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

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de Fin d'Etudes pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Caractérisation microstructurale et mécanique d'une soudure hétérogène d'un couple d'aciers inoxydables (duplex / supermartensitique)

Proposé et dirigé par : Pr M.BOUABDALLAH Dr R.BADJI Réalisé par : M. Merouane Riad BENAZZOUZ

Promotion juin 2010

Résumé

L'objectif de cette étude est la caractérisation microstructurale et mécanique d'une soudure hétérogène d'un couple d'aciers inoxydables (duplex / supermartensitique). On a utilisé deux approches différentes pour caractériser la zone fondue, l'une qualitative (microscopie optique, MEB) et l'autre quantitative (diagramme de Schaeffler, traitements d'images). Des traitements thermiques d'hypertrempes et des essais de microdureté viennent compléter cette étude.

Mots clés : acier inoxydable, duplex, supermartensitique, soudure hétérogène, zone fondue, Schaeffler, traitement d'hypertrempe.

Abstract

The objective of this study is the microstructural and mechanical characterization of a heterogeneous weld of a couple of stainless steels (duplex / supermartensitic). We used two different approaches to characterize the molten zone, qualitative (optical microscopy, SEM) and quantitative (Schaeffler diagram, image processing). Heat treatment of quenched and microhardness tests complete this study.

Keywords: stainless steel, duplex, supermartensitic, heterogeneous weld, molten zone, Schaeffler, annealing treatment.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تشخيص البنية الجزئية و الميكانيكية للحام غير المتجانس للأصلاب غير القابلة للصدأ (دبلاكس / سوبر مرتونستيك). استعملنا طريقتين لتشخيص المنطقة الذائبة. طريقة نوعية (بالمجهر) وطريقة كمية (شيفلر). أضفنا معالجات حرارية و اختبارات الصلابة لإتمام هذه الدراسة.

الكلمات المفاتيح الفولاذ المقاوم للصدأ ، الدبلاكس ، سوبر مرتونستيك ، لحام غير المتجانس، المنطقة الذائبة ، شيفلر ، معالجة حرارية.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon encadreur M. Mabrouk BOUABDALLAH pour sa disponibilité, son engagement et sa rigueur scientifique qui m'ont permis de mener à bien mon étude.

Je remercie également M. M.K.BETTAHER et M. R.BADJI pour leurs aides précieuses et leurs conseils judicieux tout au long de ce travail.

Mes vifs remerciements vont à Mme. N.KECHOUD qui m'a fait l'honneur de présider le jury, je tiens à la remercier également pour sa pédagogie, son sérieux et sa sincérité envers les étudiants pendant ces trois années de spécialisation.

Je voudrais remercier aussi mes enseignants M. K.ABADLI et M. M.CHITROUB d'avoir accepter de faire partie du jury.

Je remercie enfin tous mes proches qui, chacun à leur manière, de près ou de loin, m'ont apporté leur aide au cours de ce projet.

Sommaire

Introduction g	générale
----------------	----------

Chapitre I : les aciers inoxydables

I.1 Définition	2
I.2 Historique	2
I.3 Diagrammes de phases	3
I.3.1 Système Fe-Cr	3
I.3.2 Système Fe-Cr-Ni	5
I.4 Influence des éléments d'alliages	6
I.5 Diagramme de Schaeffler	7
I.6 Les familles d'aciers inoxydables et leurs applications	8
I.6.1 Aciers inoxydables austénitiques	9
I.6.2 Aciers inoxydables ferritiques	9
I.6.3 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)	9
I.6.4 Aciers inoxydables martensitiques 1	10
I.7 Conclusion 1	11

Chapitre II : soudage des aciers inoxydables

II.1 Introduction			
II.2 Class	II.2 Classification des procédés de soudage 12		
II.3 Soud	II.3 Soudage TIG		
II.4 Proc	édé TIG pour les aciers inoxydables	14	
II.4.1	Caractéristiques	14	
II.4.2	Electrode de tungstène	14	
II.4.3	Paramètres de soudage	15	
II.4.4	Gaz de protection	16	
II.5 Cycl	es thermique de soudage	16	
II.6 Soud	lage des aciers supermartensitique	18	
II.6.1	La zone fondue (ZF)	18	
II.6.2	La zone affectée thermiquement ZAT	20	
II.6.3	Traitements thermiques après soudage	21	
II.7 Métallurgie du soudage des aciers inoxydables duplex			

II.7.1	La zone fondue	22
II.7.2	La zone affectée thermiquement	22
II.7.3	Traitements thermiques après soudage	23
II.8 Cond	clusion	. 24

Chapitre III : techniques expérimentales

III.1 Identification des matériaux de bases	
III.1.1 Identification de l'acier inoxydable supermartensitique	
III.1.2 Identification de l'acier inoxydable austéno-ferritique	
III.1.3 Identification du matériau d'apport	
III.2 Soudage des tubes	
III.3 Usinage des éprouvettes	
III.4 Essais métallographiques	30
III.4.1 Examen macrographique	30
III.4.2 Examen micrographique	
III.5 Examen par microscope électronique à balayage (MEB)	
III.6 Estimation du taux de ferrite dans la zone fondue	
III.6.1 Méthode des diagrammes	
III.6.2 Traitements d'images « IMAGE J »	37
III.7 Traitements thermiques	
III.8 Essai de microdureté	
II.8.1 Généralités	
II.8.2 Essai Vickers	

Chapitre IV : résultats et interprétations

IV.1 Résultats de l'identification des matériaux de bases	41
IV.1.1 Acier inoxydable supermartensitique 13CrS	41
IV.1.2 Acier inoxydable duplex 2205	41
IV.1.3 Matériau d'apport ER 2209	42
IV.2 Résultats des examens métallographiques	43
IV.2.1 Résultat de l'examen macrographique	43
IV.2.2 Résultats de l'examen micrographique	44
IV.3 Résultats de l'examen au MEB	47
IV.4 Résultat de l'estimation du taux de ferrite dans la zone fondue	51
IV.4.1 Méthode des diagrammes	51
IV.4.2 Traitements d'images « IMAGE J »	54

Bibliographie	66
Conclusion générale	65
IV.6.4 Echantillon traité à 1350°C	64
IV.6.3 Echantillon traité à 1250°C	63
IV.6.2 Echantillon traité à 1150°C	62
IV.6.1 Echantillon à l'état reçu	61
IV.6 Résultats et interprétation des essais de microdureté	61
IV.5.2 Matériau de base supermartensitique	60
IV.5.1 Matériau de base duplex et zone fondue	57
IV.5 Résultats des traitements thermiques	57

Liste des figures

Figure I.1. Formation de la couche passive dans les aciers inoxydables
Figure I.2. Diagramme d'équilibre Fe-Cr4
Figure I.3. Boucles gamma formées dans les divers systèmes binaires du fer5
Figure I.4. Coupes pseudobinaires du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni à des teneurs constantes en Fe6
Figure I.5. Constitution du diagramme de Schaeffler pour les aciers inoxydables. (Les taux de compositions des alliages ferritiques, austénitiques et duplexes ont été mentionnés sur ce diagramme)
Figure II.1. Principe du soudage à l'électrode réfractaire TIG manuel
Figure II.2. Effet de l'angle d'électrode (α) sur la pénétration
Figure II.3. Variation de la température θ en fonction du temps t
Figure II.4. Variation de la température θ en fonction de la distance x
Figure II.5. Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation complète en martensite
<i>Figure II.6. Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation en martensite et ferrite eutectique</i>
Figure II.7. Taux de ferrite dans la ZAT des aciers inoxydables supermartensitiques . 20
Figure II.8. Cycle thermique de la zone affectée thermiquement prés de la ligne de fusion d'an acier inoxydable duplexe
Figure III.1. Les deux tubes soudés à l'état reçu25
Figure III.2. Position de l'acier inoxydable duplex dans le system Fe-Cr-Ni à 70% Fe27
Figure III.3. Caractéristique de la soudure. A) Chanfrein en V. B) Géométrie de la section du joint
Figure III.4. Machine à scier les métaux (ENAG)29
Figure III.5 forme des éprouvettes découpées
Figure III.6. Prélèvement des échantillons
Figure III.7. Le logiciel d'acquisition ARCHIMED
Figure III.8. Le taux de dilution

Figure III.9. Exemple de détermination des points figuratifs	37
Figure III.10. Prise aléatoire de clichés dans la zone fondue	37
Figure III.11 La prise des mesures de microdureté ; (a) l'appareil utilisé, (b) profil suivi	39
Figure III.12. Principe de l'essai Vickers	40
Figure IV.1. Illustration macrographique du joint soudé et ses zones principale	43
Figure IV.2. Micrographie du MB duplex	44
Figure IV.3. Micrographie de la ZL et de la ZAT coté duplex	44
Figure IV.4. Micrographie de la ZF	45
Figure IV.5. Micrographie du MB supermartensitique	46
Figure IV.6. Micrographie de la ZL et de la ZAT coté supermartensitique	46
Figure IV.7. Observation au MEB du MB duplex	47
Figure IV.8. Observation au MEB de la ZAT coté duplex	47
Figure IV.9. Observation au MEB de la ZL coté duplex	48
Figure IV.10. Observation au MEB de la ZF	48
Figure IV.11. Observation au MEB de la ZL coté supermartensitique	49
Figure IV.12. Observation au MEB de la ZAT coté supermartensitique	49
Figure IV.13. Observation au MEB du MB supermartensitique	50
Figure IV.14. Détermination des aires pour le calcul des taux de dilutions	51
Figure IV.15. Taux de ferrite obtenu par le diagramme de Schaeffler	53
Figure IV.16. Histogramme des taux de ferrite de la ZF pour la soudure à l'état reçu	<i>u</i> . 54
Figure IV.17. Evolution des éléments alphagènes dans la ZF (a) Chrome ; (b) Molybdène ; (c) Silicium	55
Figure IV.18. Evolution des éléments gammagènes dans la ZF ; (a) nickel ; (b) carbone ; (c) manganèse ; (d) cuivre	56
Figure IV.19. Evolution de la microstructure du MB duplex après hypertrempe à par de (a) 1150°C ; (b) 1250°C ; (c) 1350°C	rtir 57
Figure IV.20. Evolution de la microstructure de la ZF après hypertrempe à partir de (a) 1150°C ; (b) 1250°C ; (c) 1350°C.	? 58

