors de chauffage et de refroidissement	.26
Figure II.4 : Variation de la température θ_m en fonction de la distance x aux alentours de joint soudé	.27
Figure II.5 : Schéma typique d'une structure austéno-ferritique des trois principales zones aprè soudage	s .28
Figure II.6 : la microstructure métallographique de la structure de la soudure (MB, ZAT et	
ZF)20 Figure II 6 : Diagramme du Schaeffler 31	
Figure II.7 : Diagramme WRC	

PROCEDURE EXPERIMENTALE

Figure III.1 : Position relative de l'acier à étudier dans le diagramme d'équilibre pseudo-	
binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe	35
Figure III.2 : La longueur des tubes à souder	38
Figure III.3 : Four des traitements thermiques température max 1200°C	40
Figure III.4 : Schéma représente exemple le cycle de choc thermique à 1050°C	40
Figure III.5: Schéma représentatif de l'attaque électrolytique	42
Figure III.6 : Les équipements nécessaires pour prendre la micrographie	.43
Figure III.7 : Les principales étapes effectuées pour calculer le taux de phase (austénite ou	J
ferrite) par l'imageJ, (a) l'image initiale, (b) l'image traitée, (c) l'image binaires, (d) la
valeur de la fraction	44

RESULTATS ET INTERPRITATIONS

Figure IV.1 : La morphologie de la soudure à l'état initial (MB, ZAT et ZF)	.45
Figure IV.2 : Le taux de phase dans les trois zones (MB, ZAT et ZF)	46
Figure IV.3 : La microdureté des phases dans les trois zones (MB, ZAT et ZF)4	17
Figure IV.4 : Vieillissement de métal de base après 100h à 350°C	.47
Figure IV.5 : Vieillissement de métal de base après 300hà 350°C	.47
Figure IV.6 : Vieillissement de métal de base après 500h à 350°C	.48
Figure IV.7 : Vieillissement de la ZAT après 100h à 350°C	48
Figure IV.8 : Vieillissement de la ZAT après 300h à 350°C	48
Figure IV.9 : Vieillissement de la ZAT après 500h à 350°C	48
Figure IV.10 : Vieillissement de la ZF après 100h à 350°C	49
Figure IV.11 : Vieillissement de la ZF après 300h à 350°C	49
Figure IV.12 : Vieillissement de la ZF après 500h à 350°C	49
Figure IV.13 : Vieillissement de MB après 100h à 475°C	.50
Figure IV.14 : Vieillissement de MB après 300h à 475°C	.50
Figure IV.15 : Vieillissement de MB après 500h à 475°C	.50
Figure IV.16 : Vieillissement de la ZAT après 100h à 475°C	.50
Figure IV.17 : Vieillissement de la ZAT après 300h à 475°C	.50
Figure IV.18 : Vieillissement de la ZAT après 400h à 475°C	.51
Figure IV.19 : Vieillissement de la ZAT après 500h à 475°C	.51
Figure IV.20 : Vieillissement de la ZF après 100h à 475°C	.51
Figure IV. 21 : Vieillissement de la ZF après 300h à 475°C	.51
Figure IV.22 : Vieillissement de la ZF aprés500h à 475°C	.51
Figure IV.23 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur le taux de ferrite dans MB	.52
Figure IV.24 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur le taux de ferrite dans ZAT	53
Figure IV.25 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur le taux de ferrite dans ZF	.53
Figure IV.26 : Effets du vieillissement à 350°c sur le taux de ferrite	54
Figure IV.27 : Effets de vieillissement à 475°C sur le taux de ferrite	.54
Figure IV.28 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur la microdureté de la ferrite et d	de
l'austénite dans la MB	.55
Figure IV.29 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur la microdureté de la ferrite et d	de
l'austénite dans la ZAT	.56
Figure IV.30 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur la microdureté de la ferrite et d	de
l'austénite dans la ZF	56
Figure IV.31 : La MB après une hypertrempe à 1050°C	.57
Figure IV.32 : La MB après 3 hypertrempes à 1050°C	.57
Figure IV.33 : La MB après 7 hypertrempes à 1050°C	.57
Figure IV.34 : La MB après 10hypertrempes à 1050°C	.57
Figure IV.35 : La ZAT après une hypertrempe à 1050°C	.58
Figure IV.36 : La ZAT après 4 hypertrempes à 1050°C	58

Figure IV.37 : La ZAT après 8 hypertrempes à 1050°C	58
Figure IV.38 : La ZAT après 10 hypertrempes à 1050°C	58
Figure IV.39 : La ZF après une hypertrempe à 1050°C	59
Figure IV.40 : La ZF après 3 hypertrempes à 1050°C	59
Figure IV.41 : La ZF après 7 hypertrempes à 1050°C	59
Figure IV.42 : La ZF après 10 hypertrempes à 1050°C	59
Figure IV.43 : La MB après 1 hypertrempe à 1200°C	60
Figure IV.44 : La MB après 3 hypertrempes à 1200°C	60
Figure IV.45 : La MB après 7 hypertrempes à 1200°C	60
Figure IV.46 : La MB après 10 hypertrempes à 1200°C	60
Figure IV.47 : La ZAT après une hypertrempe à 1200°C	60
Figure IV.48 : La ZAT après 4 hypertrempes à 1200°C	60
Figure IV.49 : La ZAT après 7 hypertrempes à 1200°C	61
Figure IV.50 : La ZAT après 10 hypertrempes à 1200°C	61
Figure IV.51 : La ZF après une hypertrempe à 1200°C	61
Figure IV.52 : La ZF après 4 hypertrempes à 1200°C	61
Figure IV.53 : La ZF après 8 hypertrempes à 1200°C	61
Figure IV.54 : La ZF après 10 hypertrempes à 1200°C	61
Figure IV.55 : Effets des chocs thermiques à 1050°C et 1200°C sur le taux de ferrite	dans le
métal de base	62
Figure IV.56 : Effets des chocs thermiques à 1050°C et 1200°C sur le taux de ferrite	dans le
métal de base65	
Figure IV.57 : Effets des chocs thermiques à 1050°C et 1200°C sur le taux de ferrite	dans la
zone affectée thermiquement	63
Figure IV.58 : Effets des chocs thermiques à 1050°C et 1200°C sur le taux de ferrite	dans la
zone fondue	63
Figure IV.59 : Effets des chocs thermiques sur la microdureté des phases δ et γ de M	1 B64
Figure IV.60 Effets des chocs thermiques sur la microdureté des phases δ et γ de la 2	ZAT65
Figure IV.61 : Effets des chocs thermiques sur la microdureté des phases de ZF	65
Figure IV.62 : Microfissures intragranulaires dans la ZAT après 8 cycles à 1050°C	66
Figure IV.63 : Microfissures intragranulaire dans la ZAT après 10 cycles à 1050°C	66
Figure IV.64 : Microfissuration dans la ZAT après 4 cycles à 1200°C	67
Figure IV.65 : Microfissuration après 8 cycles à 1200°C	67
Figure IV.66 : Microfissuration après 10 cycles à 1200°C	68
Figure IV.67 : Diagramme TTT des aciers inoxydable duplex	69

Liste des Tableaux

Tableau I.1 : La composition chimique des différentes nuances des aciers inoxydables duplex9
Tableau I.2 : La composition chimique de l'acier duplex X2CrNiMoN20-5-3 (UNS S32205)9
Tableau I.3 : Les principales nuances des aciers inoxydables duplex et leurs compositions chimiques
Tableau I.4 : Les propriétés mécaniques de quelques types d'aciers inoxydables duplex16
Tableau I.5 : L'évolution de principales propriétés physiques de l'acier inoxydable duplex 2205 en fonction de la température
Tableau III.1 : Les résultats de l'analyse chimique du métal de base UNS S 3180335
Tableau III.2 : Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 22 05 selon la norme ASTM35
Tableau III.3 : Propriétés mécaniques de métal de base de l'acier SAF 22 0536
Tableau III.4 : La composition chimique de métal d'apport SAF 22 0937
Tableau III.5 : Description des solutions utilisées et les paramètres d'attaques

Page

Chapitre I : LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

Introduction......1

I.1- La définition des aciers inoxydables	3
I.2- Effets des éléments d'addition sur l'acier	3
I.2.1- Les effets de chrome	3
I.2.2- Les effets du carbone Le système pseudo binaire Fe-Cr-C	5
I.2.3- Les effets de nickel	6
I.2.4- Les effets de molybdène	7
I.2.5- Les effets de l'azote	7
I.3- Les constituants formés lors des traitements thermiques	8
I.4- Les différentes classes des aciers inoxydables	8
I.5- Les aciers inoxydables duplex 2205	9
I.5.1- La définition de la classe des aciers duplex	9
I.5.2- La métallographie des aciers inoxydables duplex (cas de 2205)	10
I.5.3- Structures et transformations structurales	11
I.5.3.1) Les transformations aux hautes températures (au dessus de 1050°C)	11
I.5.3.2) Transformation à température comprise entre 1050°C et 600°C	12
I.5.3.3) Les transformations structurales au dessous 600°C	.14
I.5.4- Les principales propriétés des aciers inoxydables duplex 2205	16
I.5.4.1- Propriétés mécaniques	16
I.5.4.2- Propriétés physiques	17
I.5.5- La résistance à la corrosion des aciers inoxydables duplex	17
I.5.5.1- La résistance à la corrosion générale	18
I.5.5.1- La résistance à la corrosion localisée	19

Chapitre II : SOUDABILITE DES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

II.1 Définition	23
II.2 Les principaux procédés de soudage	23
II.2.1 Le Procédé TIG	23
II.2.2 Procédé à arc avec électrode enrobée	25
II.3 Le cycle thermique de soudage	26
II.4 Les principaux défauts aux joints soudés	28
II.5 Soudabilité des aciers inoxydables duplex	29
II.5.1 Solidification et structure des soudures du duplex	29
II.5.2 Contrôle de ferrite dans les joints soudés	30
II.5.3 Transformations structurales des phases durant le soudage des aciers	I.
duplex	32
II.6 Traitement thermiques des soudures en acier inoxydables duplex	33

Chapitre III : PROCEDURE EXPRIMENTALE

III.1 Matériau étudié	
III.1.1 Analyse chimique de matériaux	35
III.1.2 Les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié	
III.2 Réalisation de la Soudure	
III.2.1 Choix des procédés d'assemblage (Soudage)	
III.2.2 Métal d'apport utilisé	
III.2.3 Les paramètre de soudage	
III.2.4 Soudage des tubes en aciers inoxydable duplex	
III.3 Le travail expérimental	
III.4 Traitement de vieillissement thermique	
III.5 Les cycles de choc thermiques	40
III.6 Méthodes de caractérisation	41
III.6.1 La caractérisation métallographique	41
III.6.2 La caractérisation mécanique	44

Chapitre IV : RESULTATS ET INTERPETATIONS

IV.1- Caractérisations structurales et micro-dureté	.45
IV.1.1- La microstructure de la soudure	.45
IV.1.2- Comportement structural de la soudure au cours du vieillissement	47
IV.1.2.1- Sur la microstructure	47
IV.1.2.1.1- Le vieillissement à 350°C	.47
IV.1.2.1.2- Le vieillissement à 475°C	.49
IV.1.2.2- Sur les taux de ferrite (δ)	52
IV.1.2.3- La micro-dureté des phases ferritiques (δ) et austénitiques (γ)	55
IV.1.3- Les cycles de choc thermiques	58
IV.1.3.1- La micrographie après les cycles de choc thermiques à 1050°C5	8
IV.1.3.2- La micrographie après les cycles de choc thermiques à 1200°C	61
IV.1.3.3- Les taux de ferrite après les cycles de choc thermiques	64
IV.1.3.4- La micro-dureté de la ferrite et de l'austénite après les cycles de ch	ocs
thermiques	67
IV.2- Interprétations	69
IV.2.1- Morphologie et structure de la soudure	59
IV.2.2- Effets de vieillissement sur la microstructure de la soudure	70
IV.2.3- Effets des chocs thermiques	.71
IV.2.4- Taux de ferrite	.72
IV.2.4.1- Effets de vieillissement	.72
IV.2.4.2- Effets des cycles de choc thermiques	72
IV.2.5- La micro-dureté des phases ferritiques (δ).	73
IV.2.4.2- Effets des cycles de choc thermiques IV.2.5- La micro-dureté des phases ferritiques (δ).	72

IV.2.5.1- Effets de vieillissement	73
IV.2.5.2- Effets des chocs thermiques	73
Conclusion générale	74
Références bibliographiques	
ANNEXES	

La famille des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex) est née dans les quarantaines dernieres années dans les laboratoires de Jacob HOLTZER à Unieux. Ces aciers se distinguent par leurs structure biphasée (austenite + ferrite) avec une fraction de 50 % pour chaque phase. Cette structure est obtenue par un choix judicieux entre les élements chrome, nickel, molybdéne et azote.

Grâce à cette microstructure, les aciers duplex possédent des propriétés mécaniques (la ductilité, la ténacité) remarquables et une résistance à la corrosion tres élevées dans les milieux très agressifs (chloruré et sulfuré) et surtout une très bonne résistance à la corrosion intergranulaire et à la corrosion sous tension. Cette structure biphasée de ferrite et d'austénite est associée à une très bonne soudabilité par rapport à celle des autres familles des aciers inoxydables.

Cette famille d'acier est actuellement, en raison de ses bonnes qualités, largement utilisée dans plusieurs domaines de l'industrie, et leur composition est progressivement évoluée en particulier vers une plus forte teneur en azote qui offre plus de stabilité et de résistance à la corrosion par piqûre mais il abaisse les propriétés mécaniques. Aujourd'hui, ils sont utilisés dans des nombreux domaines réunissant à la fois les sèvres conditions environnementales et sollicitations mécaniques éminentes (industries navale, chimique, pétrochimique, du papier,... etc.).

Une grande partie de leurs applications dans l'industrie lourde est sous forme des tubes de dimension limité dans les domaines des hydrocarbures et de la chimie. Différents procédés de soudage sont appliqués aux conditions réalisation bien spécifique tel que : le soudage à l'arc avec électrode non fusible (TIG : *Tungsten Inert Gas*), il est largement utilisé pour l'assemblage de tuyauterie, et le soudage à électrode enrobée (SMAW). Lors de la réalisation de cet assemblage, les bords du métal de base à la ligne de fusion sont soumis à une succession d'une série de cycles thermiques qui entrainent l'apparition d'une zone affectée par la chaleur appelé ZAT principalement l'équilibre structural est détruit dont les changements structuraux sont notable et dépend de la température maximale atteinte lors de soudage et la vitesse de refroidissement. Ces derniers influent directement sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.

D'un part, l'obtention d'une forte teneur en ferrite (lors des traitements thermiques aux basses températures) fragilise la ZAT et diminue sa tenue mécanique, et d'autre part, la reformation des teneurs d'austénite élevées lors de refroidissement provoque une forte sensibilité à la corrosion sous contrainte.

Dans la réalisation pratique des soudures sur ce type d'acier inoxydable, on rencontrera ces problèmes de fragilisation de la ZAT vers les basses températures par durcissement de la ferrite par précipitation des phases nanométriques. Ces phénomènes causeront des néfastes problèmes à l'échelle industrielle dans le monde entier.