Figure IV.21. Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe dans le MB duplex	59
Figure IV.22. Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe dans la ZF	59
Figure IV.23. Evolution de la microstructure du MB supermartensitique après hypertrempe à partir de (a) 1150°C ; (b) 1250°C ; (c) 1350°C	60
Figure IV.24. Profil de microdureté de l'échantillon à l'état reçu	61
Figure IV.25. Profil de microdureté de l'échantillon traité à 1150°C	61
Figure IV.26. Profil de microdureté de l'échantillon traité à 1250°C	61
Figure IV.27. Profil de microdureté de l'échantillon traité à 1350°C	61

Liste des tableaux

Tableau I.1. Effet des éléments d'alliage sur les propriétés d'emploi 7
Tableau I.2. Principales applications des aciers inoxydables
Tableau II.1. Classification des procédés de soudage selon l'AWS
Tableau II.2 : Paramètres de soudage TIG 15
Tableau II.3 : Gaz de protection pour soudage TIG 16
Tableau III.1. Composition chimique de l'acier inoxydable supermartensitique fournipar SUMITOMO METALS
Tableau III.2. Composition chimique de l'acier inoxydable duplex selon l'ASTM
Tableau III.3. Composition chimique de l'ER2209 selon l'AWS standard. 28
Tableau III.4. Caractéristique mécanique de traction simple des matériaux de bases . 28
Tableau III.5. Les solutions d'attaques chimiques 32
Tableau III.6. Formules de calcul des (Eq Cr) et des (Eq Ni)
Tableau IV.1. Composition chimique de l'acier inoxydable supermartensitique41
Tableau IV.2. Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 41
Tableau IV.3. Composition chimique du matériau d'apport. 42
Tableau IV.4. Valeurs des aires et des taux de dilutions pour chaque matériau
Tableau IV.5. Valeurs des équivalents chrome et nickel selon Schaeffler 52
Tableau IV.6. Valeurs des équivalents chrome et nickel selon Delong 53
Tableau IV.7. Valeurs des équivalents chrome et nickel selon le WRC-1992 53
Tableau IV.8. Taux de ferrite quantifié par IMAGE J 54
Tableau IV.9. Composition chimique de la zone fondue 55
Tableau IV.10. Valeurs de microdureté de l'échantillon à l'état reçu 61
Tableau IV.11. Valeurs de microdureté de l'échantillon traité à 1150°C 62
Tableau IV.13. Valeurs de microdureté de l'échantillon traité à 1350°C63
Tableau IV.12. Valeurs de microdureté de l'échantillon traité à 1250°C

Introduction générale

L'apparition des aciers inoxydables duplex remonte aux années 1930, ils tiennent leurs noms de leur microstructure à température ambiante qui se constitue d'à peu prés 50% de ferrite et 50% d'austénite. Actuellement, ces aciers sont utilisés dans un large éventail d'applications (industrie pétrochimique, navale, offshore...etc.), la plupart nécessitant une résistance supérieure à la corrosion, de bonnes propriétés mécaniques ainsi qu'une excellente soudabilité.

Les aciers inoxydables supermartensitiques quant à eux ont été introduits dès les années 1990 comme alliages de substitution aux aciers inoxydables austénitiques et duplexes parce qu'ils sont plus attractifs économiquement. Ces aciers en plus de leur résistance raisonnable à la corrosion, une dureté élevée et une bonne ductilité présentent une excellente soudabilité comparée aux autres nuances martensitiques. Ils sont actuellement utilisés dans l'industrie pétrochimique (pipelines) pour le transport du pétrole et du gaz.

La vaste utilisation des pipelines en acier inoxydable duplex pour le transport d'hydrocarbures et le fait qu'ils aient une durée de vie limitée, nous ramène à un certain moment à effectuer des opérations de maintenance en remplaçant les tubes usés. Pour certaines applications spéciales et pour des raisons économiques on a recours de plus en plus aux aciers inoxydables supermartensitique.

Nous nous proposons ici d'étudier ce genre d'assemblage hétérogène réalisé par le procédé TIG, en caractérisant la soudure microstructuralement et mécaniquement.

Pour cela on a divisé notre travail en trois parties principales

Etude théorique

On parlera au premier chapitre sur les généralités des aciers inoxydables, et au second sur leur soudage en se focalisant sur les nuances duplex et supermartensitiques.

- Techniques expérimentales Elle comporte
 - Une approche qualitative (macrographie, micrographies et MEB)
 - Une approche quantitative (diagrammes de Schaeffler, Delong, WRC-1992 et les traitements d'images).
 - Des traitements d'hypertrempe à hautes températures
 - Des essais de microdureté.

Résultats et interprétations

Où l'on a regroupé tous les résultats obtenus, commentaires et déductions.

Les aciers inoxydables

I.1 Définition

Les aciers inoxydables sont des alliages de fer comportant au minimum 10,5% de chrome et au maximum 1,2% de carbone nécessaires pour garantir la formation d'une couche de surface auto-régénérante (couche passive) qui apporte la résistance à la corrosion (voir *figure I.1*).



Figure I.1. Formation de la couche passive dans les aciers inoxydables [1].

I.2 Historique

L'histoire des aciers inoxydables est intimement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui, en 1797, fut le premier à isoler cet élément. Les premières observations des propriétés « inoxydables » du fer allié au chrome furent faites par Berthier, un autre français. Il montra dès 1821 que l'alliage fer-chrome était d'autant plus résistant à certains acides que sa teneur en chrome était plus élevée. Par contre, la quasi-impossibilité d'abaisser la teneur en carbone de l'alliage constitua un obstacle majeur à son développement.

En 1904, Léon Guillet puis Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome. En 1909, L. Guillet publia une étude sur les aciers inoxydables au chrome-nickel ou aciers inoxydables austénitiques complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome et couvrant pratiquement l'ensemble de la famille des aciers inoxydables. Le métallurgiste allemand W. Giesen fit, de son côté, et à la même époque, des recherches

comparables. Les études de L. Guillet, A. Portevin et W. Giesen permirent ainsi, dès 1909, de classer les aciers inoxydables en fonction de leur structure et de définir les trois familles principales : martensitique, ferritique et austénitique.

Le passage au stade industriel est attribué à Harry Brearley pour les aciers inoxydables martensitiques. Il serait à l'origine de la première élaboration réalisée à Sheffield en 1913. Un mérite analogue reviendrait aux allemands Benno Strauss et Eduard Maurer pour la production des aciers inoxydables austénitiques et aux américains Frederick Becket et Christian Dantsizen pour celle des aciers inoxydables ferritiques. La première description de la passivité des aciers inoxydables est attribuée à l'allemand Philipp Monnartz. Les recherches ultérieures ont notamment porté sur le rôle des éléments d'alliage. Elles ont conduit à la mise au point des nuances à durcissement structural dont les propriétés aux températures élevées ont été mises en évidence par Pierre Chevenard.

Enfin, c'est au début des années 1930 que J. Hochmann a découvert les nuances biphasées austénoferritiques appelées de nos jours duplex. Si la période comprise entre 1904 et 1920 a été riche en travaux de laboratoire, il a fallu attendre presque un demisiècle pour atteindre un stade véritablement industriel [2].

I.3 Diagrammes de phases

Les aciers inoxydables sont essentiellement des alliages Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni à teneur en carbone variant de 0,02% à 1% selon les nuances. Bien qu'un certain nombre d'autres éléments tels que Mo, Cu, Si, Ti, Nb...etc., soient ajoutés pour améliorer la tenue à la corrosion ou les propriétés mécaniques, l'essentiel des propriétés des aciers inoxydables est lié à la connaissance des diagrammes de phases.

Les diagrammes d'équilibre peuvent être utilisés pour décrire les transformations de phases et leurs stabilités dans les aciers inoxydables.

I.3.1 Système Fe-Cr

Le fer pur existe sous deux variétés cristallographiques dont la nature et le domaine d'existence sont résumés ci-après :

- A température ambiante, la structure est cubique centré, le fer se trouve sous sa forme ferritique α, il est alors magnétique.
- A 912°C, il subit une première transformation allotropique, et jusqu'à 1394°C, il se trouve sous sa forme austénitique γ , de structure cubique à faces centrées, amagnétique.
- Au-delà de 1394°C, il retrouve une structure identique à celle de l'ambiante, c'est la ferrite δ, magnétique.



Figure I.2. Diagramme d'équilibre Fe-Cr [3].

Etant donné que le chrome est le principal élément d'alliage, la *figure I.2* ci-dessus représentera le point de départ de l'étude de la stabilité de phases des aciers inoxydables. On remarque

- la solubilité complète du chrome dans le fer aux températures élevées et que tous les alliages Fe-Cr se solidifient sous forme de ferrite.
- Aux faibles teneurs en chrome, il y a formation de la « boucle γ » dans l'intervalle de température 912 1394°C
 - % Cr > 12,7 : les alliages Fe-Cr dont la teneur en chrome est supérieure à 12,7% sont ferritiques aux températures élevées.
 - \circ % Cr < 12 : les alliages Fe-Cr dont la teneur en chrome est inférieure à 12% sont austénitiques aux températures comprises dans la boucle γ.
 - \circ 12 < % Cr < 12,7 : dans ce cas, les deux phases α et γ coexistent [3].

I.3.1.1 La boucle γ

Quand la teneur en Cr atteint à peu prés 12%, la ferrite est complètement stable de la température ambiante jusqu'au point de fusion, ce qui engendre en contre partie un rétrécissement du domaine austénitique produisant ainsi la « boucle γ ». La *figure I.3* cidessous montre que d'autres éléments stabilisateurs de la ferrite comme le vanadium ou le molybdène agissent de la même manière que le chrome lorsqu'il est allié au fer donnant ainsi des boucles gamma (γ) [4].



Figure I.3. Boucles gamma formées dans les divers systèmes binaires du fer [4].

I.3.1.2 Les phases « σ » et « α ' »

Dans la *figure I.2* là ou est mentionné « σ » (au centre en bas) la structure cristalline n'est pas cubique centrée comme pour la ferrite, mais elle est tetragonale, elle s'avère être très fragile, par conséquent, cette phase sigma est à éviter. Sa formation est un problème dans les traitements thermiques des aciers inoxydables qui ont une forte teneur en chrome.

On note aussi la présence d'une ligne discontinue à 475°C d'où l'appellation du phénomène « fragilisation à 475°C » qui est due à la formation d'un riche précipité en chrome dans la matrice α appelé alpha prime (α '), ce dernier engendre des fragilisations sévères dans les alliages qui contiennent plus de 14% de chrome [3,5].

I.3.2 Système Fe-Cr-Ni

En effectuant des coupes dans le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à des teneurs constantes en fer (50%, 60%, 70%, 80% et 90%) on obtient des diagrammes pseudobinaires comme le montre la *figure I.4* ci-dessous, à partir de laquelle en déduit que :

- Les alliages riches en chrome se solidifient en ferrite
- Les alliages riches en nickel se solidifient en austénite
- Cependant, de nombreux alliages Fr-Cr-Ni se solidifient en deux phases, ferrite et austénite. Pendant la solidification de ces alliages, le liquide coexiste avec la ferrite et l'austénite [4].



Figure I.4. Coupes pseudobinaires du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni à des teneurs constantes en Fe [4].

I.4 Influence des éléments d'alliages

Les aciers inoxydables contiennent de nombreux éléments d'addition (autres que le chrome, le carbone et le nickel) qui sont destinés à améliorer les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion ou à contrôler la microstructure.

Partant du constat que certains éléments d'alliages ont un effet alphagène, c'est-àdire qu'ils favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique centrée comme le chrome et que d'autres ont un effet gammagène, c'est-à-dire qu'ils favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique à faces centrées comme le nickel, on a regroupé ces éléments en deux familles

- la première est celle des éléments dits «alphagène » ; ce sont : le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium;
- La seconde est celle des éléments dits «gammagène » ; ce sont : le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt, le manganèse et le cuivre.

Les aciers inoxydables contiennent à la base, du fer qui représente 50 à 88% de la composition totale. Les principaux éléments d'addition sont :

- \checkmark Le chrome pour les aciers inoxydables ferritique et martensitique.
- ✓ Le nickel pour les aciers inoxydables austénitique et duplex.
- ✓ Mo, Nb, Ti, Al, Cu, W et N pour améliorer les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion ou pour influencer la microstructure et développer ainsi des caractéristiques spécifiques.
- ✓ N, O, S et P sont les impuretés fréquemment trouvés dans les aciers inoxydables.

Élement	Teneur (% masse)	Effets sur les propriétés d'emploi
Chrome	10 à 30	Alphagène (coef. 1 par définition). Essentiel à la tenue à la corrosion générale et localisée dans la plupart des milieux. Améliore la tenue à l'oxydation à haute température.
Molybdène	≤7	Alphagène (coef. 1 à 2). Améliore la tenue à la corrosion localisée. Augmente la résistance au fluage. Augmente la résistance à la fissuration à chaud du soudage.
Titane Niobium	≤1	Alphagènes Accroissent la résistance à la corrosion intercristalline en piégeant le carbone libre. Parfois utilisés comme éléments durcissants. Le niobium accroît le risque de fissuration à chaud au soudage.
Nickel	0 à 50	Gammagène (coef. 1 par définition). À teneur élevée, augmente la résistance à la corrosion sous contrainte. Améliore la résilience à basse température.
Azote	≤0,5	Gammagène (coef. 10 à 30). Améliore les propriétés mécaniques. Retarde la précipitation de phases intermétalliques dans les aciers à haute teneur en chrome Stabilise la structure austénitique lors de cycles thermiques courts. Améliore la résistance à la corrosion localisée.
Cuivre	≤3	Gammagène (coef. 0,3). Diminue l'écrouissabilité. Améliore la tenue en milieu sulfurique.
D'autres éléments (silicium, aluminium, tungstène, cobalt) sont utilisés dans des cas particuliers.		

Tableau I.1. Effet des éléments d'alliage sur les propriétés d'emploi [6].

I.5 Diagramme de Schaeffler

C'est sur la base de la classification des éléments d'alliages en éléments alphagènes et gammagènes que Schaefller a pu développer des formules par les quelles les éléments de chaque groupe peuvent être exprimés en tant qu'équivalents Cr ou Ni.

- Equivalent chrome : % Cr + % Mo + 1,5 (% Si) + 0,5 (% Nb)
- Equivalent nickel : % Ni + 30 (% C) + 0,5 (% Mn)

La figure I.5 ci-après est un exemple d'un tel diagramme



Figure I.5. Constitution du diagramme de Schaeffler pour les aciers inoxydables. (Les taux de compositions des alliages ferritiques, austénitiques et duplexes ont été mentionnés sur ce diagramme)[7].

Les régions du diagramme représentent les microstructures qui peuvent être observées pour chaque classe d'aciers inoxydables. La méthode de Schaeffler permet cependant une évaluation sommaire de la microstructure comme fonction de la composition de l'acier, elle ne tient pas compte de l'influence de la vitesse de refroidissement et de la durée des traitements thermiques [7].

I.6 Les familles d'aciers inoxydables et leurs applications

Contrairement aux autres matériaux, où la classification est généralement faite selon la composition chimique, les aciers inoxydables sont classés selon leurs phases métallurgiques prédominantes. Les trois phases susceptibles de se former dans les aciers inoxydables sont la martensite, la ferrite et l'austénite. On distingue ainsi les :

- Aciers inoxydables austénitiques
- Aciers inoxydables ferritiques
- Aciers inoxydables austéno-ferritiques (Duplex)
- Aciers inoxydables martensitiques

I.6.1 Aciers inoxydables austénitiques

Leurs principales caractéristiques sont résumées comme suit :

- ✓ Structure austénitique (cubique à faces centrées)
- ✓ Ils sont non magnétiques
- ✓ Excellente formabilité à l'état écrouis et très bonne soudabilité
- ✓ peuvent être utilisés depuis les températures cryogéniques jusqu'aux très haute températures dans les fourneaux et les moteurs à réaction
- ✓ contiennent de 16 à 25% de chrome, et peuvent contenir de l'azote en solution ce qui contribuent à leurs hautes résistances à la corrosion
- ✓ ces alliages seraient plus utilisés si le coût du nickel était moins important [8].

I.6.2 Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques de la série 400 contiennent de 11 à 27% de chrome et peu de nickel. Ils ne peuvent pas être durcis par traitement thermique mais peuvent l'être modérément par écrouissage. Ces aciers sont magnétiques et ont une ductilité moyenne et une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. Ceux de la série 430 contiennent généralement 17% de chrome, ils sont utilisés vastement dans l'industrie alimentaire. Les aciers de la série 409 sont probablement parmi les moins chers de tous les aciers inoxydables, ils contiennent 11% de chrome [9].

I.6.3 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Les aciers inoxydables duplex ont une structure qui comprend deux parts presque égales d'austénite et de ferrite. Ces aciers contiennent de 18 à 29% de chrome, 3 à 8% de nickel et d'autres éléments d'alliages comme l'azote et le molybdène. Ils sont hautement résistants à tous types de corrosion et possèdent une limite élastique deux fois supérieure à celle des nuances austénitiques [9].

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

I.6.4 Aciers inoxydables martensitiques

Les aciers inoxydables martensitiques qui contiennent de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone variables de 0,1 à 1% environ. Ils sont utilisés après trempe martensitique et revenu et sont susceptible de, de ce fait, d'acquérir des performances mécaniques élevées mais, du fait de leur composition et leur état structural, ils ne résistent pas à l'agression de tous les milieux [10].

Les aciers inoxydables, en raison de leurs propriétés, notamment de leur résistance à la corrosion, sont utilisés pour les applications les plus diverses, le *tableau I.2* donne un aperçu des grands axes d'utilisation pour chaque famille

famille	Applications principales			
	Secteur automobile (pots d'échappements)			
Aciers inoxydables ferritiques	Bâtiments			
	Sucrerie (tubes minces)			
	Containers			
	Eviers			
	Ballon d'eau chaude			
Aciers inoxydables austénitiques	Industrie chimique			
	Retraitement du combustible			
	Appareillages scientifiques			
	Electronique			
	Industrie chimique			
Aciers inoxydables austéno-ferritiques	Industrie de la papèterie			
(duplex)	Industrie pétrolière			
	Chaudronnerie lourde			
Aciers inoxydables martensitiques	Pièces mécaniques			
	Vannes, robinets			
	Outils ménagers (coutellerie)			
	Outils chirurgicaux			
	Grosse pièces industrielles (vannes,			
	pompes, turbines hydrauliques)			

Tableau I.2. Principales applications des aciers inoxydables [11].

I.7 Conclusion

En fonction des éléments d'alliage dont ils se composent et les traitements thermiques qu'ils ont subit, les aciers résistants à la corrosion présentent des structures variées, conditionnant leurs caractéristiques mécaniques, leur stabilité à la corrosion ainsi que leur soudabilité. Les différents types d'aciers sont regroupés selon leur structure. Les aciers austénitiques ont de très bonnes propriétés quant à la corrosion et se laissent facilement déformer à froid. Les aciers ferritiques se comportent bien en atmosphères à teneur en soufre et sont réputés pour leur résistance à la chaleur. Les aciers martensitiques se distinguent des autres par leur très grande dureté. Les aciers duplex possèdent une structure en deux phases austénitique et ferritique, et associent de bonnes propriétés chimiques face à la corrosion avec d'intéressantes dispositions mécaniques et technologiques.

Soudage des aciers inoxydables

II.1 Introduction

Le soudage des métaux est une technique d'assemblage permanente qui établit la continuité métallique entre les pièces soudées. La soudure est le nom donné au joint formé par la fusion des bords des pièces à souder entre elles, avec ou sans adjonction d'un métal d'apport. La soudure peut donc être le résultat du seul mélange des métaux de base (les métaux à souder) ou du mélange des métaux de base et d'un métal d'apport.

Beaucoup de métaux sont soudables moyennant des études préalables et la mise au point de modes opératoires spécifiques ; citons les aciers, le cuivre, l'aluminium, le nickel et leurs alliages.