Dans nos travaux, Nous nous sommes interessé au comportement des soudures en acier inoxydable duplex 2205 soumises à des conditions de vieillissement thermique à deux températures la première est de l'ordre de 350°C et l'autre de 475°C pour révéler les changements structuraux et leurs effets sur les propriétés mécaniques. Dans une deuxieme partie nous avons étudié le comportement des soudures soumises à des cycles de choc thermique à haute températures (les hypertrempes à 1050 et 1200°C) pour evaluer la résistance à la fissuration de ce dernier et l'accélération de ce phénomène s'il a eu lieu.

Enfin, pour réaliser cette étude, on a prédestiné à suivre le plan de travail qui est subdivisé en trois parties ; le vieillissement à 350 et 475°C suivant un maintien jusqu'au 500h, ensuite, une série de cycle de chocs thermiques (de 1à 10 hypertrempes) à deux températures 1050 et 1200°C.

Pour présenter nos travaux, nous avons conçu notre mémoire de la manière suivante : une premiere partie consacrée a l'etude bibliographique composée de deux chapitres : chapitre I : Les aciers inoxydables austéno-ferritiques 2205) et Chapitre II : Soudage des aciers inoxydables duplex. La deuxieme partie comprend les travaux réalisés composée de deux chapitres : Chapitre III : Procédure expérimentale et Chapitre IV. Résultats et Interprétations. Enfin, une conclusion générale pour cloturer ce mémoire.

Les Aciers Inoxydables Duplex

I.1- La définition des aciers inoxydables

L'acier inoxydable est un alliage métallique constitué de fer, de carbone, de chrome et de nickel. Le taux de carbone est très faible. La teneur de chrome est supérieure à 10.5%. Les teneurs en chrome et en nickel sont choisies dans des proportions qui permettent d'obtenir un rapport déterminé des fractions volumiques de la ferrite et de l'austénite [1].

La teneur de chrome contenue dans le métal, provoque à la surface, de façon naturelle à des températures ambiantes, la formation d'un oxyde de chrome qui joue le rôle d'un film de passivation, qui va le protéger contre la corrosion et, en particulier, contre l'oxydation [1].

I.2- Effets des éléments d'addition sur l'acier

La présence des éléments d'alliage et leurs proportions peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-Carbone. Selon leurs effets sur la structure de l'acier, ils peuvent être regroupés en deux familles :

- La famille des éléments alphagène : Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique centrée, ce sont notamment : le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.
- La famille des éléments gammagène : Ils favorisent la prépondérance à la température ambiante d'une structure cristallographique cubique à face centrée. Ce sont notamment : le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt et le manganèse [3].

En général, aussi bien du côté des hautes que des basses températures, un élément gammagène étale et un élément alphagène restreint le domaine austénitique. D'autre part, les éléments gammagène abaissent, et les éléments alphagène relèvent le point eutectoïde du diagramme Fer-Carbone [2].

I.2.1- Les effets de chrome

Au-delà de 12% Cr, le chrome est l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Le chrome est un élément alphagène et lors de son addition a l'alliage fercarbone à de très faibles teneurs en carbone ($\leq 0,03\%$ de C), il forme des alliages ferchrome qui sont bien décrits par le système fer-chrome (*Figure I.1*) [4 - 6].



Figure I.1 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [4].

- D'après ce diagramme :
 - → La teneur en Cr < à 12% : les alliages sont ferritiques au dessous de A₁, austénitiques entre A₁ et A₃ par la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ par un chauffage ou refroidissement. Le domaine austénitique est entouré par une boucle γ
 - ▶ 12% < Cr < 13% : l'alliage possède une structure biphasée, lors de chauffage, la structure biphasée se transforme en ferrite : la transformation de la phase austénitique stabilise la phase ferritique ($\alpha + \gamma \rightarrow \alpha$) (*voir la Figure I.2*).



Figure I.2 : La boucle d'austénite (γ) et la zone biphasée ($\gamma + \alpha$) [4].

ightarrow Cr > 13% : les alliages obtenus sont toujours ferritiques (α) à toutes températures. Il ne peut pas subir le traitement de trempe (impossible d'obtenir de martensite lors de trempe). Et lorsqu'on augmente la teneur en éléments gammagène, la boucle γ subit une expansion. L'augmentation en teneur en

éléments alphagène provoque la diminution du domaine austénitique. (figure Fr-Cr-Ni) **[5, 8 et 9]**.

Pour les alliages à des teneurs très élevées en chrome (Cr > 30%), on constate la précipitation d'une phase intermétallique dure dite phase σ , de structure quadratique, qui se développe au-dessous de 820°C au niveau des joints de ferrite.

Pendant le refroidissent de la structure, une partie de la ferrite se transforme (entre 400et 500°C) en une structure très fine et dure nommée phase α '. Ce phénomène entraine le vieillissement par durcissement structurel d'où la fragilisation de l'acier (*Figure I.3*) [4, 5 et 9].



Figure I.3: Coupe de diagramme Fr-Cr entre 20% et 80%Cr et au-dessous de 820°C [4].

I.2.2- Les effets du carbone : Le système pseudo binaire Fe-Cr-C

Le carbone est un élément gammagène. Il élargit fortement le domaine austénitique son pouvoir gammagène, est environ 30 fois celui de nickel. Lors de son ajout aux aciers, il élargit le domaine d'existence de l'austénite considérablement à des teneurs déterminées [5], le carbone peut donner lieu à la formation des carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$ qui précipitent aux joints des grains et induisent à une corrosion intergranulaire. Pour cela, la teneur en carbone est maintenue très basse dans la plupart des aciers inoxydables même s'il a un effet stabilisateur de la phase γ formée aux hautes températures [4 - 6, 9, 10]. La *Figure I.4* illustre cet effet.



Figure I.4: Influence de la croissance de chrome sur la boucle d'austénite en projetant au temps [11].

I.2.3- Les effets de nickel

- Elément gammagène stabilisateur de l'austénite.
- Il élargit le domaine austénitique en fonction de sa teneur jusqu'aux températures inférieurs à 20°C.
- Diminue la teneur de formation des carbures dans les aciers inoxydables (aciers au chrome-nickel) car est un stabilisateur de l'austénite à des températures ambiantes.
- Il améliore la résistance à la corrosion en particulier la résistance à la corrosion sous tension.

Le nickel élargit le domaine austénitique contrairement au chrome, d'où la caractéristique gammagène en favorisant la formation et la stabilisation de l'austénite, selon le diagramme Fe-Ni, on constate qu'aux très basse teneurs en Ni (inferieur à 5% Ni), la structure existante est purement ferritique, et aux teneurs inferieurs à 70% Ni, la transformation $\gamma \rightarrow \gamma + \alpha$ aura lieu par contre à partir de 70% Ni en teneur, l'acier devient complètement austénitique à des températures ambiantes (la *Figure I.5*) [2, 9 et 12].



Figure I.5: Le diagramme d'équilibre Fe-Ni selon O. Kubaschewski [6].

Chapitre I

Le nickel a un pouvoir gammagène plus puissant que le pouvoir alphagène de chrome. La présence de nickel à des teneurs faible, provoque un léger élargissement de la boucle d'austénite contrairement au carbone qui nécessite une teneur plus élevée pour agir sur la boucle et qui provoquera la précipitation des carbures qui sont indésirables. Cet effet de déplacement de la boucle d'austénite vers les fortes teneurs en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel est montré dans la *Figure I.6* [4 - 6, 9, 11].



Figure I.6: Diagramme ternaire fer-chrome-nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle y [4].

I.2.4- Les effets de molybdène

- C'est un élément carburigène. Les carbures de molybdène sont plus stables et plus fins, ils permettent une augmentation de la dureté avec une diminution de la fragilisation au fluage et lors de revenu.
- Elément alphagène, il favorise la formation de la ferrite.
- Il améliore la résistance à la corrosion dans des milieux de chlorure, ainsi que dans les milieux réducteurs car c'est un élément actif.
- La diminution de la résistance à la fissuration intergranulaire à cause de son affinité à la formation des carbures qui se précipitent dans les joints des grains.
- Il améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûres en présence des ions halogènes.
- Augmente la résistance mécanique à chaud [4 6].

I.2.5- Les effets de l'azote

- Elément fortement gammagène, il stabilise le domaine austénitique.
- La solubilité de l'azote augmente dans les aciers au Cr et au Cr-Ni avec l'accroissement de la teneur en Cr.
- Il accroit les caractéristiques mécaniques des aciers austénitiques sans changement des valeurs de la ténacité.

- Il permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans risquer la résistance à la corrosion intergranulaire.
- Il améliore la résistance à la corrosion et à haute température
- Il diminue le problème de l'excès de ferrite dans la ZAT [2, 4 7].

I.3- Les constituants formés lors des traitements thermiques

Dans la gamme des aciers inoxydables, on peut classer leurs compositions en phase, en deux types essentiels : la matrice et les substances mineures.

La matrice dans les aciers inoxydables plus courants est l'austénite, la ferrite et la martensite. Les substances mineures sont essentiellement des substances précipités qui sont de deux types :

- les phases interstitielles comme les carbures de type MC, M_6C (M est l'élément d'alliage des carburigènes comme Cr, Mo, V, Ti, W). on peut citer comme exemple le carbure de chrome $Cr_{23}C_6$, et les carbonitrures et les nitrures comme CrN, Cr_2N , et d'autres substances de composition un peu complexe [6].
- Les phases intermétalliques : Elles sont essentiellement formées lors de chauffage ou de refroidissement selon les types. On distingue essentiellement les composés suivant :

La phase sigma (σ). La phase alpha prime (α'). La phase chi (χ) qui est purement électronique **[6]**.

I.4- Les différentes classes des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables se présentent sous trois formes cristallographiques : martensite, ferrite et austénite (selon la *Figure 1.7*), et comportent trois principaux éléments d'alliages : Cr, Ni et Mo. Ces trois éléments améliorent chacun d'eux la résistance à tous les types de corrosion. On est ainsi amené a distingué, en tout, six classes d'aciers inoxydables usuels, de résistance croissante à la corrosion :

- Les aciers à 12-13%Cr, qui peuvent être martensitiques ou ferritiques selon leurs traitements thermiques et leurs teneurs en carbone.
- Les aciers à 17%Cr, essentiellement ferritiques à l'état d'utilisation : il en existe des variantes au molybdène (1 ou 2% Mo) pour amélioration de la résistance à la corrosion et même aussi des variantes au nickel (2 à 4% Ni).
- Les aciers au chrome-nickel, à 18% Cr et 8 à 12% Ni : ces aciers sont de structure austénitiques.
- Les aciers au chrome-nickel-molybdène, à 18% Cr et 12% Ni et 2 à 3,5% Mo : ces aciers sont également de structure austénitiques, ils ont les mêmes propriétés que les précédents.
- Les aciers austéno-ferritiques (ou aciers duplex) : Ces aciers sont de structure biphasées (d'où le nom duplex), ils contiennent des teneurs en chrome, molybdène et

azote relativement élevées ; leurs deux principaux types sont le 22-05 et le 25-07 (le super-duplex) qui ont intérêt du prix (car ils ont des teneurs basses en Ni), ont une limite d'élasticité élevée (à cause de la forte teneur en azote), et leurs très faible sensibilité à la corrosion sous tension par les chlorures **[13]**.



Figure I.7: Les différentes classes des aciers inoxydables.

I.5- Les aciers inoxydables duplex

I.5.1- La définition de la classe des aciers duplex

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques possèdent une microstructure complexe composée de deux phases métalliques (austénite et ferrite dans un rapport proche de 50/50) et d'inclusion d'oxydes. Les deux phases métalliques ayant des caractéristiques mécaniques différentes, d'important gradient de contraintes sont générées à la surface du matériau lors de l'application d'un chargement externe (traction uni-axiale, polissage mécanique, frottement, etc.) [14].

Ces types d'acier inoxydable sont essentiellement de composition exceptionnelle de telle sorte à obtenir une structure biphasée presque aux teneurs égaux (leurs teneurs en austénite comprise entre 40 à 60%) et cela dépend de leurs compositions chimiques. Ils se composent d'une faible teneur en carbone, en nickel, une teneur élevée en chrome avec des ajouts en faible proportion en molybdène et en azote. La plupart composition des nuances d'aciers inoxydables duplex sont inscrit dans les *Tableau I.1* et *I.2* [22 et 23].

Tableau I.1: La composition chimique des différentes nuances des aciers inoxydablesduplex [10].

Eléments	С	Cr	Ni	Мо	Cu	Ν
Teneur %	< 0,03	19 à 26	4 à 8	1,5 à 4	< 2	< 0.3

Tableau I.2: La composition chimique de l'acier duplex X2CrNiMoN20-5-3 (UNS\$32205) [23].

Eléments	С	Cr	Ni	Мо	Ν	Mn	Si
Teneur %	0,02	22,8	5,5	3,1	0,17	1,8	0,3

Selon la composition chimique en élément d'alliage, on définit les différents nuances (selon les normes internationales UNS et EN) des aciers inoxydables duplex et leurs composition chimique dans le *Tableau I.3*

Tableau I.3 : Les principaux nuances des aciers inoxydables duplex et leurs compositions chimiques [7, 15, 16 et 17].

Grade	UNS	EN	С	Cr	Ni	Мо	Mn	Ν	Cu	W
Première génération des aciers inoxydables duplex										
329	S32900	1.4460	0.08	23.0-28.0	2.5-5.0	1.0-2.0	1.0	-	23.0-28.0	2.5-5.0
3RE60	S31500	1.4417	0.03	18.0-19.0	4.3-5.2	2.5-3.0	1.5	0.05-0.10	18.0-19.0	4.3-5.2
UR50	S32404	-	0.04	20.5-22.5	5.5-8.5	2.0-3.0	2.0	-	1.00-2.00	-
	La génération moderne des aciers inoxydables duplex									
2304	\$32304	1.4362	0.03	21.5-24.5	3.0-5.5	0.0-0.6	2.5	0.05-0.20	-	-
2205	S31803	1.4462	0.03	21.0-23.0	4.5-6.5	2.5-3.5	2.0	0.08-0.20	-	-
2205	S32205	1.4462	0.03	22.0-23.0	4.5-6.5	3.0-3.5	2.0	0.14-0.20	-	-
2209	-	-	0.009	22.25	8.55	3.29	1.57	0.10	0.10	-
DP-3	S31260		0.03	24.0-26.0	5.5-7.5	5.5-7.5	1.0	0.10-0.30	0.20-0.80	0.100.50
UR52N	\$32520	1.4507	0.03	24.0-26.0	5.58.0	3.0-5.0	1.5	0.20-0.35	0.50-3.00	-
255	S32550	1.4507	0.04	24.0-27.0	4.5-6.5	2.9-3.9	1.5	0.10-0.25	1.50-2.50	-
DP-3W	\$39274	-	0.03	24.0-26.0	6.8-8.0	2.5-3.5	1.0	0.24-0.32	0.20-0.80	1.50-2.50
2507	\$32750	1.4410	0.03	20.0-26.0	6.0-8.0	3.0-5.0	1.2	0.24-0.32	0.5	-
Zeron100	S32760	1.4501	0.03	24.0-26.0	6.0-8.0	3.0-4.0	1.0	0.20-0.30	0.50-1.00	0.50-1.00

I.5.2) La métallographie des aciers inoxydables duplex (cas de 22 05)

Les aciers inoxydables duplex se composent de deux phases ferritique et austénitique. La teneur en austénite varie de 40 à 60%. La structure micrographique de l'acier inoxydable duplex 2205 est montrée dans la *Figure I.8*.