Lors du soudage, il y a fusion locale des éléments à assembler, on distingue trois types de soudures :

- La soudure homogène, dans laquelle les métaux de base et le métal d'apport éventuel sont tous de même nature ;
- La soudure hétérogène de type « A » qui associe des métaux de base de même nature avec un métal d'apport d'une autre nature ;
- La soudure hétérogène de type « B » où les métaux de base et le métal d'apport sont tous de natures différente

II.2 Classification des procédés de soudage

American Welding Society (AWS) a classé les procédés de soudage comme le montre le *tableau II.1* en se basant sur la source d'énergie. Différents procédés de soudage diffèrent dans la manière dans laquelle la température et la pression sont combinées.

Procédés	Méthodes				
Soudage à gog	Oxyacetylene				
Soudage a gaz	Oxy hydrogen				
	Carbon arc				
Soudage à l'arc	• Metal arc				
	Submerged arc				
	• Inert-gas-welding (TIG,MIG)				
	Plasma arc				
	• Electro-slag				
Soudage par résistance	• Spot, Seam				
	Projection				
	Butt welding				
	Induction welding				
Soudage à l'état solide	Friction welding				
	Ultrasonic welding				
	Explosive welding				
	• Forge and diffusion welding				
Soudage thermochimique	• Thermit welding				
	• Atomic H ₂ welding				
Soudage par faiseaux d'épargie	• Electron beam welding				
Soudage par faisceaux d'energie	Laser beam welding				

Tableau II.1. Classification des procédés de soudage selon l'AWS [12].

II.3 Soudage TIG

Le soudage TIG (Tungsten Inert Gaz), également appelé GTAW (Gaz Tungsten Arc Welding) aux Etats-Unis, est un procédé de soudage dit « par fusion ». Le principe du TIG est de créer un arc électrique entre une électrode réfractaire (c'est-à-dire non fusible) en tungstène et la pièce à souder. L'électrode et le bain fondu sont protégés contre l'oxydation de l'air par un bouclier de gaz inerte, généralement de l'argon pur. Parfois un mélange argon-hélium est utilisé pour augmenter la pénétration du bain de fusion [13].

Le soudage TIG peut s'effectuer sans métal d'apport, contrairement à d'autres procédés à l'arc (électrode enrobé. MIG. MAG....). Néanmoins, un supplément de matière peut être apporté, sous forme de fil ou de baguette. L'appareillage comporte une source de courant alternative ou continu, un dispositif d'amorçage, une bouteille de gaz avec détendeur et débitmètre, une torche spécifique du procédé et divers accessoires (*figure II.1*).



Figure II.1. Principe du soudage à l'électrode réfractaire TIG manuel [14].

Le soudage des aciers inoxydables est toujours effectué en courant continu en polarité directe (pôle négatif du générateur relié à l'électrode). Dans ces conditions, c'est la pièce qui est soumise au bombardement électronique alors que l'électrode réfractaire ne s'use que très peu. Le soudage peut se faire manuellement (torche tenue à la main) ou de manière automatique. Le flux de gaz inerte qui protège la zone de l'arc de l'atmosphère ambiante permet d'obtenir un arc très stable [14].

II.4 Procédé TIG pour les aciers inoxydables

II.4.1 Caractéristiques

Le procédé TIG appliqué aux aciers inoxydables donne des soudures de haute qualité, une grande précision ainsi que d'excellentes propriétés mécaniques. Il est principalement utilisé pour le soudage des pipelines (dont l'épaisseur est supérieure à 0,3 mm). Le procédé peut être manuel ou automatique [15].

II.4.2 Electrode de tungstène

Elle est en tungstène pur, mais dans la plupart des cas elle se présente sous forme d'alliages de tungstène (1-2% de thorium, zirconium ou cérium). Le diamètre varie de 1,0 à 4,8 mm. Comme le montre la *figure II.2*, l'angle de l'électrode a un effet significatif sur la pénétration, en effet, un angle étroit

(15-30°) donne un arc large avec une faible pénétration ce qui est approprié pour les faibles épaisseurs, en revanche, un angle plus large (60-75°) offre un arc plus étroit et donc une pénétration plus profonde.

Pour éviter tout risque d'inclusions de tungstène, on veille à ce que la tête de l'électrode soit toujours ronde [15].



Figure II.2. Effet de l'angle d'électrode (α) sur la pénétration [15].

II.4.3 Paramètres de soudage

Des courants continus ou alternatifs peuvent être utilisés pour le soudage TIG des aciers inoxydable. Des paramètres de soudage typiques sont donnés dans le *tableau II.2* ci-dessous:

Diamètre de l'électrode (mm)	Courant (A)	Voltage (V)	Epaisseur (mm)		
1,6	50-120	10-12	<1,0		
2,4	100-230	16-18	1,0-3,0		
3,2	170-300	17-19	>2,0		

Tableau II.2 : Paramètres de soudage TIG [15].

II.4.4 Gaz de protection

On utilise fréquemment de l'argon pur (minimum 99,99%), l'addition d'hélium (plus de 30%) ou d'hydrogène (plus de 2%) augmente l'énergie de l'arc et donne plus de pénétration, en plus, la vitesse de soudage augmente de prés de 50% [15]. Le *tableau II.3* regroupe les principaux gaz utilisés dans le soudage TIG des aciers inoxydables.

- 1	
Métal de base	Gaz de protection
Ferritiques et martensitiques	Ar ou (Ar + 30% He)
Austénitique (304, 316etc.)	Ar ou $(Ar + 30\% He)$ ou $(Ar + 2\% N_2)$
Duplayas (2205)	Ar ou $(Ar + 2\% N_2)$ ou
Duplexes (2203)	$(Ar + 30\% He + 2\% N_2)$

Tableau II.3 : Gaz de protection pour soudage TIG [15].

II.5 Cycles thermique de soudage

Sur le plan thermique, le soudage est caractérisé par un apport important et localisé de chaleur sur la pièce soudée. La diffusion dans le métal de l'énergie ainsi apportée fait du soudage une véritable opération de traitement thermique. Ces effets sont caractérisés par :

- Un chauffage très rapide jusqu'à une température comprise entre la température initiale et la température de fusion du métal.
- Un refroidissement qui succède immédiatement au chauffage et dont la cinétique dépend essentiellement des paramètres de soudage [16].

La courbe $\theta = f(t)$ de la *figure II.3* nous renseigne sur les grandeurs suivantes :

- La température maximale atteinte θ_m .
- Le temps T_s de séjour au dessus d'une température θ_s .
- La loi de refroidissement, traduite par le temps de refroidissement $T_r(\theta_i, \theta_j)$ entre deux température θ_1 et θ_2 ou par la vitesse de refroidissement V_R à une température θ_R .



Figure II.3. Variation de la température θ en fonction du temps t [17].

L'interprétation métallurgique de tous les phénomènes résultant d'un effet thermique requiert, comme condition nécessaire, la connaissance de la température atteinte. A cette condition de température s'ajoutent une ou plusieurs conditions de temps, qu'il s'agisse de réchauffement, du séjour à température ou du refroidissement. Pour interpréter les phénomènes qui prennent naissance, durant l'opération de soudage, en un point donné de l'assemblage, il faut donc connaître le cycle thermique de soudage, c'est-à-dire la variation de la température en fonction du temps [16].

La *figure II.4* 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 en fonction de la distance x [17].

Ainsi déterminées, en un point de l'assemblage, les grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent naissance en ce point. Par exemple, la répartition thermique aux alentours d'une soudure. Cette répartition se détermine par le tracé de la courbe $\theta_m = f(x)$.

Durant le cycle de soudage, des changements microstructuraux dans le métal de base sont provoqués. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point. Après le soudage, on distingue successivement les zones suivantes :

- Métal de base (MB) : métal des pièces à assembler.
- La zone affectée thermiquement (ZAT) : c'est une partie du métal de base qui n'a pas été fondu, mais elle a subit des modifications microstructurales à cause de la chaleur du soudage.
- La zone de liaison (ZL) : c'est la frontière entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue.
- La zone fondue (ZF) : c'est une zone de métal fondu après solidification.

II.6 Soudage des aciers supermartensitique

La nette amélioration de la soudabilité des aciers inoxydables supermartensitiques par rapport aux nuances martensitiques est due à la réduction du taux de carbone à 0,02% ou moins, on obtient ainsi de bonnes résistances aux fissurations causées par l'hydrogène. Une trempe reste conseillée pour optimiser les propriétés, bien que ces aciers peuvent, dans certains cas être utilisés directement à l'état brut de soudage.

Pour remédier à l'appauvrissement en carbone, on ajoute du nickel pour promouvoir la formation de l'austénite et élargir la boucle γ , cela a pour conséquence, une augmentation de la trempabilité. Du molybdène peut être ajouté pour améliorer la résistance à la corrosion, tandis que l'ajout de titane contribuera à la stabilisation du carbone par la formation de carbures de titane (TiC).

II.6.1 La zone fondue (ZF)

Généralement la zone fondue des aciers inoxydables supermartensitiques se solidifie en ferrite δ . La ségrégation du carbone et d'autres éléments d'alliage lors de la solidification peut dans certains cas conduire à la formation d'austénite, ou une mixture de ferrite et d'austénite.

• Mode de transformation 1 (structure entièrement martensitique) $L \rightarrow L + F_P \rightarrow F_P \rightarrow F_P + A \rightarrow A \rightarrow martensite$

Quand le métal fondu refroidi à l'état solide, l'austénite se transforme en ferrite δ , conduisant ainsi à une structure austénitique en dessous de 1100°C, cette dernière se

transformera en martensite après un refroidissement plus ou moins rapide. La *figure II.5* représente la microstructure de cette séquence de transformation avec :



Figure II.5. Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation complète en martensite [20].

• Mode de transformation 2 (deux phases : martensite + ferrite eutectique) $L \rightarrow L + F_P + (A + F_e) \rightarrow F_P + A + F_e \rightarrow A + F_e \rightarrow M + F_e$

Si de la ferrite se forme en fin de solidification, ça veux dire qu'elle est riche en éléments alphagènes (particulièrement le chrome et le molybdène), cette dernière ne se transforme pas en austénite lors du refroidissement en dessous des températures de solidification. La quantité de ferrite formée dépend du ratio éléments alphagènes - éléments gammagènes. La *figure II.6* est représentative d'un tel cas.



Figure II.6. Comportement de la zone de fusion lors de sa transformation en martensite et ferrite eutectique [20].