Figure I.8: La microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205

I.5.3- Structures et transformations structurales

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

On peut distinguer essentiellement trois catégories d'évolutions structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques [11].

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

I.5.3.1) Les transformations aux hautes températures (au dessus de 1050°C)

Les aciers inoxydables duplex se solidifient entièrement en mode $\delta(\alpha)$, ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation en phase solide $\delta(\alpha) \rightarrow \gamma$ se produise (*Figure I.9*). La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut être également incomplète si les vitesses de refroidissement sont grandes [11].



Figure I.9: Coupe à travers le diagramme Fe-Cr-Ni à 70%Fe [6].

Signalons aussi, l'influence de la composition chimique en particulier l'action stabilisatrice des aditions d'azote sur la structure biphasée en rapportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \delta(\alpha)$ [11].

I.5.3.2) Transformation aux températures comprises entre 1050°C et 600°C

D'après les diagrammes TTT des aciers inoxydables austéno-ferritiques (voir *Figure I.10*). On voit bien que la plus part des phases sont intermétalliques, des carbures et des nitrures précipitent dans ce segment de température.



Figure I.10: Diagramme TTT de l'acier inoxydable duplex 2205 [25].

Précipitation des carbures de chrome

C'est une précipitation qui se produise à la limite du joint α / γ et se produise par la formation d'un agrégat austénite-carbure [10]. Les précipités de type M₇C₃ apparaissent entre 950°C et 1050°C. Tandis que des carbures de type M₂₃C₆ se produisent à des très basses températures comprises entre 700°C et 900°C [11].

L'une des caractéristiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques est la précipitation des carbures de chrome dans les joints des grains et généralement discontinues et qu'elle s'accompagne d'un déplacement des joints de grain par formation de phase austénitique dans les zones déchromées **[11]**. Ces carbures précipitent lors de la trempe à l'eau selon un refroidissement assez lent.

Précipitation des nitrures

Pour les nuances des aciers duplex contenant des additions en azote maitrisé (tel que l'acier 2205), une précipitation de chrome peut avoir lieu. La structure de ces nitrures est hexagonale, et l'enthalpie de leurs formations est voisine de celle des carbures $Cr_{23}C_6$ vers 900°C [11].

Les précipités apparaissent tout d'abord dans les joints α / γ et α / α . Des précipités intergranulaire, principalement en zone affectée thermiquement fortement ferritique ont été également observées [11, 18].

L'austénite de révision γ2

La transformation de $\gamma 2$ est fonction de la température. Par un refroidissement lent de l'alliage (austénite $\gamma 1$), il est possible d'augmenter la fraction volumique de la phase austénitique, par contre, si le refroidissement brutal de l'alliage à partir d'une température voisine de 1100°C suivi d'un maintien à 700/900°C, conduit à la formation d'une austénite intergranulaire dans les grains ferritiques (austénite $\gamma 2$).

De tels précipités peuvent être produit au sein de la ferrite soient de forme fine latte non visible en microscope optique pour des vieillissements à des températures inferieurs à 400°C, soient sous forme de lentille pour des vieillissements à des températures à 500°C **[19]**.

Précipitation de la phase sigma (σ de composition chimique FeCr)

La phase sigma a une structure tétragonale **[20]** avec 30 atomes par maille. Elle apparait entre 650°C et 1000°C préférentiellement au niveau des joints des phases α / γ et se croit dans la ferrite (voir la *Figure I.11*) **[11]**.

La formation de cette phase à l'intérieur des plages ferritiques est indésirable, il faut l'éviter en raison de la très grande fragilisation ce qui donne une réduction de la résilience et la résistance à la corrosion, le risque de fragilisation disparaît totalement au dessus de 550°C **[19]**.

La précipitation de la phase sigma ne dépend pas seulement de la composition chimique de l'acier **[20]**. En effet, d'autres facteurs jouent leurs rôles sur sa formation tels que la taille des grains (plus la taille des grains est faible, plus la probabilité de la formation de la phase sigma est élevée), Ainsi, la phase sigma se forme plus facilement dans les zones à grande énergie telles que les joints des grains et les interfaces. La précipitation de cette phase est aussi influencée par la température de mise en solution de deux façons :

1- Si la température de mise en solution est élevée, les grains sont relativement grand d'où la réduction du taux de formation de la phase sigma.

2- Aux hautes températures, on assiste à la croissance de la teneur en ferrite, ce qui favorise la précipitation de la phase sigma durant le traitement de vieillissement [20].



Figure I.11: La phase sigma dans et entre les joints des grains α / γ et se croitre dans la ferrite δ [11].

Il faut noter également que les vitesses d'apparition de la phase sigma sont influencées par les traitements thermiques. Elle apparaît ainsi plus rapidement pour les structures trempées à partir de 1050°C (les grains α sont plus petits) [11].

Précipitation de la phase chi (χ)

C'est une phase intermétallique de structure cubique centré, elle apparaît souvent dans l'intervalle de température entre 700°C et 900°C au niveau des joints entre les phases δ / γ et se croit à l'intérieur du grain ferritique mais en faible proportion [15, 21]. Cette phase (χ) influe sur la résistance à la corrosion par piqûre et sur la ténacité des aciers inoxydables duplex. La phase χ souvent se précipite simultanément avec la phase σ sauf que la phase χ est plus stable aux basses températures [21].

I.5.3.3) Les transformations structurales au dessous $600^{\circ}C$

Les transformations les plus remarquables dans cet intervalle de températures sont la démixtion de la solution Fe-Cr (α/α') et la précipitation d'une phase intermétallique G, mais, ces phases sont de tailles nanométriques ce qui nous causeraient problème de ne les pas détecter ni par les différentes méthodes telles que le microscope à balayage et à transmission ni même par la diffraction des rayons X. Le microscope électronique à transmission peut déceler la présence de ces phases de tailles nanométriques [**19**].

Actuellement, la technique la plus utilisée pour étudier ce type de structure de transformation est la spectroscopie Mössbauer [19].

Démixtion de la solution Fe-Cr (α')

Un phénomène de fragilisation à des températures inferieures à 600°C aura lieu accompagner d'un durcissement important à cause de la formation de la phase α ' au sein de la phase ferritique [11].

A des températures comprises entre 250°C et 516°C, la ferrite est instable car elle se décompose en deux phases, l'une est riche en fer (α), par contre, l'autre est riche en chrome (α '), selon la teneur en chrome et la température, la phase α ' est formée suivant deux types de mécanismes :

- Par décomposition spinodale (température comprise entre 280°C et 475°C).
- Par germination et croissance (souvent à des températures avoisinante de 500°C).

Dans le cas de la germination et croissance, les précipités sont stables et possèdent une structure et composition finale, par contre, la décomposition spinodale, les phases évoluent avec le temps vers l'état de stabilité et d'équilibre **[18]**.

La démixtion α/α' se fait à la fois par ces deux mécanismes, mais le plus favorable et le plus dominant c'est le mécanisme de décomposition spinodale, car c'est une transformation homogène et qui se fait sans apport d'énergie. Le processus est dû à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre de la ferrite dont les espèces identiques tendent spontanément à se rassembler **[11, 19]**.

> La précipitation de la phase G

La phase G apparaît dans la ferrite des aciers inoxydables duplex à des températures comprises entre 300°C et 400°C, elle est de structure cubique à face centrée. Les plus grosses particules se développent sur les dislocations, par contre, les autres se forment aux joints de grains α/α' car le nickel est rejeté dans les zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G est dirigée par le mécanisme de décomposition spinodale et sa cinétique de formation est gouvernée par la taille des particules, leurs densités et leurs fractions volumiques [19].

I.5.4- Les principales propriétés des aciers inoxydables duplex

I.5.4.1- Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables duplex possèdent des propriétés mécaniques très importantes, les principales propriétés mécaniques sont tous les paramètres qu'on peut déduire de la courbe allongement-contrainte ($(A - \sigma)$ de quelques aciers inoxydables duplex, on cite quelques paramètres (*Tableau I.4*) tels que la résistance à la traction, la limite élastique et même la dureté.

Tableau I.4 : Les propriétés mécaniques de quelques types d'aciers inoxydables duple	?x
[24].	

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

Toutes les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex sont influencées par la composition de l'acier en éléments chimiques, les traitements thermiques et leurs durées de maintien [11].

Les aciers inoxydables duplex ont une excellente résistance aux chocs même aux basses températures, une ténacité remarquable mais dépend de la composition chimique ainsi, les éléments résiduels tel que la phase intermétallique sigma qui jouent un rôle important sur la diminution de la ténacité [1, 11].

La méthode la plus utilisable pour déterminer cette propriété c'est l'essai de la résilience, cette essai a effectué sur un échantillon dont le plan de l'entaille est transversal à la direction du laminage, les résultats sont montrés dans la *Figure I.12* (a) [1].

La ténacité est inversement proportionnelle au taux de ferrite, en particulier au voisinage de 08% de ferrite, la ténacité est réduite et de même pour la température de transition ductilité-fragilité (*Figure I.12 b*) [1].



Figure I.12 : (a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex comparé à celui de 316; (b) Effet de la ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex [21].

I.5.4.2- Propriétés physiques

Les aciers austéno-ferritiques possèdent des propriétés physiques remarquables telles que la conductivité thermique qui est très importent devant les aciers austénitiques, un degré de magnétisme grâce à 50% de la ferrite. En plus, les coefficients de dilatation thermique sont faibles, et d'autres propriétés (voir **Tableau I.5**), la densité et le point de fusion [1, 11].

Densité : 7,85g/cm³ [1]. Point de fusion : 1460°C [23].

Intervalle de température (°C)	expansion thermique x10 ⁻⁶ .K ⁻¹	T (°C)	Résistivit é (μΩ .m)	Conductivité thermique (W. m ⁻¹ . K ⁻¹)	La chaleur spécifique (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	Module de Young E (GPa)	Module de cisaillement G (GPa)
		20	0.80	17	450	200	75
20 à 100	13.5	100	0.86	18	450	190	73
20 à 200	14	200	0.92	119	500	180	70
20 à 300	14.5	300	1.00	20	550	170	67
20 è 400	14.5	300	1.00	20	550	170	60

Tableau I.5 : L'évolution des principales propriétés physiques de l'acier inoxydableduplex 2205 en fonction de la température [7, 23].

I.5.5- La résistance à la corrosion des aciers inoxydables duplex

Généralement, les aciers inoxydables possèdent une excellente résistance à tous les types de corrosions généralisées et localisées, grâce à leurs teneurs en éléments tel que le Cr, Ni et Mo, les propriétés les plus importantes des aciers inoxydables duplex qui les diffèrent des autres types tel que les aciers inoxydables ferritiques et austénitiques, sont leurs grande aptitudes à la corrosion intergranulaire, et surtout la corrosion par piqure et même celle sous tension et en fatigue.

I.5.5.1- La résistance à la corrosion générale

Ce type de corrosion, est une corrosion en générale dans des milieux agressifs, en citant exemples des acides phosphoriques et les acides organiques.

Les propriétés de la résistance à la corrosion en général des aciers inoxydables duplex 2205 sont généralement beaucoup plus importantes que les aciers austénitiques tels que 316L et 317LN comme la *Figure I.13* les montre. Et à cause de cette propriété de résistance à la corrosion, les aciers inoxydables duplex sont plus favorable de les appliquer dans les milieux agressif comme les sulfures et les acides phosphoriques par rapport à les aciers austénitiques qu'ils sont moins résistants (*Figure I.13*). Récemment, les aciers 2505 sont utilisés pour le transport des produits chimiques agressifs comme les produits pétroliers [25].



Figure I.13 : Résistance à la corrosion dans les : (a) Solution $\%H_2SO_4 + 2000ppm CI$; (b) Solution $54\% P_2O_5-2\%H_2SO_4+0,2\% HF+1,6\% H_2SiF_6$ [25].

Généralement, les aciers inoxydables duplex sont très résistants à la corrosion dans les solutions organiques (les bases et les acides organiques) et les solutions caustiques (pâtes et papiers) au lieu les aciers austénitique 304 ou 316L (voir la *Figure I.14*), pour cela, les aciers inoxydables duplex sont très employables dans les industries chimiques (organique et inorganique) et l'industrie des pâtes et papiers [25].

Chapitre I



Figure I.14: La résistance de l'acier 2205 dans : (a) Les solutions caustiques ; (b) Les solutions organiques [25].

I.5.5.1- La résistance à la corrosion localisée

Cette corrosion est localisée dans des milieux et des plages bien définies par influence des paramètres extérieurs, les principales corrosions localisées sont : la corrosion intergranulaire, la corrosion par piqûres, corrosion caverneuse, corrosion sous tension et corrosion par fatigue. Les aciers duplex représentent une forte résistance à ces différents types de corrosion.

Dans la corrosion par piqûres et sous tension, on détermine le nombre d'équivalent à la résistance aux piqûres ($PRE_N = \%Cr + 3.3\%Mo + 16\%N$) qu'il nous donnera une idée sur sa résistance à ces deux dernières. Lorsque PE_N est élevée, la résistance à la corrosion dans les milieux agressifs sera presque totale (pour l'acier 2205, le $PE_N = 36$) [4, 7].

La corrosion intergranulaire

Les aciers inoxydables duplex possèdent une très bonne résistance à la corrosion intergranulaire, grâce à leurs structures biphasées formées de la ferrite qui est plus riche en chrome que l'austénite et qui est plus riche en carbone que la ferrite [11]. Cette très bonne résistance à la corrosion intergranulaire due au niveau relativement élevée de la teneur en chrome obtenue après traitement de sensibilisation dans la zone de précipitation des carbures de chrome (entre α et γ), les phénomènes de diminution locale du chrome provoque cette corrosion dans les aciers austénitiques ou ferritiques est trop faible dans les aciers duplex [26]. Cette très bonne résistance de ces aciers est due à la

faible probabilité d'existence de joints des grains homogènes α/α et γ/γ sensibles aux phénomènes qui causent la corrosion intergranulaire **[26]**.

La corrosion par piqûres

Grâce à la haute teneur en chrome (22%) les aciers inoxydables résistent à la corrosion en général et en particulier à la corrosion par piqûres, et l'addition de molybdène (3%) combinée avec 0.16% d'azote, l'acier inoxydable 2205 aura la haute résistance aux piqûres par rapport aux aciers austénitiques 304 et 316 d'où leurs vaste domaines d'applications surtout dans les très agressifs (on voit sur la **Figure I.15**) **[25]**.



Figure I.15 : (a) Sensibilité à la corrosion par piqûres en solution de chlorure ; (b) Effet de la température sur la corrosion par piqûres dans la solution 10%Fe Cl₃6H₂O [25].

La résistance à la corrosion caverneuse

La résistance à la corrosion caverneuse est améliorée par les aciers duplex qui expliquent la poussée de domaine de passivation vers les hautes concentrations (le pH faible) dans les solutions chlorures et acides phosphoriques (*Figures I.16*), qui lui donnera un domaine d'application très étroit [25].



Figure I.16 : (a) Conditions de passivation de plusieurs aciers inoxydables dans la solution 10%Fe Cl₃6H₂O ; (b) La corrosion caverneuse dans la solution 30NaCl/l à 20°C [25].

> La résistance à la corrosion sous tension

La corrosion sous contraintes est dues relativement à la formation des fissures dans des milieux corrosifs, après une période d'incubation assez longue, les fissures se propagent rapidement et conduisent à la destruction du matériau [1].

Les aciers inoxydables duplex sont exactement pour l'amélioration de la résistance à la corrosion sous tension des aciers inoxydables. Il s'agit de l'utilisation des types d'aciers inoxydables dans le domaine agressif tel que les solutions contenant de chlorures et des conditions des gaz sulfureux dans les industries de transport du pétrole et du gaz (*Figure I.17*). Il est exactement très largement utilisé pour le soudage des tubes [25].



Figure I.17 : La résistance à la corrosion dans la : (a) solution chlorure ; (b) Les atmosphères de chlorures [25].

> La résistance à la fatigue-corrosion

Ces aciers inoxydables duplex sont les plus résistants à la corrosion à la fatigue par rapport aux aciers austénitique d'où l'importance de la biphasée de cet acier qui lui assure une ductilité pendant les cycles de fatigue (voir la *Figure I.18*) [25].



Figure I.18 : Les cycles de fatigue mécanique dans une solution eau de mer synthétique [25].

Soudabilité des Aciers Inoxydables Duplex

II.1 Définition

Le soudage est défini comme étant un procédé d'assemblage qui y a pour but d'assurer une continuité physique entre les deux éléments à rassembler. Cette dernière peut être obtenue par deux méthodes fondamentales différentes, soit par contact liquide/liquide (fusion locale le cas de notre soudure) ou par contact solide/solide (cas de la diffusion). Mais pour chaque matériau il y a la notion de la soudabilité qui recouvre trois aspects essentiels sont **[11, 27, 28]**:

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

II.2 Les principaux procédés de soudage

L'assemblage des aciers inoxydables peut s'effectuer par des nombreux procédés de soudage tels que : soudage à arc avec électrode enrobée, sous flux, procédé MIG, TIG, soudage au plasma, soudage par faisceaux d'électrons et par faisceaux laser [27].

Les procédés les plus utilisés et les plus efficaces pour le soudage des aciers inoxydables (cas des aciers inoxydables duplex) sont : le soudage TIG (Tungesten Inert Gaz Welding) et le soudage à l'arc avec électrode enrobée (SMAW).

II.2.1 Le Procédé TIG

Le soudage TIG est un procédé à l'arc sous protection d'un gaz inerte avec une électrode infusible (tungstène) où l'arc jaillit entre l'électrode de tungstène et la pièce à souder au sein de l'enceinte protégée (l'atmosphère du gaz inerte). Le métal d'apport est amené soit manuellement ou automatiquement dans le bain de fusion (*Figure II.1*).

L'électrode en tungstène peut contenir des éléments d'alliages qui favorisent l'émission électronique telle que le thorium. L'utilisation de gaz neutre permet la protection de l'arc et le bain fondu à l'atmosphère ambiante, dont le bain est protégé de l'atmosphère par la forme conique invisible de gaz inerte de protection Argon ou mélange Argon-Hélium (sont utilisés pour les aciers inoxydables qui convient tels que les aciers austénitiques, ferritiques et martensitique) ou par mélange Argon-Hydrogène (il est déconseillé pour les aciers ferritiques, martensitique et austéno-ferritiques car la présence de l'H₂ dans le bain de fusion peut provoquer une fragilisation du joint soudé) [**27, 29, 30**].
Chapitre II

Pour le soudage sans métal d'apport des aciers inoxydables duplex, on utilise souvent un mélange Argon-Azote pour but de maintenir l'équilibre ferrite-austénite dans le joint soudé, l'azote est utilisé pour baisser la teneur en ferrite à la racine des joints soudés grâce à sont puissant pouvoir gammagène. Pour le soudage avec métal d'apport, les produits utilisés comme métal d'apport sont soit sous forme de baguettes (en soudage manuel) ou sous forme de fil (en soudage automatique) [27].



Figure II.1 : Principe du soudage manuel par le procédé TIG (ou GTAW) [27].

Le procédé TIG est adopté pour le soudage des tôles d'épaisseurs très minces et tôles minces (jusqu'au 25 mm d'épaisseur), et il convient parfaitement pour le soudage des tubes minces et les pièces embouties de faibles épaisseurs **[29]**.

Ce procédé typique de soudage a des avantages et une bonne efficacité par rapport aux autres procédés, et ses principaux avantages sont **[29, 31, 32]**:

- Le soudage TIG peut s'effectuer sans métal d'apport contrairement aux d'autres procédés à l'arc (électrode enrobée, MIG, MAG,...).
- Une excellente stabilité de l'arc de soudage.
- La réalisation des cordons lisses de très bel aspect de surface, de bonne compacité et des excellentes propriétés mécaniques du joint soudé.
- Une très bonne protection contre l'atmosphère, d'où l'absence d'oxyde, l'inutile des opérations de nettoyage et suppression de laitier.
- > Très faible usure des électrodes réfractaires.
- Permet de réaliser des soudures sans inclusions métalliques ou gazeuses, même sur les métaux difficilement soudables.

II.2.2 Procédé à arc avec électrode enrobée

Le soudage à l'arc avec électrode enrobée est un procédé à la fois rapide et d'une bonne souplesse d'utilisation sur 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 métallique constitué par un fil en acier inoxydable qui permet la conduction de courant, apporte le métal, forme le cordon et comporte les éléments d'alliages devant assure une grande partie 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 [29]. Le procédé est schématisé dans la *Figure II.2*



Figure II.2 : Le schéma représentatif du principe de soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée (SMAW) [27].

Cet enrobage de l'électrode procède un triple rôle, sont [29] :

- Il protège le métal fondu du contact de l'acier et évite l'oxydation du chrome.
- Contribue à la bonne qualité métallique du joint à sa résistance à la corrosion.
- Stabilisateur de l'arc.

Le soudage à l'électrode enrobée s'applique particulièrement bien à toutes les formes d'assemblage en aciers au carbone et peu alliés. C'est un procédé qui se rencontre dans tous les domaines industriels (sur les chantiers comme soudage des ponts, les navires et des pipelines).

II.3 Le cycle thermique de soudage

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

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

La propagation de la chaleur du cordon vers l'extrémité de la pièce selon un gradient thermique provoque des phénomènes métallurgiques durant l'opération de soudage, et en un point donné de l'assemblage, il faut donc connaitre la variation de la température en fonction de temps, c'est-à-dire, le cycle thermique de soudage. Selon ce cycle, on peut enfin déterminer le choix des procédés de soudage et les modes opératoires. La courbe $\theta = f(t)$ tracé en un point A au voisinage d'une soudure est représentée dans la *Figure II.3*.



Figure II.3 : Variation de la température θ en fonction de température au point A lors de chauffage et de refroidissement [28].

D'où :

L θ_m : La température maximale atteinte.

 T_S : Le temps de séjour au dessus d'une température θ_S .

 $T_R(\theta_1, \theta_2)$: Temps de refroidissement entre deux températures θ_1 et θ_2 .

 V_R : Vitesse de refroidissement à une température θ_R .

Chapitre II

En plus, en un point de l'assemblage, ces dernières grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent place en ce point. Par exemple, la répartition thermique aux alentours d'une soudure qui se détermine par la courbe $\theta_m = f(x)$ (*Figure II.4*), qui donne la variation de la température maximale θ_m atteinte en chaque point en fonction de la distance (x).



Figure II.4 : Variation de la température θ_m en fonction de la distance x aux alentours de joint soudé [28].

A travers le cycle de soudage, le gradient thermique provoque des changements microstructuraux dans le métal de base. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point. Après soudage, on distingue successivement, selon l'axe de cordon (x), les zones suivantes (*Figure II.5 et II.6*) :

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



Figure II.5 : Schéma typique d'une structure austéno-ferritique des trois principales zones après soudage [34].



Figure II.6 : La structure métallographique de la soudure (MB, ZAT et ZF)

II.4 Les principaux défauts aux joints soudés

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

- Le manque de pénétration : Ce défaut est grave, il engendre une réduction de la section du métal de la soudure et constitue une amorce rupture.

- Le manque de fusion : Il est du au fait que le métal de base n'a pas été chauffé à une température suffisante d'où l'absence de la liaison avec le métal d'apport fusionné.
- La porosité : Résulte de l'inclusion de gaz dans le métal fondu sous forme des bulles isolées, ces cavités se nomment des soufflures ou des piqûres.
- Les inclusions : On distingue les inclusions d'oxyde et les inclusions de laitier, sont essentiellement notables dans les procédés soudage non protégés.
- La fissuration à chaud : On distingue deux types de fissures : les fissures de solidification sont localisées dans les directions de solidification et les fissures de liquation sont remarquables dans la ZAT.
- La fissure à froid : Elles sont souvent apparaissent à des basses températures (au dessous 200°C). elles sont fines et non pas d'orientation privilégiée par rapport à la microstructure, elles se développent souvent dans la ZAT mais parfois dans le métal fondu.
- La fissuration au réchauffage : Elle est de caractère intergranulaire, et se rencontre essentiellement dans la ZAT à gros grains et rarement dans le métal fondu.
- Les microfissures : Ce sont des fissures à l'échelle microscopique, elles sont souvent liées à la présence d'hydrogène et à la trempe.

En plus des défauts cités, on constate des défauts au niveau des cordons, qui peuvent accentuer les risques de corrosion et la rupture par la fatigue, ce sont [15]:

- Les cordons trop bombés : sont dus à l'intensité trop faible du courant et un balancement insuffisant de l'électrode.
- Les cordons trop étalés dus à la très importance de l'intensité du courant et le surchauffage des pièces.
- Les cordons irréguliers résultent souvent d'un choix défectueux de l'intensité du courant de soudage ou de l'utilisation d'électrodes non appropriées au métal des pièces.

II.4 Soudabilité des aciers inoxydables duplex

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

- Les cycles thermiques rapides provoquent une forte formation de ferrite dans le joint soudé ce qui a pour effet de détériorer les caractéristiques de résilience.
- > Les cycles thermiques lents favorisent la formation de l'austénite au refroidissement et ils provoquent aussi la précipitation des nitrures et les phases intermétalliques (phase σ) dont les effets néfastes sur la résistance à la corrosion et sur la résilience. Généralement, pour éviter ces phénomènes, il faudra prendre précaution de garder l'énergie de soudage entre 8 et 18 kJ/cm et de maintenir la température entre passes au dessous de 100 à 120°C **[33]**.

II.5.1 Solidification et structure des soudures du duplex

Le mode de solidification et de refroidissement influent sur les propriétés de soudages des métaux, et la différence de structure et du gradient thermique entre le métal d'apport et le métal de base provoque une différence microstructurale entre ces derniers.

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se font suivant le mode épitaxie à partir du métal de base au joint fusionné, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique **[15]**.

La formation de l'austénite initie sur les sites intergranulaires, ensuite, elle est suivie par la formation de l'austénite type Widmanstätten.

Etant donné que la germination de l'austénite aura lieu dans les joints des grains, une fine taille des grains ferritiques engendrent les taux élevés d'austénite. Souvent, le taux de ferrite dans le métal fondu dépend à la fois de la composition chimique et la vitesse de refroidissement, pour des vitesses lentes de refroidissement conduit à la formation en plus de l'austénite, par contre, pour les refroidissements brusque, on aura une faible teneur d'austénite formé [15]. Donc, la formation de toute structures dans le métal de base est directement influencé par les différents phénomènes extérieurs (le cycle thermique de soudage) et les phénomènes intérieur (tel que la composition chimique), et le mécanisme qui gouverne la formation de ces phases est la diffusion entre phases.

II.5.2 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés

Le problème essentiel c'est avoir maîtrisé la soudabilité de l'acier et de contrôler la teneur en ferrite du joint soudé (zone fondue et la zone affectée thermiquement) [11]. Lors de soudage, le cycle thermique provoque l'augmentation important de taux de ferrite dans la ZF et la ZAT [15].

La possibilité d'évaluer la teneur en ferrite retrouver dans ces zones à l'état brut de soudage est très indispensable. Cela est rendu possible grâce à un certaines techniques telles que :

- La ferritoscopie qui utilise la propriété de ferromagnétisme de la ferrite.
- L'exploitation de logiciels d'analyse quantitative des structures métalliques.
- L'exploitation des aciers représentations graphiques connues sous le nom de « diagramme de constitution », ces diagrammes ont été développés dans les dernières années afin de prédire avec précision la quantité de ferrite dans le soudage des aciers inoxydables. Parmi ces diagrammes, on cite les deux principaux diagrammes :

- Le diagramme de Schaeffler

Ce diagramme est représenté dans la *Figure II.6*, il permet de prévoir la microstructure à l'ambiante des zones soudées, le diagramme utilise la notion du nickel et le chrome équivalent pour tenir compte des teneurs respectives en éléments gammagènes et alphagènes [5].

Notons bien que le diagramme de Schaeffler ne prédit pas les microstructures duplex, ce dernier a été modifié par Dulong en tenant compte de l'azote [5, 11].



Figure II.6 : Diagramme du Schaeffler [33].

- Diagramme de WRC 1992

Ce diagramme est le plus récent et le plus précis (**Figure II.7**) où il a prit en considération l'influence de l'azote et le cuivre (donc applicable sur les aciers inoxydables duplex).

Les équivalents de chrome et de nickel sont :

Cr eq = %Cr + %Mo + 0,7%Nb.Ni eq = %Ni + 35%C + 0,25%Cu + 20%N.



Figure II.7 : Diagramme WRC [15].

II.5.3 Transformations structurales des phases durant le soudage des aciers duplex

Les transformations microstructurales durant le processus de soudage sont très complexes et dépendent à la fois de la composition chimique du matériau et du cycle thermique de l'assemblage. Au cours de cette opération, la ZAT est chauffée à haute température en provoquant la transformation de l'austénite en ferrite (δ) et la croissance du grain de ce dernier. A cet effet, l'acier devient totalement ferritique, mais lors de refroidissement, la phase austénitique apparait [20,35]. La transformation $\gamma \rightarrow \delta$ est plus dominante dans cette zone durant les deux cycles de chauffage et refroidissement [35]. La ZAT peut être le siège d'une précipitation des carbures de chrome à une certaine distance de la zone fondue car la température de leurs formations est atteinte et les vitesses de refroidissement appropriées.

On peut constater même d'autres transformations des phases qui se manifestent dans les aciers inoxydables duplex, parmi elles : la précipitation des nitrures de chrome (Cr₂N) dans la matrice ferritique, la précipitation des composés intermétalliques (les phases σ , χ , π et la phase R), ainsi que la précipitation de l'austénite secondaires (γ 2) dans la ferrite [**15 35**].

II.6 Traitements thermiques des soudures en acier inoxydables duplex

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ne sont pas sensibles à la corrosion intergranulaire. De ce point de vu, ces derniers n'exigent aucun traitement thermique après soudage. Dans le but d'éviter toute transformation de ferrite, on évite toujours de ne pas pratiquer ni préchauffage ni post-chauffage.

Parfois, le processus du soudage peut déstabiliser l'équilibre ferrite / austénite dans le joint soudé, et pour le rétablir, le seul traitement préalable après soudage est l'hypertrempe [4]. Ce précédent, permettra l'obtention aux joints soudés une structure biphasé homogène (50% ferrite et 50% austénite) par la réduction de la teneur en ferrite dans les régions de la ZAT et la ZF. La température de l''hypertrempe est de l'ordre de 1050°C pour les nuances sans Molybdène et de 1100°C pour les nuances avec Molybdène [11].