• Mode de transformation 3 (deux phases : martensite + ferrite primaire) $L \to L + F_P \to F_P \to A + F_P \to M + F_P$

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

II.6.2 La zone affectée thermiquement ZAT

Comme pour les nuances standards martensitiques, les aciers inoxydables supermartensitiques se solidifient en martensite mais contiennent en plus de la ferrite à température ambiante.

Gooch et ses coéquipiers au TWI (The Welding Institut) ont développé un premier diagramme *figure II.7* qui prédit la quantité de ferrite dans la ZAT. Le nombre d'alliages évalués est très minime surtout ceux à haute teneur en nickel, donc ce diagramme doit être considéré comme étant qualitative [21].



Figure II.7. Taux de ferrite dans la ZAT des aciers inoxydables supermartensitiques [21].

II.6.3 Traitements thermiques après soudage

La haute teneur en nickel des aciers inoxydables supermartensitiques ''moyens'' et surtout ''forts'' réduit considérablement la température A_{C1} (température à laquelle l'austénite commence à se transformer au cours du chauffage). Sur la base de la formule développée au TWI (The Welding Institut), la température A_{C1} des alliages à 4% de Ni se situe à un bas niveau (environ 500°C), cela peut poser un problème lors des traitements thermiques après soudage car la plupart des recuits s'effectuent à des températures supérieures à 600°C. En dessous de 600°C, la diffusion diminue et les temps de recuits demandent beaucoup plus de temps [21].

La formule suivante a été proposée par le TWI pour estimer $A_{\rm C1}$ pour les nuances à 13% Cr et moins de 0,05% C

$A_{C1} = 850 - 1500(C+N) - 50Ni - 25Mn + 25Si + 25Mo + 20(Cr-10)(1)$

Marshall et Farrar [18] ont mentionné que A_{C1} pour les nuances ''faibles'' est de l'ordre de 650°C et pour les nuances ''fortes'' environ 630°C. Ces températures sont nettement plus élevées que les températures prédites par le TWI. En se basant sur cette contradiction, la sélection de la température de recuit doit être choisie prudemment et vérifiée expérimentalement afin d'éviter toute transformation indésirable de l'austénite.

On remarque aussi que le Ni à une influence remarquable dans la *relation (1)* et qui peut être contrée par l'ajout de Mo. Si l'austénite est reformée pendant le traitement thermique après soudage, les propriétés de la martensite en seraient dramatiquement atténuées.

II.7 Métallurgie du soudage des aciers inoxydables duplex

Le terme duplex renvoie au fait que l'acier possède une microstructure biphasée composée de grains d'acier inoxydable ferritique et austénitique réunis dans le même matériau. Le terme « duplex » se rapporte à un acier inoxydable très performant faisant appel à des teneurs élevées de chrome, nickel et molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion par piqûre, tandis que des additions d'azote en favorisent le durcissement structural, augmentant ainsi la limite élastique et les valeurs de résistance mécanique sans compromettre la ténacité.

Les aciers inoxydables duplex sont environ deux fois plus résistants que les aciers inoxydables austénitiques ou ferritiques ordinaires, présentent une ténacité et une ductilité nettement accrues par rapport aux qualités ferritiques (sans cependant atteindre les valeurs des qualités austénitiques), possèdent une bonne plage de résistance à la corrosion, comparable à celle des aciers inoxydables austénitiques, résistent très bien à la corrosion sous contrainte et offrent plusieurs avantages en termes de rapport coûtefficacité.

II.7.1 La zone fondue

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

La transformation s'effectue selon la séquence suivante [3] :

 $L \rightarrow L + F \rightarrow F \rightarrow F + A$ (L : liquide, F : ferrite, A : austénite)

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

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

II.7.2 La zone affectée thermiquement

La *figure II.8* a été divisée en trois régions distinctes pour comprendre les phénomènes qui se produisent dans la zone affectée thermiquement. On distingue :

- Région 1 : transformation de l'austénite en ferrite et dissolution des précipités
- Région 2 : structure entièrement ferritique et croissance de grains
- Région 3 : reformation de l'austénite et réaction de précipitation (carbures et nitrures)



Figure II.8. Cycle thermique de la zone affectée thermiquement prés de la ligne de fusion d'an acier inoxydable duplexe [22].

Dans la région 1, le métal est chauffé jusqu'aux températures approchante de la température du liquidus. A ce niveau, l'austénite commence à se transformer en ferrite via le processus de diffusion contrôlée jusqu'à ce que la structure soit entièrement ferritique. A cette même température, la plupart des précipités (carbures, nitrures) résultants des traitements thermomécaniques commencent à se dissoudre.

En rentrant dans la région 2, la structure devient entièrement ferritique, plus on s'attarde dans cette zone et plus la croissance des grains sera prononcée.

Pendant le refroidissement dans la région 3, il y a germination et croissance des grains austénitiques, en plus de la reformation des précipités. La transformation (ferrite \rightarrow austénite) pour un alliage donné est contrôlée par la vitesse de refroidissement. Effectivement, avec de grandes vitesses de refroidissement, la zone affectée thermiquement aura une structure principalement ferritique. Même remarque pour les précipités, ils sont plus prononcés aux cinétiques de refroidissement importantes [22].

II.7.3 Traitements thermiques après soudage

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ne sont pas sensibles à la corrosion intergranulaire et les risques de fissuration à chaud sont très faibles. De ce point de vue ils ne nécessitent aucun traitement thermique après soudage. Le seul traitement thermique réalisable après soudage est l'hypertrempe effectuée à la température de maintien définie par l'acier de base et suivant un refroidissement suffisamment rapide [14].

II.8 Conclusion

Les aciers inoxydables duplex présentent une excellente soudabilité. Cependant, lors de l'opération de soudage on assiste à une augmentation de la teneur en ferrite avec une possibilité de précipitation. De ce fait, il est nécessaire de contrôler les conditions de soudage (composition du métal d'apport et vitesse de refroidissement) afin de conserver le rapport des phases ferritique-austénitique et d'éviter toutes précipitations.

Il est prévu que les aciers inoxydables supermartensitiques continueront d'évoluer en tant que matériaux importants dans l'industrie pétrolière et du transport du gaz ainsi que dans d'autres applications. La métallurgie du soudage et la relation microstructurepropriétés mécaniques de ces aciers continue d'être un sujet de recherche fondamental. Les progrès de la métallurgie du soudage et de la soudabilité de ces aciers seront la clé de leurs vastes mises en œuvre.

L'optimisation des paramètres de soudage-énergie et la composition du métal d'apport permettent généralement de s'affranchir de tout traitement thermique après soudage.

Techniques expérimentales

III.1 Identification des matériaux de bases

L'étude portera sur la caractérisation d'un joint de soudure (*Figure III.1*) de deux tubes de même diamètre « Ø = 152,4 mm » et de même épaisseur « e = 11,1 mm » mais de composition chimique différente.

- Tube 1 : Acier inoxydable supermartensitique 13CrS
- Tube 2 : Acier inoxydable duplex **2205**
- Matériau d'apport ER2209



Figure III.1. Les deux tubes soudés à l'état reçu.

III.1.1 Identification de l'acier inoxydable supermartensitique

Le premier tube est fourni par la compagnie japonaise « SUMITOMO METALS PIPE AND TUBE COMPANY », L'analyse porte sur un échantillon découpé du métal de base, afin de déterminer sa composition chimique élémentaire par spectrométrie de fluorescence de rayons X. Le *tableau III.1* donne la composition chimique du matériau selon le fournisseur, il servira de référence afin d'apprécier les résultats obtenu par FRX.

Fluorescence des rayons X (FRX)

• Préparation des échantillons

L'analyse est effectuée directement sur l'échantillon découpé aux dimensions du porte échantillon et d'une épaisseur de quelques 03 mm .La surface de l'échantillon subit un polissage poussé afin d'obtenir une surface bien lisse et uniforme.

Analyse

L'échantillon ainsi préparé est soumis à une source de rayonnement X primaire, il s'ensuit une excitation des atomes qui vont émettre un rayonnement X secondaire de fluorescence caractéristique de la composition chimique de l'échantillon analysé. Les concentrations des différents éléments chimiques de l'échantillon sont déterminées par rapport à des échantillons de référence (courbes d'étalonnage) après mesure de l'intensité de fluorescence.

• Conditions expérimentales

- Spectromètre séquentiel (à dispersion de longueur d'onde) **Bruker-Axs:** SRS 3400

- Anode en rhodium; puissance de travail : 2500 à 3000 Watts.
- Logiciels d'acquisition et de traitement des données : Spectra 3000 AT.

Pour déterminer la composition chimique d'un échantillon inconnu des courbes d'étalonnage sont tracées pour chaque élément après avoir fixé tous les paramètres de mesure (kV-mA, cristal analyseur, collimateur, la longueur d'onde d'émission, le temps de mesure et le détecteur).

Tableau III.1.Composition chimique de l'acier inoxydable supermartensitique fourni par SUMITOMO METALS [23].

Material	Chemical Composition (mass%)								
	с	Cr	Ni	Мо	w	Cu	Ti	N	PREW *
13CrS	max. 0.03	11.5-13.5	4.5-7.0	2.0-3.0	-	-	0.01-0.50	10 10	4
III.1.2 Identification de l'acier inoxydable austéno-ferritique

Le deuxième tube est un acier inoxydable duplex 2205. Les échantillons ont été prélevés à partir du tube soudé de la (*Figure II.1*). L'analyse a été réalisée par spectrométrie de fluorescence X au Centre de Développement des Technologies Avancées (CDTA). Sa composition chimique selon l'ASTM est donnée dans le *tableau III.2* ci-après



Figure III.2. Position de l'acier inoxydable duplex dans le system Fe-Cr-Ni à 70% Fe.

Tableau III.2. Composition chimique de l'acier inoxydable duplex selon l'ASTM.

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

III.1.3 Identification du matériau d'apport

La même technique pour identifier l'acier inoxydable duplex 2205 (spectroscopie de fluorescence X au CDTA) à été utilisée pour déterminer la composition chimique du matériau d'apport ER2209. Le *Tableau III.3* suivant donne les chiffres selon l'AWS

Tableau III.3. Composition chimique de l'ER2209 selon l'AWS standard.

	С	Si	Mn	Ni	Мо	Cr	Р	S	Cu	N
% massique	0.03	0.9	0.5- 2.0	7.5- 9.5	2.5- 3.5	21.5- 23.5	-	-	-	0.08- 0.20

Propriétés mécaniques des matériaux de base

On donne ici quelques propriétés mécaniques des matériaux utilisés dans cette étude

Tableau III.4. Caractéristique mécanique de traction simple des matériaux de bases.

	Limite d'élasticité à 0.2% Re _{0.2%} (MPa)	Résistance à la traction Rm (MPa)	Allongement à la rupture A%
13CrS	550 - 750	775 - 925	22%
2205	652 - 654	839 - 840	31.9% - 34.4%
ER2209	550	800	15%

III.2 Soudage des tubes

L'assemblage des deux tubes a été réalisé par Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (GTP). Le procédé de soudage utilisé est le TIG (tungsten inert gas). La jonction est faite en 5 passes. Les différents paramètres de soudage pour chaque passe sont illustrés dans les annexes.

La préparation des bords des deux tubes à joindre est nécessaire par un chanfrein en V avant l'exécution de l'opération de soudage. Les dimensions du chanfrein dépendent de la géométrie et de la nature métallurgique de la zone à souder et de la procédure de soudage utilisé.



Figure III.3. Caractéristique de la soudure. A) Chanfrein en V. B) Géométrie de la section du joint.

III.3 Usinage des éprouvettes

Le découpage des échantillons s'est fait à l'Entreprise Nationale des Arts Graphiques (ENAG) avec une machine à scier les métaux *figure III.4*.

- Caractéristiques
 - Utilisation d'un lubrifiant pour éviter tout échauffement qui pourra induire des changements structuraux dans le matériau et fausser ainsi les résultats.
 - La découpe des aciers inoxydables requièrent le régalage de la vitesse de découpe à environ 60 passes/min et l'utilisation d'une scie qui contient entre 7 et 12 dents/cm.



Figure III.4. Machine à scier les métaux (ENAG).

En découpant ainsi le tube longitudinalement, on obtient des éprouvettes comme le montre la *figure III.5* suivante



Figure III.5 forme des éprouvettes découpées.

III.4 Observations métallographiques

La connaissance des propriétés d'un matériau passe par la détermination de la structure qui le compose. Cette structure dépend de l'échelle à laquelle on l'observe. Il est donc important de préciser s'il s'agit d'un :

- examen macrographique
- examen micrographique

III.4.1 Examen macrographique

L'examen macroscopique utilise l'œil nu, une loupe binoculaire ou un banc macrographique, conduisant à un faible grossissement (< 100). Les observations se font soit sur des pièces polies attaquées ou non chimiquement.

L'essai dépend de la qualité d'usinage de la pièce, cette opération comprend :

- un polissage avec rectification à la meule fine ou papier émeri à grain fin.
- une attaque de la face polie avec un réactif approprié au métal considéré
- un examen visuel ou à la loupe.

III.4.2 Examen micrographique

L'examen micrographique a pour but principal la mise en évidence de la structure de l'échantillon. Pour cela, on procède à l'examen au microscope optique d'une surface polie et généralement attaquée.

Une opération de micrographie comprend :

- Un prélèvement de l'échantillon
- Un polissage
- Une attaque au réactif approprié
- Un examen microscopique (de 50 à 1000 fois)

III.4.2.1 Prélèvement des échantillons

Après le premier découpage grossier, on a obtenu des tiges trop longues pour être polies. On a alors éliminé les deux extrémités des matériaux de base comme le montre la *figure III.6*. Cette opération s'est faite au laboratoire de métallographie à l'Ecole Nationale Polytechnique avec une micro tronçonneuse, elle garantie une bonne précision de coupe et évite toute surchauffe qui pourrait altérer la microstructure du matériau grâce au lubrifiant.



Figure III.6. Prélèvement des échantillons

III.4.2.2 Polissage

Le polissage se fait généralement en deux étapes

• Prépolissage

Le prépolissage de la surface à examiner est réalisé avec un touret sous eau et des disques abrasifs de granulométrie d'environ P120 - P400 – P600 – P1000 - PI200. La vitesse de rotation est comprise entre 150 et 300 tours/minutes environ. L'échantillon subit une rotation à 90° à chaque changement de granulométrie pour effacer les raies précédentes de polissage. La durée de polissage est d'environ 2 minutes par granulométrie.

• Polissage de finition

Cette opération permet d'améliorer davantage la surface en utilisant des feutres imbibés d'une suspension d'alumine diluée;

Après le polissage, la surface de nos échantillons a un aspect miroir. On l'a soigneusement séchée, ils sont donc prêts à l'attaque chimique.

III.4.2.3 Attaques aux réactifs

L'attaque a pour but de révéler les joints des cristaux et de différencier les constituants de l'alliage. Les réactifs sont des solutions aqueuses ou alcooliques suffisamment diluées afin que l'attaque soit lente.

Pour arrêter l'attaque, on lave soigneusement l'échantillon dans un courant d'eau suivi d'un séchage à air chaud.

Dans le cas de cette étude on a utilisé pour les différents échantillons les solutions d'attaques désignées dans le *Tableau III.5*

Nom	Composition	Techniques d'attaques	Domaines d'applications
Vilella	5 ml HCl (ρ = 1,19 g/ml)	Par immersion	Aciers inoxydables
	1g acide picrique	Durée de l'attaque :	Aciers réfractaires
	(HOC ₆ H ₂ NO ₂)	20 secondes à	Aciers au chrome à
	100 ml d'éthanol pur	quelques minutes	l'état trempé.

Tableau III.5. Les solutions d'attaques chimiques

Une attaque électrolytique a aussi été utilisée pour révéler les deux phases austénitique et ferritique dans les aciers inoxydables duplex. Elle consiste à relier l'échantillon à l'anode et un autre acier inoxydable (généralement austénitique) à la cathode, le tout baignant dans l'électrolyte qui est la solution de KOH 10N (56g de KOH dans 100 ml de H_2O). On applique ensuite une tension de 3V pendant 20 s. Un tel dispositif a été utilisé à l'école nationale polytechnique.

III.4.2.4 Observation microscopique

On utilise des grossissements appropriés, à la lecture recherchée. Cet examen est souvent accompagné de la prise d'une photographie.

Les clichés ont été pris au département de métallurgie avec un microscope optique « OLYMPUS », il est relié à un ordinateur qui va traiter les images grâce au logiciel d'acquisition « ARCHIMED » (*figure III.7*).



Figure III.7. Le logiciel d'acquisition ARCHIMED.

III.4.2.5 Conclusion

L'application de bonnes pratiques métallographiques appliquées aux joints soudés a été décrite. Une méthode de préparation adéquate a été choisie selon les propriétés physiques des matériaux soudés. Il est important de prendre toutes les précautions nécessaires à chaque étape du processus de préparation afin d'aboutir à une analyse correcte de la microstructure.

III.5 Examen par microscope électronique à balayage (MEB)

On a utilisé cet examen uniquement pour le premier échantillon (découpé du tube à l'état reçu). Les 5 zones à savoir les deux matériaux de bases (MB1, MB2), les deux zones affectées thermiquement (ZAT1, ZAT2) et la zone fondue ZF ont été mises en évidence. On n'a pas pu faire l'examen pour les autres échantillons faute de disponibilité du MEB.

Le microscope électronique utilisé est de type JEOL JSM-63 60 LV en utilisant le signal produit par l'émission d'électrons secondaires qui sont sensibles au micro relief de la surface optique. Il est couplé à un système de microanalyse (EDX) et de diffraction de rayons X. L'échantillon doit présenter une conductibilité superficielle de l'électricité pour écouler les charges, c'est pourquoi l'enrobage de l'échantillon a été enlevé.

III.6 Estimation du taux de ferrite dans la zone fondue

III.6.1 Méthode des diagrammes

III.6.1.1 Diagrammes utilisés

On utilisera pour cette étude trois diagrammes pour déterminer le taux de ferrite dans la zone fondue.

- Le diagramme de Schaeffler
- Le diagramme de Delong
- Le diagramme WRC-1992

Regarder les annexes pour les deux derniers diagrammes.

Ces diagrammes permettent de :

- Prédire la structure métallurgique d'un dépôt à l'état brut de soudage à partir de l'analyse chimique
- Sélectionner un métal d'apport
- Appréhender les risques métallurgiques.

III.6.1.2 Calcul du taux de dilution

Le métal de la zone fondue est obtenu par mélange des métaux de bases et du métal d'apport, c'est la notion de dilution. Afin de déterminer la composition de la zone fondue, il faut connaître la part prise par chaque métal dans la constitution de la zone fondue. Pour cela on définit un taux de dilution d% de la façon suivante *figure III.8*



Figure III.8. Le taux de dilution.

Le taux de dilution donné en pourcentage est le rapport entre la somme des volumes des métaux de bases fondus et celui de la somme de l'ensemble de la zone fondue, du métal d'apport fondu A et des métaux de bases fondus B et C. Le pourcentage est déterminé à partir d'une coupe macrographique.

Le taux de dilution dépend

- du procédé de soudage
- de la préparation du joint
- des conditions de soudage
- la nature des matériaux

Sa détermination peut se faire par mesure des surfaces respectives après attaque macrographique du joint

Soit le taux de dilution de	l'acier inoxydable 2205	$D_C = S_C / S_A + S_B + S_C$
Soit le taux de dilution de	l'acier inoxydable 13CrS	$D_B = S_B / S_A + S_B + S_C$
Soit le taux de dilution du	métal d'apport ER 2209	$D_A = S_A / S_A + S_B + S_C$
On a la relation	$D_A + (D_B + D_C) = D_A + $	D = 100%

La détermination des surfaces S_A S_B et S_C se fera à l'aide du logiciel « AUTODESK INVENTOR ». On peut agrandir l'image macrographique à notre guise pour avoir plus de précision sans que cela n'affecte les résultats, car à la fin on n'aura pas besoin des valeurs réelles mais des proportions (les taux de dilutions).

III.6.1.3 Calcul des équivalents chrome et équivalents nickel

- L'équivalent chrome est la somme de la teneur en chrome et des teneurs en autres éléments alphagènes (exemple : molybdène, silicium, titane, niobium, aluminium, tungstène, zirconium) affectées de coefficients représentant leur influence comparée à celle du chrome.
- L'équivalent nickel est la somme de la teneur en nickel et des teneurs en autres éléments gammagènes (exemple : carbone, azote, cuivre, cobalt, manganèse) affectées de coefficients représentant leur influence comparée à celle du nickel.