Procédure Expérimentale

III.1 Matériau étudié

Dans notre travail, nous avons choisi un acier inoxydable duplex (austénoferritique 50/50) de la désignation UNS S31803, et selon la norme ASTM est SAF 22 05. Ce choix est justifié pour les raisons suivantes :

- ✓ Il a une bonne soudabilité aux basses températures (soudage des pipelines)
- ✓ Une bonne résistance à la corrosion sous contrainte (utilisation dans les domaines chlorurés et acide comme le domaine pétrolier et stockage des produits chimiques agressifs).

Les échantillons fournis sont des éprouvettes d'une taille uniforme, d'épaisseur 8 mm et de longueur 2.7cm qui ont déjà subit un travail de vieillissement à 350°C et 475°C.

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

- Au dessus de 1480, l'acier est liquide
- Entre 1480 et 1460°C, la formation ou la précipitation de la phase ferritique δ (en alliage liquide + ferrite δ)
- Entre 1460 et 1220°C, l'acier se refroidit sans aucun changement de composition
- Au dessous de 1220°C, l'austénite précipite jusqu'à l'état ambiante (*Figure III.1*).

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

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



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

III.1.1 Analyse chimique de matériau

Les analyses chimiques ont été effectuées sur l'acier duplex 22 05 au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND) par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X [36]. Les résultats de cette analyse sont inscrits dans le *Tableau III.1*.

Tableau III.1 : Les résultats de l'analyse chimique du métal de base UNS S 31803

Éléments	С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Mo	Ν	Cu
%	0.04	0.74	0.36	0.024	0.019	21.8	5.7	2.76	0.144	0.060

Ces résultats obtenu sont proche des analyses théorique et les primordial (la norme ASTM), *Tableau III.2.*

Tableau III.2 : Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 22 05 selon lanorme ASTM

Éléments	С	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	Ν
%	0.03	2.00	1.00	0.03	0.02	21 - 23	4.5 - 6.5	2.5 - 3.5	0.08 - 0.2

III.1.2 Les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié

L'acier étudié (UNS S31803) possède de bonnes propriétés de ténacité avec une ductilité moyenne et une résilience acceptable. Les caractéristiques mécaniques sont présentées dans le **Tableau III.3.**

Tableau III.3 : Propriétés mécaniques de métal de base de l'acier SAF 22 05

Désignation	Re _{0.002} (MPa)	Rm (MPa)	Allongement (%)	KCV (daJ/cm ²)	Dureté HRC
SAF 22 05	523	677	36	22.5	23

III.2 Réalisation de la Soudure

III.2.1 Choix des procédés d'assemblage (Soudage)

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

- Le procédé TIG (Tungsten Inerte Gaz Welding) pour la réalisation de la première passe (passe de pénétration).
- Le procédé à l'arc avec électrode enrobée pour la réalisation des autres passes (les passes de bourrage et de finition).

Le choix de ces procédés est conforme à la norme en raison de la très bonne qualité de la soudure obtenue.

III.2.2 Métal d'apport utilisé

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

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

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

			1		1		1	1		
	Éléments									
SAF 22 09	С	Mn	Si	Cr	Ni	Мо	Р	S	N	Cu
% (massique)	0.015	1.3	0.5	22.5	8.5	3.0	-	-	0.14	-

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

Par comparaison de cette composition avec celle de métal de base, on remarquera que la teneur en Carbone dans ce métal (0.015%) est inferieure à celle de métal de base (0.04%) ce qui minimise éventuellement la précipitation des carbures de chrome, en revanche, la teneur en Nickel dans le métal d'apport est plus élevée à celle de métal de base pour but de stabiliser l'austénite dans la zone fondue (ZF), et pour la teneur de Chrome éventuellement représente une petite légère augmentation par rapport à ce qui y est dans le métal de base pour la compensation de la perte causée par la volatilisation et par le refroidissement rapide de la zone fondue lors de soudage. Pour les autres éléments, tous sont dans la limite recommandée par la norme des aciers inoxydables duplex.

III.2.3 Les paramètres de soudage

Les paramètres de cette soudure ont été choisis selon la composition de métal, les dimensions d'assemblage et des procédés utilisés. Pour notre soudure, ces paramètres sont ce qui définit par la norme ASME SECTION IX 2000 (voir l'annexe norme de soudage).

III.2.4 Soudage des tubes en aciers inoxydable duplex

La soudure a été réalisée au sein de l'entreprise nationale G.T.P à Réghaya [36, 37, 38] sur des tubes en acier inoxydable duplex 22 05 (*Figure III.2*) suivant ces étapes :

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



Figure III.2 : La longueur des tubes à souder

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

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

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

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

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

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

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

9. Réalisation de la troisième passe (passe de finition) : précédemment, le contrôle de la température d'inter-passes qui est de 150°C, de même pour la

Chapitre III

réalisation de cette passe que la deuxième passe, sauf qu'avant d'exécuter cette passe de finition, ils ont enlevés le laitier produit lors de la deuxième passe par meulage et le cordon a été nettoyé par brossage.

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

III.3 Le travail expérimental

L'objectif de notre étude est d'étudier les caractéristiques des soudures en acier inoxydable duplex ci-dessus soumises à des conditions de cycle choc thermique. Les échantillons ont été préparés grâce à l'aimable collaboration avec les ingénieurs du département soudage de l'entreprise G.T.P. de Reghaia. Le plan de notre travail est composé deux parties comme suit :

- Partie 1 : Traitement de vieillissement thermique :
 - Traitement de vieillissement thermique à deux températures différentes (350°C et 475°C) de 100h jusqu'à 500h.
 - Préparation métallographique et attaque électrolytique
 - Caractérisation structurale par microscope optique
 - Analyse quantitative : mesure des taux de phases (ferrite, austénite et le précipité s'il y en a).
 - Mesure de la micro-dureté des phases dans les trois zones de la pièce (MB, ZAT et ZF)
- Partie 2 : Cycles de chocs thermiques :
 - Les cycles de chocs thermiques (10 hypertrempes à 1050°C et 1200°C avec un maintien de 30 min).
 - Préparation métallographique et attaque électrolytique
 - > Caractérisation structurale par microscope optique
 - > Analyse quantitative par taux des phases
 - Mesure de la microdureté des phases dans les trois zones du métal.

III.4 Traitement de vieillissement thermique

Ces traitements thermiques sont effectués dans un four à chambre (*Figure III.3*) au sein du laboratoire de Métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique. Les conditions de traitement de vieillissement sont :

- Températures de traitement : 350°C et 475°C
- Durée totale de maintien 500h.



Figure III.3 : Four des traitements thermiques température max 1200°C

III.5 Les cycles de choc thermiques

Ces types de choc thermique sont effectués dans le même four que le vieillissement thermique (**Figure III.3**). Le but de ces cycles de choc thermique est d'étudier l'évolution des soudures après les chocs thermiques énergiques, pour cela, nous avons pratiqué deux séries de 10 cycles d'hypertrempe. La première série, c'est le chauffage à la température de 1050°C et la deuxième à 1200°C, puis on les trempe dans un bac d'eau. La **Figure III.5** montre un cycle de choc thermique pour une température de 1050°C.



Figure III.4 : Schéma représente exemple le cycle de choc thermique à 1050°C.

III.6 Méthodes de caractérisation

III.6.1 La caractérisation métallographique

L'examen de la métallographie permet de révéler la microstructure (les phases existantes, ainsi que les défauts structuraux,) des échantillons examinés. Notre étude métallographique à été réalisée sur deux types d'échantillons :

- Echantillons qui ont subit le vieillissement thermique à 350°C et 475°C
- Echantillons qui ont subit des chocs thermiques à 1050°C et à 1200°C.

III.6.1.1 Préparation de l'échantillon

La préparation des échantillons commence par une série de polissage avec du papier abrasif de granulométrie croissante 120, 180, 240, 400, 600, 800, 1000 et 1200 sous lubrification d'eau, En suite, l'échantillon est nettoyé dans un bac à ultrasons pour faire disparaitre les suspensions d'alumine et les résidus de polissage, suivie d'une finition par un papier feutre avec de l'alumine de granulométrie de 1 μ m puis de 0.3 μ m pour avoir à la fin un état miroir. Cette procédure est effectué pour les trois partie de notre travail par un appareil appelé « polisseuse », à la fin, on les séchera avec le séchoir des cheveux.

III.6.1.2 Attaque métallographique

L'attaque métallographique est effectuée durant tout notre travail, c'est une attaque électrolytique. Nous avons utilisé deux solutions (acide oxalique 10% et une solution de KOH 10N) pour but de pouvoir distinguer et révéler toutes les phases existantes (KOH 10N) et les joints des grains et les fissures intra-granulaires et intergranulaires entre phases (acide oxalique10%).

Avant d'entamer cette expérience, il faut premier, lieu la préparation des solutions, en suite de réaliser le dispositif pour faire l'attaque convenablement avec la prise de tous les paramètres qui influent sur l'obtention d'une bonne attaque (l'état de surface des échantillons, la concentration des solutions, et la durée de l'attaque) *Tableau III.5.* La cellule d'attaque électrolytique est schématisée dans la *Figure III.7*.

Tableau III.5 : Description des solutions utilisées et les paramètres d'attaques

Chapitre III

Procédure Expérimentale

Ту	pe de solution	Composition et paramètres de l'attaque
Electrolytique	KOH (Formule : KOH)	Concentration : 10N (56g de KOH dans 100ml H ₂ O) Tension : 6 V Temps : 20s à 35s
	Acide oxalique (Formule : C ₂ H ₂ O ₄ .2H ₂ O)	Concentration : 10% (10g dans 100ml H ₂ O) Tension : 6 V Temps : 1 min à 1min 30s



Figure III.5: Schéma représentatif de l'attaque électrolytique

III.6.1.3 Observations microstructurales par microscope optique

Les observations microstructurales sont effectuées au sien de l'laboratoire de Métallurgie à l'Ecole National Polytechnique. L'appareil utilisé est un microscope optique (OLYMPUS BX51M) muni d'une caméra numérique (SONY) reliée à un ordinateur pour l'acquisition des micrographies recherchées et obtenues (*Figure III.8*). Après traitements thermiques, tous nos échantillons sont observés dans les trois zones effectif (le métal de base MB, la zone affectée thermiquement ZAT et la zone fondue ZF).



Figure III.6 : Les équipements nécessaires pour prendre la micrographie.

III.6.1.4 L'analyse et traitement d'image : calcul de taux des phases et précipité.

L'utilisation de la microscopie optique et d'un logiciel de traitement et d'analyse d'image permet d'obtenir des valeurs quantitatives des paramètres de la structure de la soudure. Cette technique nous a permi d'utiliser le logiciel Image J nous a permi de calculer le taux de ferrite dans les trois zones de la ferrite. L'utilisation du logiciel Image J pour le calcul du taux de ferrite est bien détaillé dans l'*Annexe*, la *Figure III.9* résume toutes les étapes optimales.



Figure III.7 : Les principales étapes effectuées pour calculer le taux de phase (austénite ou ferrite) par l'imageJ, (a) l'image initiale, (b) l'image traitée, (c) l'image binaires, (d) la valeur de la fraction.

III.6.2 La caractérisation mécanique

Dans notre travail, on a réalisé que les mesures de la micro-dureté à l'aide d'un micro-duromètre » au sein de laboratoire solution solides, faculté Physique USTHB.

III.6.2.1 Essai de micro-dureté

L'essai de la micro-dureté consiste à appliquer une charge d'appui donnée (notre cas c'est la charge 200gf) sur l'échantillon en question. La dureté des phases (ferrite et austénite) a été calculée après la mesure des diagonaux de l'empreinte laissée par le pénétrateur Vickers sur la surface de l'échantillon (la surface de l'échantillon obligatoirement polie puis attaquée et la valeur de la dureté est déduite de catalogue de l'appareil), la durée de maintien de la charge lors de pénétration est de 10 secondes. L'appareil utilisé c'est le micro-duromètre (HMV-M3, SHIMADZU).

Résultats

et Interprétations

A l'état d'équilibre, l'acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) 22 05 a une structure biphasée (50% austénite et 50% ferrite). A l'état de soudure, les conditions du soudage, créent un état structural différent par la composition chimique, par la morphologie de la structure et par les propriétés.

IV.1- La microstructure de la soudure

La soudure comprend, sur le plan structural, trois zones. La *Figure IV.1* représente ces trois zones (le métal de base MB, la zone affectée thermiquement ZAT et la zone fondue ZF).

Les trois zones sont composées des mêmes phases : austénite et ferrite. Les deux phases, distinguée par l'attaque électrolytique (KOH 10N) où la ferrite foncé et l'austénite en clair, différent par leur morphologie et par leur fraction volumique.



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

1) Métal de base (MB)

La zone du métal de base n'a pas subit de modification structurale car les températures atteintes lors des opérations de soudage sont inferieur à 500°C. D'après la *Figure IV.1*, la morphologie des phases est de structure en bande car le matériau a subi un laminage à froid. Les grains de ferrite et d'austénite sont allongés suivant la direction de laminage. Le taux de ferrite reste voisin de 50 %

2) La zone affectée thermiquement (ZAT)

C'est la zone qui a subit un traitement thermique lors du chauffage et de refroidissement rapide de la soudure, les températures atteinte lors de ce procédé sont de l'ordre de 900°C. La zone affectée thermiquement se distingue par ça structure en forme de grains polyédriques particulièrement les grains ferritique due au chauffage et refroidissement de la ZAT à chaque passe réalisé lors de soudage. L'effet d'une surchauffe est bien visible (*Figure IV.1*).

3) La zone fondue (ZF)

Lors de la solidification rapide de métal fondu, cette zone sera très chaude contrairement au métal de base (zone froide), donc se refroidie rapidement d'où la structure aciculaire type Widmanstätten. Dans cette zone (ZF), les grains sont de taille très faible dont la densité des joints des grains est élevée (*Figure IV.1*.) Le taux de ferrite est légèrement supérieur à 50 % (*Figure IV.2*)



Figure IV.2 : Le taux de phase dans les trois zones (MB, ZAT et ZF)

Chapitre IV

On a remarqué que la phase ferritique est très dure dans la zone affectée thermiquement (d'ordre de $320 \text{ HV}_{0.2}$) *Figure IV.3*



Figure IV.3 : La microdureté des phases de la soudure

IV.2- Comportement structural de la soudure au cours du vieillissement

L'étude de vieillissement a été effectué à deux températures 350°C et 475°C jusqu'à 500 heures. Nous avons constaté un effet considérable sur l'évolution microstructurale dans les trois zones (MB, ZAT et ZF).

IV.2.1- Sur la microstructure

IV.2.1.1- Le vieillissement à 350°C

1) Métal de base (MB)

Le traitement de vieillissement dans cette zone n'a pas d'effet sur la micrographie des phases et sur le taux de ferrite jusqu'à 300 heures. Les figures (*Figure IV.4, IV.5*) montrent la même structure en bande des deux phases avec la conservation des tailles et du taux de ferrite. Après une durée de 500 heures, la forme des grains semble évoluer vers une structure polyédrique (*Figure IV.6*).