Chaque diagramme a ses propres valeurs d'équivalent chrome et d'équivalent nickel, les différentes formules sont regroupées dans le *tableau III.6*.

Diagramme	Eq Cr	Eq Ni
Schaeffler	%Cr + %Mo + (1,5 %Si) + (0,5 %Nb)	% Ni + 30 %C + 0,5 %Mn
Delong	% Cr + %Mo + (1,5 %Si) + (0,5 %Nb)	% Ni + 30 %C + 30 %N + 0,5 %Mn
WRC-1992	% Cr + %Mo + 0,7 %Nb	% Ni + 35 %C + 20 %N + 0,25 %Cu

Tableau III.6. Formules de calcul des (Eq Cr) et des (Eq Ni) [3].

III.6.1.4 Détermination des points figuratifs

Cette méthode est applicable aux trois types de diagrammes.

Pour le diagramme de Schaeffler on va utiliser un programme sous Excel réalisé par Patrick HABLOT. Il suffira d'introduire les compositions chimiques, les équivalents chrome et nickel sont automatiquement déduis et ainsi on obtient les points figuratifs. Le taux de ferrite est lu directement à partir du graphe.

On donne des valeurs quelconques aux (Eq Cr) et (Eq Ni) afin de donner un exemple de comment procéder.

- On positionne le métal de base 1 (Eq Cr = 0.75 et Eq Ni = 6.1)
- On positionne le métal de base 2 (Eq Cr = 21 et Eq Ni = 13,9)
- On positionne le métal d'apport 4 (Eq Cr = 24,6 et Eq Ni = 14,3)



Figure III.9. Exemple de détermination des points figuratifs.

- On positionne sur la droite 1-2 le point figuratif ou représentatif 3 (en %) de la participation respective de chacun des deux métaux de base dans le bain de fusion. Dans notre exemple, nous estimons à 15% le taux de dilution de chaque matériau de base à part égale dans le bain de fusion
 Donc: 15 / (15 + 15) x 100 = 50% soit le milieu de la droite 1-2
- On trace ensuite la droite 3-4 et on positionne sur elle le point figuratif 5 de participation du métal d'apport dans le métal fondu Dans notre exemple, le métal d'apport participe à 70% dans la constitution du métal fondu.

III.6.2 Traitements d'images « IMAGE J »

On procède à la prise de clichés à différents endroits de la zone fondue en essayant de toucher les cinq différentes passes.



Figure III.10. Prise aléatoire de clichés dans la zone fondue.

Ensuite on traite les images prises, la technique est assez simple, on va jouer sur la luminosité et le contraste, pour obtenir à la fin une couleur noire qui représente la ferrite et une blanche pour l'austénite.

III.7 Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont été effectués au Centre de Développement des Technologies Avancés (CDTA) dans un four à résistances électriques. On a choisi trois températures élevées, le même temps de maintien et un même milieu de trempe

- 1150°C
- 1 heure de maintien \rightarrow hypertrempe à l'eau 1250°C •

Ces températures ont été choisies pour rééquilibrer à nouveau les taux de ferrite et d'austénite dans l'ensemble (matériau / soudure). La température maximale est conditionnée par ce que nous voulons obtenir à la fin, en l'occurrence les 50% ferrite, 50% austénite.

III.8 Essai de microdureté

La dureté n'est pas une propriété simple des aciers mais elle caractérise la résistance à la déformation.

La commodité des mesures et leur caractère semi-destructif justifient largement leur emploi surtout pour contrôler l'état d'un métal, en particulier les traitements thermiques. Il faut d'ailleurs noter que, dans certain cas, toute autre mesure est impossible (pièces non découpables, métal trop fragile ou encombrant)

II.8.1 Généralités

On distingue 3 groupes de méthodes de mesure suivant le principe utilisé :

- Les essais par rebondissement •
- Les essais de pénétration •
- Les méthodes indirectes (magnétiques, ultrasons). •

Pour cette étude on a utilisé un essai de pénétration

Les essais de dureté par pénétration sont les plus importants. Ils utilisent des pénétrateurs variés et des machines parfois très différentes mais ils ont en commun certains principes :

Il s'agit d'enfoncer un pénétrateur dans le métal, ce qui demande une charge d'autant plus élevée que le métal est dur. Il s'agit donc d'essais de compression mais, pour des raisons de commodité, la charge est constante et l'on apprécie la dimension de l'empreinte.

L'empreinte est d'autant plus petite que le métal est plus dur.

On exprime la dureté sous forme du quotient de la force par la surface de l'empreinte

H = F / S

Les divers systèmes se distinguent par le choix de la forme du pénétrateur et sa dimension, la force exercée, la mesure effectuée (surface de l'empreinte ou profondeur).

On distingue les essais suivants :

- L'essai Brinell qui utilise des billes
- Les essais Rockwell qui utilisent des billes ou des cônes
- Les essais Vickers qui utilisent des pyramides
- Les essais secondaires qui utilisent des pénétrateurs variés.

II.8.2 Essai Vickers

Le microduromètre utilisé est de type MICROMET 3 [Micro Hardness Tester, BUEHLER LTD], la charge elle, est de 1 Kgf. L'intervalle entre les mesures est de 0,5 mm. La procédure est la même pour l'échantillon à l'état reçu et les échantillons traités à 1150°C, 1250°C et 1350°C (*figure III.11*).



Figure III.11 La prise des mesures de microdureté ; (a)l'appareil utilisé, (b)profil suivi.

Cet essai a été réalisé au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC CHERAGA).

> principe

On mesure les dimensions de l'empreinte laissée par un pénétrateur qui est à base carrée en diamant, d'angle au sommet 136°. La loi de similitude est automatiquement respectée; on obtient donc des empreintes géométriquement semblables quand on fait varier la charge, d'où une valeur sensiblement constante pour la dureté.

L'empreinte est carrée, on mesure, grâce à un microscope (en général incorporé à l'appareil), les 2 diagonales: la moyenne donne la dureté par la formule ci-après :

$$HV = 18544 \frac{0.102 F}{d^2}$$
 avec F en Newton

d : moyenne des 2 diagonales



Figure III.12. Principe de l'essai Vickers.

Des tables donnent directement HV en fonction de « d » pour une valeur de « F ».

La préparation de la surface doit être soignée, ce qui oblige en général à une rectification et à un polissage de la surface. C'est la principale contrainte de l'essai Vickers qui est par contre certainement le plus précis.

Résultats et interprétations

IV.1 Résultats de l'identification des matériaux de bases

IV.1.1 Acier inoxydable supermartensitique 13CrS

L'analyse chimique de l'acier supermartensitique (*tableau IV.1*) a donné des résultats conformes à la norme. On remarque une teneur très faible en carbone et élevée en nickel qui a pour conséquence de rendre le matériau moins dur et plus ductile. Le molybdène est présent avec une teneur assez importante ce qui rend le matériau moins sensible à la corrosion.

Tableau IV.1. Composition chimique de l'acier inoxydable supermartensitique.

	Cr	Ni	Mn	Si	Cu	Со	V	S
0/	13.7601	5.2027	0.6245	0.0932	0.0164	0.0178	0.0337	0.0093
% massigue	Р	Ti	Al	Mo	Nb	W	Fe	С
massique	0.0135	0.0430	0.0109	1.7891	< 0.001	0.0023	78.3441	0.0396

IV.1.2 Acier inoxydable duplex 2205

L'analyse chimique de cet acier (*tableau IV.2*) donne des valeurs très proches de ceux du (*tableau III.2*) données par la norme ASTM. On remarque que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour cette famille d'aciers inoxydables. On constate aussi une faible teneur en carbone, cela à pour conséquence de minimiser les risques de précipitation (notamment des carbures) qui peuvent être néfaste pour l'alliage en question.

Tableau IV.2. Composition chimique de l'acier inoxydable duplex.

	С	Si	Mn	Ni	Мо	Cr	Р	S	Cu	N
% massique	0.03	0.36	1.77	5.70	2.30	22.05	0.018	0.015	0.12	0.14

IV.1.3 Matériau d'apport ER 2209

Les résultats de l'analyse chimique sont également conformes aux normes (*tableau IV.3*). On remarque une teneur relativement élevée en nickel (8.5%) comparée à celle de l'acier inoxydable duplex (5.7%), qui a pour conséquence de stabiliser l'austénite dans la zone fondue. La teneur en carbone quant à elle, a été minimisée au maximum pour éviter tout risque de précipitation de carbures de chrome.

	С	Si	Mn	Ni	Мо	Cr	Р	S	Cu	N
% massique	0.015	0.50	1.30	8.50	3.00	22.50	-	-	-	0.14

Tableau IV.3. Composition chimique du matériau d'apport.

IV.2 Résultats des examens métallographiques

IV.2.1 Résultat de l'examen macrographique

On voit nettement sur la macrographie du cordon de soudure (*Figure IV.1*) l'hétérogénéité structurale entre la zone fondue (métal d'apport) et les deux matériaux de bases. On distingue nettement sur cette figure :

- MB1 matériau de base en acier inoxydable supermartensitique 13CrS
- MB2 matériau de base en acier inoxydable duplex 2205
- ZAT1, ZAT2 les zones affectées thermiquement respectives pour chaque matériau
- ZF la zone fondue, elle-même composée de 5 régions qu'on peu voir de bas en haut. La première passe P1 constitue le premier point de liaison entre les deux matériaux de bases, les passes P2, P3 et P4 représentent les passes de bourrage, P5 elle, est une passe de finition.



Figure IV.1. Illustration macrographique du joint soudé et ses zones principales.

IV.2.2 Résultats de l'examen micrographique

La *figure IV.2* représente une structure biphasée, d'austénite « γ » et de ferrite « δ ». Les proportions de ces deux phases sont à peut prés égales (50% γ et 50% δ). La forme allongée des grains est due à l'opération de laminage pendant la phase d'élaboration. On notera aussi la présence de macles dans les grains austénitiques.



Figure IV.2. Micrographie du MB duplex.



Figure IV.3. Micrographie de la ZL et de la ZAT coté duplex.