Figure IV.4 : Vieillissement du métal de base après 100h à 350°C



Figure IV.5 : Vieillissement du métal de base après 300h à 350°C



Figure IV.6 : Vieillissement à 350°C du métal de base après 500h

La zone affectée thermiquement (ZAT)

On constate, dans cette zone, que les grains ferritiques grossissent dans la matrice austénitique, et ce à partir de 100h jusqu'au 500h. La structure en bande des grains ferritiques et austénitique disparait progressivement pour une nouvelle structure granulaire polyédrique. La taille des grains est particulièrement élevée dans la zone frontalière avec la zone fondue. Les figures (*Figure IV.7, IV.8 et IV.9*) montrent cette évolution des grains et le taux de la ferrite selon la durée de vieillissement.





Figure IV.7 : Vieillissement de la ZAT après 100h à 350°C

Figure IV.8 : Vieillissement de la ZAT après300h à 350°C



Figure IV.9 : Vieillissement de la ZAT après 500h à 350°C

2) La zone fondue (ZF)

Dans cette zone, la forme des grains reste de forme aciculaire mais avec une évolution dans le taux de ferrite lorsque le maintien est prolongé. Après 500 heures de maintien à la température de 350 °C, la structure aciculaire est toujours présente. Les figures (*Figure IV.10, IV.11, IV.12*) illustrent cette variation métallographique.





Figure IV.10 : Vieillissement de la ZF après 100h à 350°C

Figure IV.11 : Vieillissement de la ZF après 300h à 350°C



Figure IV.12 : Vieillissement de la ZF après 500h à 350°C

IV.2.1.2- Le vieillissement à 475°C

A cette température, les effets thermiques sont plus importants et la cinétique de précipitation de la ferrite alpha prime est optimale.

1) Le métal de base (MB)

A la température 475 °C, la morphologie des grains tend vers la forme granulaire polyédrique (la forme la plus stable), (voir les *Figures IV.13, IV.14 et IV.15*). L'analyse des figures IV.14 et IV.15 montre que les modifications structurales sont déjà présentes à 300 heures.





Figure IV.13 : Vieillissement de MB après 100h à 475°C

Figure IV.14 : Vieillissement de MB après 300h à 475°C



Figure IV.15 : Vieillissement de métal de base après 500h à 475°C

2) La zone affectée thermiquement (ZAT)

La morphologie des grains ferritiques a complètement changé au maintien de 500h où les grains prennent la forme entièrement isotrope. Dans la zone frontalière de la zone fondue, le grossissement des grains est important. Les figures (**Figure IV.16**, **IV.17**, **IV.18 et IV.19**) reflètent ces changements



Figure IV.16 : Vieillissement de la ZAT après 100h Figure IV.17 : Vieillissement de la ZAT après 300h à 475°C à 475°C



Figure IV.18 : Vieillissement dans la ZAT après 400h Figure IV.19 : Vieillissement de la ZAT après 500h à 475°C à 475°C

3) La zone fondue (ZF)

La zone fondue, tend à perdre sa structure aciculaire au cours des maintiens à 475°C. A un maintien de 500 heures, les deux phases subissent un grossissement. Et la tendance à une évolution vers une structure moins aciculaire se précise. (*Figure IV.20, IV. 21 et IV. 22*).





Figure IV.20 : Vieillissement de la ZF après 100h à 475°C

Figure IV. 21 : Vieillissement de la ZF après 300h à 475°C



Figure IV.22 : Vieillissement de la ZF après 500h à 475°C

IV.2.2- Sur les taux de ferrite δ

Le long de ces traitements thermiques de vieillissement, les changements structuraux provoquent aux même temps la variation dans le taux de chaque phase : le taux de ferrite diminue et celui de l'austénite croit légèrement.

IV.2.2.1- La zone de Métal de Base (MB)

Dans la zone de métal de base, les résultats obtenus par les calculs effectués par le logiciel Image J sont bien illustré par la *Figure IV.23*. Les résultats des mesures du taux de ferrite sont inscrits dans le Tableau IV.1 placé dans l'Annexe. Le taux de ferrite décroit légèrement dans le métal de base. L'abaissement du taux est plus important au cours du vieillissement à 475 °C.



Figure IV.23 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur le taux de ferrite dans MB

IV.2.2.2- La zone affectée thermiquement (ZAT)

Le taux de ferrite décroit sensiblement dans cette zone. Le résultat obtenu par l'Image J est illustré dans le Tableau IV.2 (voir l'Annexe), La chute est plus importante au cours du vieillissement à la température de 475°C (*Figure IV.24*).



Figure IV.24 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur le taux de ferrite dans la ZAT

IV.2.2.3- La zone fondue (ZF)

De la même manière que précédemment, le résultat obtenu est de même évolution mais avec une vitesse différente, et le taux de ferrite diminue aussi dans cette zone mais avec une vitesse plus grande que les précédentes zones (*Figure IV.25*).



Figure IV.25 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur le taux de ferrite dans la ZF

Dans les *Figures IV.26 et IV.27* sont représentées les variations du taux de ferrite, lors de vieillissement à 350 °C et à 475 °C, Le taux de ferrite est plus élevé dans la zone fondue. La ZAT est plus riche en ferrite que le métal de base. La diminution du taux au cours du vieillissement suit la même allure.



Figure IV.26 : Effets du vieillissement à 350°C sur le taux de ferrite



Figure IV.27 : Effets du vieillissement à 475°C sur le taux de ferrite

IV.2.3- La micro-dureté des phases ferritiques (δ) et austénitiques (γ)

Une variation de la dureté des deux phases a été constatée au cours du vieillissement. Les résultats des mesures sont présentés dans l'Annexe.

IV.2.3.1- Dans la zone de métal de base (MB)

La micro-dureté sur les phases δ et γ dans le métal de base subit des variations notables au cours du vieillissement. Ces variations sont représentées dans la *Figure IV.28*, on remarquera que la dureté de la ferrite augmente et celle de l'austénite décroît. Le phénomène se produit de la même manière aussi bien à 350 qu'a 475 °C. Le durcissement de la ferrite est plus important au cours du vieillissement à 475 °C.



Figure IV.28 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite dans la MB

IV.2.3.2- Dans la zone affectée thermiquement (ZAT)

La dureté des deux phases dans la zone affectée varie de la même manière que dans le métal de base (*Figure IV.29*).



Figure IV.29 : Effets du vieillissement à 350°C et 475°C sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite dans la ZAT

IV.2.3.3- Dans la zone fondue (ZF)

Dans la zone fondue, on ne peut pas révéler la micro-dureté de chaque phase car les grains sont de taille très fines (structure dendritique aciculaire ou Widmanstätten), donc on parlera de la micro-dureté de la ZF non pas des phases. Les résultats sont représentés dans la *Figure IV.30*



Figure IV.30 : L'évolution de la micro-dureté dans la ZF après vieillissement à 350°C et 475°C

IV.3- Les cycles de choc thermiques

IV.3.1- La micrographie après les cycles de choc thermiques à 1050°C

Les chocs thermiques comme on les a expliqués dans la partie « procédure expérimentale », ont une grande influence sur les morphologies de la microstructure et sur la fraction de la ferrite dans les trois zones de la soudure. Lorsque le nombre de cycle des chocs augmente, les changements sont très significatifs, et exceptionnellement dans la zone fondue, on remarquera une précipitation de la phase sigma.

IV.3.1.1- Métal de base (MB)

Les effets de cycle de chocs thermiques sur l'acier duplex (métal de base) sont sensiblement remarquables, les figures (*Figure IV.31, IV.32, IV.33 et IV.34*) illustrent les changements structuraux selon le nombre de cycle. L'austénite évolue vers un réseau continu et parallèle de grains comme si de nombreux grains sont collés entre eux avec la disparition de leur interface. Parallèlement à ces réseaux, nous constatons la présence de l'austénite dans les grains de ferrite. La ferrite se présente sous la forme de grains plus fins comme si elle a subi une fragmentation. Ces grains fins sont sous forme d'un réseau continu parallèle au réseau des grains d'austénite.



Figure IV.31 : La MB après un cycle à1050°C



Figure IV.32 : La MB après 3 cycles à 1050°C



Figure IV.33 : La MB après 7cycles à1050° C



Figure IV.34 : La MB après 10 cycles à 1050°C
IV.3.1.2- La zone affectée thermiquement (ZAT)

Dans cette zone (ZAT), les effets des cyclage thermique sur la microstructure sont très significatifs : constitution des réseaux continus de l'austénite et fragmentation de la ferrite en grains très fins. A la différence avec le métal de base, le réseau d'austénite n'est pas parallèle avec la ferrite mais distribué dans le volume. Ceci est du à la structure initiale de la zone affectée (*Figure IV.35, IV.36, IV.37 et IV.38*).







Figure IV.36 : La ZAT après 4 cycles à 1050°C





Figure IV.37 : La ZAT après 8 cycles à 1050°C



Figure IV.38 : La ZAT après 10 cycles à 1050°C

IV.3.1.3- La zone fondue après les hypertrempes (ZF)

Dans la zone fondue, les effets du cyclage thermique se traduisent par la disparition progressive de la structure aciculaire avec un grossissement des grains des deux phases, par effets de coalescence. (*Figure IV.39, IV.40, IV.41 et IV.42*).



Figure IV.39 : La ZF après un cycle à 1050°C



Figure IV.41 : La ZF après 7 cycles à 1050°C



Figure IV.40 : La ZF après 3 cycles à 1050°C



Figure IV. 42 : La ZF après 10 cycles à 1050°C

IV.3.2- La micrographie après les cycles de choc thermiques à $1200^{\circ}C$

A 1200°C, les cycles de choc thermiques effectuent de la même manière que dans le cas des cycles à 1050 °C la microstructure de la soudure. La cinétique à 1200 °C est plus importante.

IV.3.2.1- Le métal de base après les cycles de choc thermiques à 1200°C

Dans cette zone, Le cyclage des chocs thermiques a un effet considérablement sur la morphologie des grains. La constitution des réseaux continus et parallèles des deux phases. Contrairement à 1050 °C, nous ne constatons pas la fragmentation de la ferrite. (*Figure IV.43, IV.44, IV.45 et IV.46*)



Figure IV.43 : La MB après 1 cycle à1200°C



Figure IV.44 : La MB après 3 cycles à 1200°C



Figure IV.46 : La MB après 10 cycles à 1200°C

IV.3.2.2- La zone affectée thermiquement après les cycles de choc thermiques à 1200°C

Dans cette zone (ZAT), lorsque le nombre de cycles de choc thermique augmente, la structure aciculaire disparait complètement après les premiers cycles. Les deux phases ont une distribution normale dans le volume. Figures (IV.47, IV48, IV49 et IV.50)



Figure IV.47 : La ZAT après un cycle à 1200°C



Figure IV.48 : La ZAT après 4 cycles à 1200°C



Figure IV.49 : La ZAT après 7 cycles à 1200°C



Figure IV.50 : La ZAT après 10 cycles à 1200°C

IV.3.2.3- La zone fondue (ZF) après les cycles de choc thermique à 1200°C

Dans cette zone, on constate la disparition progressive de la structure aciculaire de la même manière qu'à 1050 °C. Les variations sont plus rapides à 1200°C. (*Figure IV.51, IV.52, IV.53, IV.54 et IV.55*).



Figure IV.51 : La ZF après un cycle à



Figure IV.53 : La ZF après 8 cycles à 1200°C



Figure IV.52 : La ZF après 4 cycles à 1200°C



Figure IV.54 : La ZF après 10 cycles à 1200°C



Figure IV.55 : La Zone dans la ZF proche de la ZAT après 10 cycles à 1200°C

IV.3.3- Variation du taux de ferrite dans les trois zones

Le cyclage thermique brutal a un effet très marqué sur le taux de ferrite dans les trois zones de la soudure. L'évolution du taux se fait de la même manière dans les deux températures. Cependant, la cinétique est plus importante à 1200 °C

IV.3.3.1) Le Métal de base

Les résultats obtenus sont à la première hypertrempes croissants et ensuite se décroit, ces résultats sont représentés dans la *Figure IV.56*. Dans le premier cycle, le taux augmente jusqu'à 52 % puis diminue progressivement pour les cycles suivants.



Figure IV.56 : Effets des chocs thermiques à 1050°C et 1200°C sur le taux de ferrite dans le métal de base

IV.3.3.2) La zone affectée thermiquement (ZAT)

Le taux de phase ferritique obtenus dans la ZAT diminue pendant les quatre premiers cycles puis subit une augmentation pendant les cycles suivants (*Figure IV.57*)



Figure IV.57 : Effets des chocs thermiques à 1050°C et 1200°C sur le taux de ferrite dans la zone affectée thermiquement

IV.3.3.3) La zone fondue (ZF)

Le taux de ferrite, dans la zone fondue, croit pendant le premier cycle, puis diminue progressivement pendant les cycles suivants *Figure IV.58*.



Figure IV.58 : Effets des cycles de choc thermiques à 1050°C et 1200°C sur la microdureté des phases δ et γ dans la zone fondue

IV.3.4- Effets du cyclage thermique sur la microdureté de la ferrite et de l'austénite

Les résultats montrent que la microdureté des deux phases augmente au cours des cycles de choc thermique. Les variations de la dureté sont identiques pour les deux phases et dans les deux cas de températures (*Figure IV.59, IV.60 et IV.61*).

IV.3.4.1) Microdureté des phases dans le métal de base

La microdureté de la ferrite est supérieure à celle de l'austénite aussi bien à 1050 qu'a 1200 °C. D'autre part, le durcissement des deux phases est plus important à 1200°C qu'a 1050 °C (*Figure IV.59*).



Figure IV.59 : Effets des chocs thermiques sur la microdureté des phases δ et γ dans la MB

IV.3.4.2) Microdureté des phases dans la zone affectée thermiquement

Le durcissement des deux phases dans la zone affectée suit la même évolution que dans le métal de base. Ceci montre que le comportement des deux phases est identique dans les deux zones (*Figure IV.60*)



Figure IV.60 : Effets des chocs thermiques sur la microdureté des phases δ et γ dans la ZAT

IV.3.4.3- La microdureté de la zone fondue

La dureté de la zone fondue soumise au cyclage thermique à 1050 est plus élevée que celle correspondante a des cyclage à 1200 °C. (*Figure IV.61*).



Figure IV.61 : Effets des chocs thermiques sur la microdureté des phases δ et γ dans la ZF

IV.3.5- Fissuration par chocs thermiques

Les cycles de chocs thermiques appliqués engendrent une fissuration dans la zone affectée thermiquement. Cette fissuration est de type intra et intergranulaire. L'amorçage se produit après un certain nombre de cycles.

IV.3.5.1- Fissuration au cours du cyclage à 1050 °C

Nous avons constaté la formation d'une microfissuration à partir de 8 chocs thermiques à 1050 °C. Cette fissuration se développe au sein de la ferrite de type intragranulaire. La densité de fissuration est faible (*Figure IV.62 et IV.63*)



Figure IV.62 : Microfissures intragranulaires dans la ZAT après 8 cycles à 1050°C



Figure IV.63 : Microfissures intragranulaire dans la ZAT après 10 cycles à 1050°C

IV.3.5.2- Fissuration au cours du cyclage à 1200 °C

La fissuration provoquée par les cycles de chocs thermiques à 1200°C se développe aussi bien dans les grains ferritiques (intragranulaire) que dans les interfaces γ / δ (intergranulaire). L'apparition des fissures débute à partir du quatrième cycle. La densité des fissures reste relativement faible mais plus élevée que dans le cas des cycles à 1050°C (*Figure IV.64, IV.65, IV.66, IV.67*)





Figure IV.65 : Microfissuration après 8 cycles à 1200°C



Figure IV.66 : Microfissuration après 10 cycles à 1200°C

IV.2- Interprétation

Les résultats obtenus dans notre travail montrent qu'aux cours des cycles thermiques de vieillissement et de chocs thermiques (les hypertrempes), la soudure subit des changements structuraux (par l'évolution de la forme et de la taille des deux phases et par l'abaissement de taux de ferrite lors de vieillissement et au cours du cyclage thermique). Ces changements influent directement sur les propriétés mécaniques de la soudure. Le cyclage de choc thermique fait apparaître une fissuration intergranulaire et intra-granulaire et une oxydation importante. **[36]**.

IV.2.1- Morphologie et structure de la soudure

Lors du soudage, le métal est affecté par des faibles modifications thermiques (température $< a 500^{\circ}$ C) donc, la zone subira une faible déformation de taux de ferrite et une légère diminution la dureté due au faible décroissement de ferrite qui va durcir le matériau.

La soudure est effectuée par passes, alors, la ZAT dans la première passe est très large comparée aux deux passes de remplissage et de finition, car le flux thermique est plus grand dans la zone de la première passe que dans les deux dernières (la première passe reste plus chaude longtemps que les autres),

La ZF est la zone qui a subit les hautes températures (état fondu), la composition chimique de cette zone correspond à une structure riche en ferrite, le refroidissement très rapide conduit à une structure aciculaire avec un taux de ferrite supérieur à 50% et une dureté élevée car la densité des joints des grains très plus importante.

IV.2.2- Effets du vieillissement sur la microstructure de la soudure

Comme les températures du vieillissement son dans l'intervalle 250-500°C, les seules transformations qui peuvent avoir lieu sont la précipitation de la phase α ' et d'austénite secondaire γ_2 . Ces deux phases sont très riche en chrome et en molybdène, elles se forment au sein de la ferrite et à l'interface γ / δ et δ / δ . Comme α ' est très dure, elle confère à la ferrite un durcissement important accompagné d'une fragilisation ce qui nous mène à la détecter par mesure des variations de la dureté de la ferrite. Ces résultats confirment ceux obtenus par Calonne [**39**].

Les durcissements de la ferrite au vieillissement a 350 et a 475 °C est du à la précipitation de la phase durcissante α ' au sein de la ferrite (voir chapitre I). Le diagramme TTT montre que le temps d'incubation est plus court à 475 °C et que la cinétique est plus rapide à cette température. Donc ceci explique le durcissement élevé a 475 °C (*Figure IV.68*).



Figure IV.67 : Diagramme TTT des aciers inoxydable duplex

IV.2.3- Effets des chocs thermiques

Pour interpréter le comportement structural de la soudure au cours des différent cyclages thermiques, nous traitons d'abord ce qui se passe pendant le premier traitement.

Premier cycle de choc thermique :

On peut le considérer comme un traitement d'hypertrempe. Au cours du chauffage à la température 1050°C, la structure dans les différentes zones subissent les phénomènes suivants :

- Augmentation du taux de ferrite
- Grossissement des grains de ferrite et d'austénite,

- Formation de contrainte résiduelle thermique

Au refroidissement, à la température ambiante, on retrouve donc une structure légèrement modifiée moins aciculaire dans la ZF et moins orientée dans le métal de base. Le taux de ferrite est légèrement plus élevé qu'avant le chauffage.

Dans le cas d'une température de chauffage de 1200°C, les modifications structurales sont plus importantes et la dureté plus élevée.

Cas de plusieurs cycles de chocs thermiques :

Au cours des chauffages et des refroidissements successives se produit des précipitations de la phase γ_2 qui se produisent dans l'intervalle 800-600 °C. Cette précipitation se produit au sein de la ferrite δ (intragranulaire) et à l'interface δ/γ (intergranulaire). La phase γ_2 est difficile à distinguer de l'austénite primaire γ_1 . La précipitation de γ_2 engendre l'augmentation du taux d'austénite donc la diminution du taux de la ferrite δ .

Dans le cas où des cycles à 1200 °C, le taux de ferrite au cours du chauffage, est plus élevée donc la diminution de ce taux, par suite de la précipitation de γ_2 , sera plus faible.

Les contraintes résiduelles dues aux chocs thermiques se développent et ont un effet accélérateur sur ces transformations. Elles sont responsables de l'amorçage et de la propagation de la fissuration. Cette dernière se développe dans la ferrite δ et dans les joints δ/γ

Pour conclure, nous pouvons affirmer que les effets du cyclage de chocs thermique sur la soudure duplex sont

- Grossissement des grains ferritique et austénitique par diffusion. La structure aciculaire dans la ZF disparait pour une nouvelle structure plus équilibrée.
- Augmentation puis diminution progressive du taux de ferrite
- Concentration de contraintes résiduelles
- Formation d'une fissuration intra et intergranulaire
- Augmentation de la dureté

Les soudures en acier inoxydables duplex ont une tenue remarquable vis-à-vis de la corrosion, ou lorsqu'elles sont soumises à des contraintes mécaniques (assemblages). Le comportement de ces soudures en condition de vieillissement ou de fatigue n'est pas totalement maitrisé à cause de la complexité des mécanismes de mise en jeux.

Les travaux réalisés dans le mémoire ont pour objectif de connaitre un peu mieux le comportement microstructural de la soudure soumise à un vieillissement jusqu'à 500 heures, et un cyclage thermique énergique.

Les résultats obtenus nous ont permis de constater :

- L'évolution des deux phases (austénite et ferrite) dans les trois zones de la soudure en particulier le changement morphologique des deux phases dans la ZAT et la ZF
- Le durcissement provoqué
- La fissuration intra et intergranulaire provoquée par les chocs thermiques

Ces résultats permettent d'être mieux affinés et ce travail nécessite d'être poursuivi afin du répondre à des questions qui disposent le cadre de nos travaux. Nous recommandons les domaines de recherche suivants :

- 1- Poursuivre le vieillissement à des durées plus élevées
- 2- Utilisation des moyens adéquats pour étudier l'évolution de la microstructure (MEB, diffraction des rayons X, DSC)
- 3- Caractérisation mécanique traction, résilience et dureté
- 4- Analyse de la fissuration.

[1] P. J. CUNAT

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

[2] H. DELEIRIS

Métaux et alliages, Tome II. Edition MASSON Paris 1971.

[3] P. A. MAURY R. MOLINS

Definition of a New Metallic Alloy for the Realisation of Secondary Reference Mass Standards. Thèse de Doctorat, Grosset Centre des Matériaux Ecole des Mines Paris 2007.

[4] P. J. CUNAT

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

[5] J. BARRALIS G. MADER

Métallurgie, Tome 2 : Alliage ferreux, 1983.

[6] G. DAVID

Les aciers inoxydables : Propriétés, Mise en œuvre, Emploi et normes. Technique et documentation, Paris 1990.

[7] IRIS ALVAREZ-ARMAS

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

[8] M. COLOMBIE & COLL

Matériaux métalliques. DUNOD Paris, 2000.

[9] J. BARRAILIS & G. MADER

Précis de métallurgie : Elaboration, Structures, Propriétés et Normalisation.

[10] P. LEFEVRE, M. POUPARD, L.PRIMOT, Y. VENDEVILLE & A. VIEU

Choix et mise en œuvre des aciers inoxydables dans les industries agro-alimentaires et connexes, principes généraux (Vol 1). Publications CETIM, 1996.

[11] P. LACOMBE, B. BAROUX & G. BERANGER

Les aciers inoxydables, Editions Physique, 1990.

[12] P. LACOMBE & B. BAROUX

Conséquences sur les traitements thermiques dans les aciers inoxydables, 1990.

[13] Jean-Louis CROLET

Métaux et Alliages passivables : Règles de choix et emplois types, Techniques de l'ingénieur, M153. 2000.

[14] Hervé PELLETIER Vincent VIGNAL

Cartographie des propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex : Relation entre mesure d'indentation et champ de contraintes résiduelles, MATERIAUX 2006 de 13 aux 17 Novembre 2006 Dijon, France.

[15] Thèse de BELKASSA R. N. GUNN

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

[16] Michel DUPEUX

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

[17] Rocdacier

Soudage des aciers inoxydables austéno-ferritiques, Cours technologique, Publié le 13/09/2010.

[18] A. DESESTRET & R. MAYOUD

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques et la fabrication des appareils en aciers austéno-ferritiques. Revue de métallurgie, 1984.

[19] V. CALONNE

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

[20] I. ZUCATO, M. C. MOREIRA, I.F. MACHADO & S.M. GIAMPIETRI LEBAO

Microstructural Caracterization and The Effect of Phase Transformations on Toughness of The UNS S31803 Duplex Stainless steel Aged treated at 850 °C. Materials Research 2002, Vol.5, N°3. pp. 385-389.

[21] W. CURTIS. KOVACH

High Perormance Stainless Steels. Technical Marketing Ressources. Inc. Pittsburg. Pa. USA. Aout 2001.

[22] R. G. NOUNING

Effect of stabilizing Elements On The Precipitation Behaviour and Phase stability of type 409 ferritic Stainless Steels. Mater of Science. University of Pittsburgh. 1999.

[23] Siege social ArcelorMittal Paris

Stainless Europe nuance DX2205, Paris October 2009.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[24] A. HACINI

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

[25] INDUSTEEL

URANUS 2205 duplex. Une publication, Revue N° 4 ; le 22/01/2010 cedex Paris.

[26] A. DECECTRET & R. MAYOUD

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

[27] P. G. CUNAT

Mise en œuvre des aciers inoxydables. Techniques d'ingénieur, M4544, 2000.

[28] H. GRANJON

Bases Métallurgiques de Soudage. Edition Eyrolles, 1989.

[29] F. DELATTRE

Le soudage des aciers inoxydables. DUNOD, Paris 1969.

[30] Euro Inox

Welding of stainless steels. Paris 1998.

[31] R. CAZES

Soudage à l'arc. Techniques de l'ingénieur, B7730, Août 1995.

[32] L. DEPRADEUX

Simulation numérique du soudage acier 316L, Validité sur cas tests de complexité croissante. Thèse de doctorat. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 01 mars 2004.

[33] C. BONNET

Le Soudage. Métallurgie et produit.

[34] Dr. C. P. CHEN

Investigation laser beam welded duplex stainless steels, 2001.

[35] T. A. PALMER & J. W. ELEMERAND JEO WONG

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

[36] Mlle Sassa BOUGHANEM

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

[37] Hadjer DELILECHE

Le vieillissement de la ferrite dans les soudures d'aciers inoxydables duplex 2205. Projet de fine d'études. Ecole Nationale Polytechnique 2009.

[38]Abdelhalim LOUCIF

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

[39] Riad BADJI

Influence des traitements thermiques à haute temperature sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydables duplex 2205. These de doctorat. En cotutelle entre Ecole Nationale Polytechnique et université Paris 13, 2008.

[40] Nabil KHARROUBA

Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205. Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique 2006.



Annexe I Classification des Aciers Inoxydables

<u>1. Les aciers inoxydables martensitiques :</u>

Ils contiennent de 12 à 18% de chrome avec une addition de 1 à 4% de nickel et une teneur en

Carbone d'autant plus forte varie de 0,1 à 1,2%, afin de conserver une transformation

complète en

Austénite à haute température.

Ces aciers sont utilisés à l'état trempé et revenu et sont essentiellement choisis en raison de leurs

Bonnes propriétés mécaniques alliés à une résistance à la corrosion relativement élevée. Les Principaux aciers martensitiques sont représentés dans le Tableau 1

<u>Tableau 1</u> :	Composition	<u>chimique des</u>	<u>principaux</u>	aciers inoxy	<u>ydables mart</u>	<u>ensitiques.</u>

No	rme	CMa		C:	Max	C	Ман	D
AISI	AFNOR	C Min	max	51	Max	3	Max	P
403	Z8C13	< 0,15	1,00	0,50	0,030	0,040	11,5/13	-
410	Z12C13	< 0,15	1,00	1,00	0,030	0,040	11,5/13	-
414	-	< 0,15	1,00	1,00	0,030	0,040	11,5/13	Ni : 1,25/2,50
416	Z12CF13	< 0,15	1,25	1,00	0,15	> 0,060	12/14	Zr, Mo<0,60
420	Z20C13	< 0,15	1,00	1,00	0,030	0,040	12/14	-
431	-	< 0,20	1,00	1,00	0,030	0,040	15/17	Ni : 1,25/2,50
440A	-	0,60/0,75	1,00	1,00	0,030	0,040	16/18	Mo<0,75
440B	-	0,75/0,95	1,00	1,00	0,030	0,040	16/18	-
440L	Z100CD17	0,95/1,2	1,00	1,00	0,030	0,040	16/18	Mo<0,75

2. Les aciers inoxydables ferritiques :

Les aciers inoxydables ferritiques sont des alliages Fe-Cr ou Fe-Cr-Mo, ils contiennent 17% de chrome et une teneur en carbone n'excède pas 0,08% .

Ils sont surtout employés en raison de leur résistance à l'oxydation et la sulfuration à hautes températures. Les principaux aciers ferritiques sont représentés dans le Tableau 2

UNS	С	SI	S	Р	Mn	Cr	Ni	Мо	Ti	Cu	Co	N
S44735	0,013	0,37	0,001	0,02	0,28	28,6	0,43	3,76	0,50	0,08	0,02	0,025
S44660	0,021	0,42	0,001	0,017	0,34	27,15	2,04	3,51	0,51	0,11	0,02	0,02
S44635	0,014	0,31	0,007	0,015	0,32	24,92	4,17	3,81	0,50	0,08	0,04	0,018
S44800	0,0039	0,10	0,007	0,004	0,028	28,88	2,31	3,93	<0,01	0,03	0,02	0,015

Tableau 2 : Composition chimique des principaux aciers inoxydables ferritiques :

3. Les aciers inoxydables austénitiques :

Les aciers inoxydables les plus répondus mais aussi les plus coûteux.

Fondamentalement, ce sont des alliages fer- chrome-nickel avec des additions variables de carbone et d'autres éléments qui permettent d'obtenir des propriétés particulières vis-à-vis la corrosion, l'oxydation ou la résistance mécanique à haute température.

Ces aciers ont une structure cubique à face centrée à température ambiante. Ils contiennent suffisamment de chrome pour offrir une résistance à la corrosion et du nickel pour assurer la structure austénitique à la température ambiante.

La composition chimique des principaux aciers inoxydables austénitiques est indiquée dans le Tableau 3.

No	orme	С	Ni	Cr	Мо	Autres
AISI	AFNOR	Max				
304L	Z2CN18 10	0,030	9/11	17/19	-	-
304	Z6CN18 09	0,07	8/10	17/19	-	-
321	Z6CNT18 11	0,08	10/12	17/19	-	5C < Ti < 0,6
347	Z6CNTb18 11	0,08	10/12	17/19	-	10C < Nb + Ta< 1
316L	Z2CND17 12	0,030	11/13	16/18	2/2,5	-
316	Z6CND17 11	0,07	10/12	16/18	2/2,5	-
310	Z12CN25 20	0,12	19/21	24/26	-	-

Tahlaan 3.	nrincinauv	aciars inov	aldeby	auctónitia	1106 •
Tapleau J	p <u>i incipaux</u>	aciers mos	yuancs	austenning	<u>ucs .</u>

Annexe II Calcul de Taux de Firrete par le Logiciel Image J

Manipulation de l'image J :

1. Les manipules à faire avant les mésures (les reglages)

On selection l'image qu'on veut traiter comme se suit :

File \rightarrow open (on prend la photo qu'on veut exactement la photo master2) \rightarrow puis on vas selectionner l'echelle de la photo (le grosiisement) \rightarrow sel scale (la photo suivante montre cette etape).

2. Calcul de la taille des grains

On selection la majorité des grans à différents tailles et dans des differentes plage sur la photo (exemple dans mon travail j'ai selectionné 52 grans). La photo ci-contre montre la procédure à faire.

Calcul de la taille des grains

On va prendre tous les 52 valeurs et en calculant la moyenne et on obtient le résultat suivant :

3. Calcul de la fraction volumique de la phase noir

Pour cela, on suivra ces étapes :

Il faut rendre la photo en phase binaire pour qu'elle soit très claire et après on mesurera la fraction surfacique qui représente dans la nature la fraction volumique.

Les étapes à suivre sont : file \rightarrow open \rightarrow image \rightarrow balance colore : il nous affiche cette fenêtre.



En suite, on suit ces étapes : process \to binary \to Threshold \to ok , le résultat aura la photo comme se suit



Calcul de la fraction volumique des phases :

Analyses \rightarrow Set measurement \rightarrow on va sélection fraction area \rightarrow ok

Et lorsqu'on fait Analysis \rightarrow Mesure \rightarrow il ne donnera directement le résultat de la surce complète de la photo.

Cette photo suivante montre ce calcul effectué.



Alors d'après le calcul qu'il a fait logiciel, il ne donne :

La fraction la surfacique = volumique dans en réalité = 19% de la phase noir dans la matrice blanche.

Annexe III Résultats Expérimentaux

I) Le Taux de ferrite après vieillissement

1) Taux de la ferrite au métal de base

Tableau IV.1 : Résultat de taux des phases dans MB en fonction de la durée de vieillissement

Temps de vieillissement (Heures)	Taux de la phase δ à 350°C	Taux de phase δ à 4750°C
0	52,7	52,7
100	52,0	51,4
200	51,1	50,3
300	50	49,2
400	59,4	48,4
500	49,0	47,8

2) Taux de la ferrite dans la ZAT

Tableau IV.2 : Résultat de taux de phases dans la ZAT en fonction de durée de vieillissement à 475°C et 350°C

Temps de vieillissement (Heures)	Taux de phase δ à 350°C	Taux de phase δ à 4750°C
0	58	58
100	57,1	56,2
200	55,6	54,7
300	52,0	50,6
400	51,2	50,3
500	50,8	49,4

3) Taux de la ferrite dans la ZF

Tableau IV.3 : Résultat de taux des phases dans la ZF en fonction de temps de vieillissement à 350°C et 475°C

Temps de vieillissement (Heures)	Taux de phase δ à 350°C	Taux de phase δ à 4750°C
0	55	55
100	55,2	57
200	56	60
300	58	63
400	60	65
500	61	66

II) La micro-dureté des phases

Tableau IV.5 : Résultat de la microdureté des phases dans MB en fonction de	la durée de
vieillissement à 350°C et 475°C	

Temps de	Microdureté de	Microdureté de	Microdureté de	Microdureté de
vieillissement	la phase δ à	la phase δ à	la phase γ à	la phase γ à
(Heures)	350°C (HV _{0.2})	475°C (HV _{0.2})	350°C (HV _{0.2})	475°C (HV _{0.2})
0	315,2	315,2	287,8	287,8
100	313,4	318,3	275,1	263,7
200	319,7	323,6	258,2	248,5
300	323,4	329,6	247,6	239,1
400	329,5	335,7	242,1	236,7
500	336,9	344,5	239,0	233,7

Tableau IV.6 : Résultat de la microdureté des phases dans la ZAT après un vieillissement à 350°C et 475°C

Temps de	Microdureté de	Microdureté de	Microdureté de	Microdureté de
vieillissement	la phase δ à	la phase δ à	la phase γ à	la phase γ à
(Heures)	350°C (HV _{0.2})	475°C (HV _{0.2})	350°C (HV _{0.2})	475°C (HV _{0.2})
0	320	320	286,2	286,2
100	310,4	318,5	265,5	261,9
200	313,4	325,3	256,8	250,6
300	321,5	332,5	248,5	242,9
400	337,0	346,8	242,4	236,2
500	352,6	373,5	236,0	226,2

Tableau IV.7 : Résultat de la microduré dans la ZF après vieillissement à 350°C et $475^{\circ}\mathrm{C}$

Temps de vieillissement (Heures)	La dureté dans la ZF à 350°C (HV _{0.2})	La dureté dans la ZF à 475°C (HV _{0.2})
0	317,4	317,4
100	315,9	318,6
200	317,9	323,2
300	325	332,3
400	332,5	342,6
500	343,4	355,5

III) Taux de ferrite après les cycles de choc thermiques

1) Dans le métal de base

Tableau IV.8 : Résultat de calcul de taux de ferrite dans le métal de base après les cycles de chocs thermiques à 1050°C et 1200°C

Nombre	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
a hypertrempes											
Taux de δ à	46	56,2	55,6	47,4	54,8	53,7	54,3	49,8	55,5	53,1	53,2
1050°C											
Taux de δ à	46	54,4	49,2	54,9	47,4	46,7	53,8	52,9	49,2	47,9	46,9
1200°C											

2) Dans la ZAT

Tableau IV.9 : Résultat de taux de ferrite dans la ZAT après les cycles de chocs thermiques à 1050°C et 1200°C

Nombre d'hypertrempes	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Taux de δ à 1050°C	60	59,6	57,7	54,6	52,8	51,7	61,5	62,6	64,3	61	64,80
Taux de δ à 1200°C	60	58,7	61,2	62,4	56,3	57,3	66,2	65	67,2	68,5	68,4

3) Dans la ZF

Tableau IV.10 : Résultat de taux de ferrite dans la ZF après les cycles de chocs thermiques à 1050°C et 1200°C

Nombre	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
d'hypertrempes											
Taux de δ à	54	51,6	47,3	49,2	47,8	46,9	51,3	47,2	46,6	45,7	46,1
1050°C											
Taux de δ à	54	50,8	48,2	46,4	45,8	44,7	52,90	43,7	43,20	42,1	41,8
1200°C											

IV) La microdureté des phases après chocs thermiques

1) Dans la MB

Tableau IV.12 : Résultat de la microdureté des phases dans le MB selon les cycles de chocs thermique à 1050°C et 1200°C

Nombre	Microdureté	Microdureté de	Microdureté	Microdureté le
d'hypertrempes	de la phase δ à	la phase δ à	de la phase γ à	la phase γ à
	1050°C	1200°C	1050°C	1200°C
1	255.6	269,5	232.1	226,1
2	258.3	275,4	234.2	241,4
3	261.0	284,6	238.0	247,6
4	264.1	289,4	241.3	252,8
5	266.2	292,6	245.2	258,2
6	268,0	291,0	247,6	260,9
7	273,9	294,3	250,2	263,7
8	276,9	299,3	250,2	266,6
9	282,4	302,8	258,2	273,9
10	287,7	306,2	263,7	279,9

2) Dans la ZAT

Nombre	Microdureté de la	Microdureté de la	Microdureté de la	Microdureté le la
d'hypertrempes	phase δ à 1050°C	phase δ à 1200°C	phase γ à 1050°C	phase γ à 1200°C
1	255.4	276,9	247.4	241,4
2	258.2	283,0	248.8	246,4
3	262.1	286,2	249.6	250,2
4	268.2	287,8	251.2	258,2
5	271.6	291,6	256.4	262,3
6	273,9	299,3	258,2	272,4
7	279,9	304,5	262,3	278,4
8	284,6	304,5	263,7	281,5
9	291,0	308,0	265,1	283,0
10	296,0	315,2	272,4	286,2

Tableau IV.13: Résultat de la microdureté des phases dans le ZAT selon les cycles de choc thermiques à 1050°C et 1200°C

Tableau IV.14 : Résultat de la microdureté des phases dans le ZF selon les cycles de chocsthermique à 1050°C et 1200°C

Nombre d'hypertrempes	La microdureté de la ZF à 1050°C	La microdureté le ZF à 1200°C				
1	251.4	225,0				
2	256.2	238,6				
3	260.4	247,6				
4	268.6	252,8				
5	270.1	256,8				
6	273,9	265,1				
7	279,9	269,5				
8	286,2	278,4				
9	294,3	283,0				
10	302,8	292,6				

Annexe IV Procédure de Soudage

G	ГР	Welding Proce Specification	edure on	Page 1/2				
<u>Title:</u> Woldin		WELDIN	G OF DUPLE	F DUPLEX PIPING 22% Cr				
weium	g process	GTAW-SMAW	<u>Joint pre</u>	F				
Base M	<u>etal</u>		{,					
type	grade	grade $\Phi('')$ Thickness (mm) Mini Maxi Mini Maxi						
A/90	531803		7 E: Thickm Joint desi Joint desi Root Face Backing r Forme : Forme :	these gn V angle : $\alpha = 37.5^{\circ} \pm 2.5$ e : $a = 1.6 \pm 0.8$ Root Gap $e = 2.6 \pm 1.6$ material : N/A Dimensions				
Other :	Equivaler Piping fi	nt steels ttings	Preparat remove al 25mm eac Other : F	 <u>Preparation:</u> by cutting, bevelling and grinding remove all excess oxide rust paint and grease 25mm each side of preparation Other : Fillet Weld Qualification 				
Filler n	netals:(A) vers	WS-ASTM/Class) Root Fill Car	Gas: Shielding	Gas: Shielding gas(es) percent comp. : Ar 99.99%				
Cl Diame	lass ter(mm)	ER2209 E2209 E220 2.0-2.4 3.25 3.25	9 Backing g Flow Rate Other : Back	gas composition : Ar 99.99% e (1/min) : 8.0-12.0 ing gas to be maintained for min 2 layers				
Flux : A Other :	AWS Cla	ss N/A	Adjustm <u>Method</u>	e nt : <u>of adjustment :</u> By external clamp or tack weld				
			Duratio	<u>n of adjustment :</u> Until the end of the root pass.				

GTP		We	lding Pi Specific	rocedure ation	Page 2/2				
Welding positio	<u>n :</u>				<u>Preheat :</u>				
Daceec	Ro	ot	F(11	Can	Bas	e	Wall thickness		
ASME Position	n Δ1	1	Δ11	Δ 1 1	meta	al			
Rotation or fix	r Eix	1 v	An An Eas Eas						
Welding proces	ss Un	hill	Up Hill	Un Hill					
Rotation direction : Other :									
Electrical characteristics & Technique									
Passes			Root		Fill		Сар		
Welding Proc	cesses		GTAV	V	SMAW		SMAW		
Welding Pos	sition		All		All		All		
Current and p	olarity		DC(-)		D	C (+)	DC (+)		
Filer met	al		ER2209		E2209		E2209		
Φ Electrode	(mm)		Tungsten 2.4		-		•		
Φ Rod (m	m)	_	2.0-2.4		3.25		3.25		
Amperage ran	ige (A)	_	100-13	5	80-110		80-110		
Volt range	(V)		11-18	5	1	1-18	11-18		
Gas			Ar 99.9	/%o		-	-		
Flow Rate (L	/mm)		10-20	,		-			
The number of passes in filling and cap depends on the thickness to be welded. other									
Interpasses tem	peratur	<u>'e</u>			Postweld heat treatment				
Between the root and the second passes Temperature :150°C					Heating rate: Holding temperature/time: Duration:				
Temperature :15	asses : 0°C				Cooling rate: Cooling temperature Controlled until: Material:				
Other			Other						
Annexe IV Contrôles des Soudures

On distingue deux types de contrôles que l'on effectue sur les soudures : les contrôles non destructifs (CND), les contrôles destructifs

1. Contrôle non destructif :

Il a pour objet de déceler les défauts internes des soudures, on envisage différentes méthodes :

- Contrôle par ressuage
- Contrôle par ultrasons
- Contrôle par vidéo endoscopie
- $\succ \quad \text{Contrôle par radiographie } \gamma$

<u>1.1. Contrôle par ressuage :</u>

Le ressuage est une méthode de contrôle non destructif dont le but est de localiser et de déterminer l'importance des discontinuités superficielles dans les matériaux, elle est basée sur le principe de la capillarité

Les phases successives du contrôle par ressuage sont les suivants :

- Un nettoyage soigné de la pièce.
- L'application d'un produit coloré ou fluorescence, ce liquide pénètre à l'intérieur des défauts débouchant.

Après élimination par lavage de l'excès de pénétrant, la surface est recouverte d'une fine couche de révélateur qui agissant comme buvard, « aspire » le pénétrant contenu dans les défauts et donne une tache colorée.

<u>1.2. Contrôle par ultrasons :</u>

Le contrôle par ultrasons est une méthode permettant la détection de défaut à l'intérieur d'un matériau.

Le contrôle est basé sur la transmission et la réflexion d'onde de type ultrasons à l'intérieur d'un matériau. Cette onde est émise par un palpeur placé sur la surface du matériau à contrôler et se propage dans le matériau. Il existe des méthodes par contact (le palpeur est en contact avec la pièce) ou par immersion (la pièce et le palpeur sont immergés dans de l'eau).

Dans le cas de la méthode par contact, il est nécessaire d'ajouter un couplant (eau ou gel) entre le palpeur et la pièce pour assurer la transmission des ondes. Lorsque ces ultrasons rencontrent une interface délimitant deux milieux ayant des impédances acoustiques différentes, il y a réflexion.

Les ultrasons réfléchis sont captés par un palpeur (qui peut être le même que l'émetteur). Il y a création d'un « écho ».

D'un point de vue pratique, on utilise un écran d'oscilloscope. Les échos sont représentés par des pics sur l'écran.



1.3. Contrôle par vidéo endoscopie :

Le contrôle par endoscopie permet d'examiner à distance l'intérieur des équipements industriels. L'image est observée sur un écran vidéo.

L'Avantages de ce contrôle :

- contrôle visuel à distance de zones inaccessibles à l'œil et sans démontage important.
- enregistrement possible des résultats.
- suivi de défaut par contrôle périodique.

1.4. Contrôle par radiographie γ :

La radiographie γ est une des plus vielles méthode d'évaluation non destructive. Son principe consiste à faire traverser le matériau par un rayonnement électromagnétique de très courte longueur d'onde, les rayons gamma sont issus du réarrangement de noyaux instables d'isotopes radioactifs au cours de leur désignation et à recueillir les modulations d'intensité du faisceau incident sous forme d'une image sur un récepteur surfacique de type film photographique ou capteur électronique de type amplificateur de brillance ou autres.

2. Contrôle destructif :

Ce genre de contrôle s'effectue essentiellement sur les surfaces de soudure et leur résistance à la corrosion.

2.2. Contrôle métallographique des soudures :

Il consiste à examiner la section droite d'une soudure après préparation suivant les techniques classiques, cette préparation comporte :

- ➢ Le polissage
- ➢ L'attaque chimique a pour but de révéler la structure du métal fondu et des zones adjacentes et les différentes phases existantes.

2.3. Teste de corrosion :

Il consiste essentiellement à voir s'il y' a eu ou non sensibilisation du métal par le soudage.