La *figure IV.3* donne une vue d'ensemble des trois zones de la soudure. *Il est aisé de constater que* l'hétérogénéité est flagrante. En effet, la zone de liaison est de faible épaisseur et sépare deux microstructures fondamentalement différentes. Il est important de souligner la différence du comportement entre les bandes ferritiques et les bandes austénitiques ; La finesse des grains ferritiques dans la ZL prouve que ces bandes ont subit une fusion plus accentuée que celle des bandes austénitiques. Ce phénomène s'explique par le fait que la conductivité thermique de la ferrite est plus élevée que celle de l'austénite. On remarque également un léger grossissement des grains ferritiques, cette transformation est due aux cycles de chauffage et de refroidissement qu'elle subit à chaque passe réalisée lors du soudage.

Comme le montre la *figure IV.4*, on remarque à partir de la micrographie de la zone fondue, la finesse de la structure premièrement et deuxièmement la nature dendritique des deux phases. Cela est du à une solidification rapide qui a empêché la cristallisation des grains.



Figure IV.4. Micrographie de la ZF.

La micrographie de la *figure IV.5* représente la microstructure du métal de base coté supermartensitique. On observe nettement qu'il n'y a qu'une seule phase présente c'est la martensite. Elle se présente sous forme de lattes. On remarque qu'à l'état reçu, la structure est fine.



Figure IV.5. Micrographie du MB supermartensitique.

La vue d'ensemble du joint soudé coté supermartensitique est présentée par la micrographie de la *figure IV.6*. On voit que la zone de liaison est très fine. Le fait que les deux matériaux soient de nature différente rend cette zone visible et aisément discernable. On notera aussi que les grains martensitiques ont relativement grossis, les cycles thermiques de soudage étant la principale cause.



Figure IV.6. Micrographie de la ZL et de la ZAT coté supermartensitique.

IV.3 Résultats de l'examen au MEB

Comme on le voit sur la *figure IV.7*, l'image prise par émission d'électrons secondaires ne permet pas de distinguer les deux phases l'une de l'autre. Ceci dit on peut remarquer que la structure est en fibres intercalées d'austénite et de ferrite.



Figure IV.7. Observation au MEB du MB duplex.

Les mêmes remarques de la figure précédente peuvent être prises en compte pour la ZAT coté duplex (*figure IV.8*)



Figure IV.8. Observation au MEB de la ZAT coté duplex.

On observe sur la *figure IV.9* la zone de liaison qui sépare la ZF de la ZAT coté duplex, la remarque importante dans la ZAT qu'on doit signaler est le fait qu'on peut distinguer les bandes ferritiques (marquer sur l'image) en raison de la profondeur de pénétration de la phase liquide. Cela est dû à la conductivité thermique de la ferrite qui est plus importante que celle de l'austénite.



Figure IV.9. Observation au MEB de la ZL coté duplex.

On observe dans la *figure IV.10* la microstructure de la ZF. Bien qu'il est difficile de localiser les phases ferritiques et martensitiques, on peut envisager que la phase ferritique est prépondérante. , Les îlots d'austénite baignent dans une matrice ferritique.



Figure IV.10. Observation au MEB de la ZF.

Encore une fois la zone de liaison coté supermartensitique est nette et précise (*figure IV.11*). A gauche la structure biphasée de la zone fondue et à droite la ZAT coté supermartensitique.



Figure IV.11. Observation au MEB de la ZL coté supermartensitique.

Les *figures IV.12* et *IV.13* montrent que les structures de la ZAT et du MB sont très similaires. En réalité, il est difficile de déceler les joints de grains pour évaluer la taille des grains.



Figure IV.12. Observation au MEB de la ZAT coté supermartensitique.



Figure IV.13. Observation au MEB du MB supermartensitique.

IV.4 Résultat de l'estimation du taux de ferrite dans la zone fondue

IV.4.1 Méthode des diagrammes

IV.4.1.1 Calcul des taux de dilutions

Si on regarde le chapitre "techniques expérimentales" *figure III.3,* et en la comparant à la *figure IV.14* on déduit que :

- la surface B représente le métal 13CrS initial qui s'est dissout dans la ZF.
- La surface C représente le métal initial 2205 qui s'est dissout dans la ZF.
- Le reste qui est la surface A représente alors le métal d'apport ER 2209.
- La somme des trois surfaces nous donne alors la zone fondue.



Figure IV.14. Détermination des aires pour le calcul des taux de dilutions.

Les surfaces ainsi mesurées, sont regroupées dans le tableau IV.4 et on remarque

- L'acier supermartensitique ($D_B = 25, 376$) se dissout plus dans la ZF que l'acier duplex ($D_C = 13,733$)
- Le métal d'apport logiquement représente la plus grande partie de la ZF avec $(D_A = 60,891)$

	13CrS	2205	ER 2209		
aires	$S_B = 6622,552$	$S_{C} = 3584,205$	S _A = 15890,664		
Taux de dilution (%)	$D_{\rm B} = 25,376$	D _C = 13,733	$D_A = 60,891$		

Tableau IV.4. Valeurs des aires et des taux de dilutions pour chaque matériau.

A partir de la composition chimique obtenue pour chaque matériau, on a calculé les équivalents chrome et équivalents nickel de chaque point pour chaque diagramme, les *tableaux IV.5, IV.*6 et *IV.7* suivants donnent les résultats obtenus

IV.4.1.2 Diagramme de Schaeffler

Les valeurs des équivalents chrome et nickel *tableau IV.5* reflètent la teneur en éléments d'alliage. On voit que le métal d'apport est riche à la fois en éléments gammagènes et alphagènes tandis que le MB 13CrS est relativement pauvre.

	13CrS		2205		ER 2209		joint	
Eq	Eq Cr	Eq Ni						
Valeurs (%)	15,62	6,70	24,89	7,49	26,25	9,60	23,37	8,57
	Point 1		Point 2		Point 4		Point 5	

Tableau IV.5. Valeurs des équivalents chrome et nickel selon Schaeffler.

Pour déterminer les points figuratifs de la *figure IV.15* on procède de la manière suivante

- On positionne les points 1, 2, et 4
- La droite $[1-3] = D_C / D_C + D_B = 35\%$ de la droite [1-2], on peut alors positionner le point 3.
- On trace la droite [3-4]
- La droite [3-5] = 60,9% de la droite [3-4]
- On obtient le point 5 qui déterminera le taux de ferrite.



Figure IV.15. Taux de ferrite obtenu par le diagramme de Schaeffler.

IV.4.1.3 Diagramme de Delong

Tableau IV.6.	Valeurs des	e équivalents	chrome e	et nickel s	elon Delong.
---------------	-------------	---------------	----------	-------------	--------------

	13CrS		2205		ER 2	2209	joint		
Eq	Eq Cr	Eq Ni							
Valeurs (%)	15,62	6,70	24,89	11,69	26,25	13,80	/	/	

On ne peux pas placer le point 13CrS (15.62 , 6.70) sur le diagramme de Delong, effectivement l'axe des ordonnées ne commence qu'à partir de la valeur Eq Ni = 10. (6,7 < 10)

Donc pour notre cas, le diagramme de Delong est inutilisable (veuillez vous référer aux annexes).

IV.4.1.4 Diagramme WRC-1992

Tableau IV.7. Valeurs des équivalents chrome et nickel selon le WRC-1992.

	13CrS		2205		ER	2209	joint		
Eq	Eq Cr	Eq Ni	Eq Cr	Eq Ni	Eq Cr	Eq Ni	Eq Cr	Eq Ni	
Valeurs (%)	15,55	6,59	24,35	9,58	25,50	11,825	/	/	

Même remarque, le diagramme WRC-1992 est inutilisable parce que : 6,59 < 9 (veuillez vous référer aux annexes).

IV.4.2 Traitements d'images « IMAGE J »

Les images traitées sont constituées de ferrite (en noir) et d'austénite (en blanc), les résultats sont donnés dans le tableau suivant

mesures	1	2	3	4	5	moyenne
ferrite (%)	51,20	53,23	49,20	52,11	52,69	51,68

Tableau IV.8. Taux de ferrite quantifié par IMAGE J.



Figure IV.16. Histogramme des taux de ferrite de la ZF pour la soudure à l'état reçu.

On remarque que la méthode de Schaeffler donne d'assez bons résultats. La structure demeure biphasée avec à peu prés 50% de chaque phase, on peut dire alors que le matériau d'apport a été judicieusement choisi et que les paramètres de soudage ont été bien optimisés.

Composition chimique de la zone fondue

Le métal fondu a une composition chimique intermédiaire entre le métal déposé et les métaux de base. La concentration de ses éléments chimiques dépend du taux de dilution globale et du taux de dilution du côté supermartensitique et duplex.

$$C = D_B \ . \ C_B + D_C \ . \ C_C + D_A \ . \ C_A$$

- C : composition chimique du métal fondu
- C_B: composition chimique de l'acier inoxydable supermartensitique
- C_C: composition chimique de l'acier inoxydable duplex
- CA: composition chimique du métal d'apport.

Tableau IV.9. Composition chimique de la zone fondue

	Cr	Ni	Мо	Si	Mn	Р	S	Cu	N	С
Teneur (%)	20,22	7,28	2,59	0,38	1,19	0,006	0,004	0,02	0,10	0,023



Eléments alphagènes









Figure IV.17. Evolution des éléments alphagènes dans la ZF (a) Chrome ; (b) Molybdène ; (c) Silicium.

Dans la *figure IV.17* la répartition des éléments alphagènes reste homogène dans la zone fondue. On remarque que la teneur en chrome permet de garder la couche passive en place, d'où une bonne résistance à la corrosion.

Elements gammagènes

On voit sur la *figure IV.18* que la teneur en nickel a augmenté dans la zone fondue, cela est voulu afin d'améliorer la ductilité de cette dernière. Le carbone compte à lui, a diminué, ce qui a pour conséquence de rendre la zone moins dure. On remarque aussi que la teneur en manganèse reste homogène et que celle du cuivre a diminué, ce qui affecte peu la zone fondue vu les faibles quantités présentes.



Figure IV.18. Evolution des éléments gammagènes dans la ZF ; (a) nickel ; (b) carbone ; (c) manganèse ; (d) cuivre.

IV.5 Résultats des traitements thermiques

Afin d'apprécier les changements structuraux qui s'opèrent au niveau des joints soudés, nous avons réalisé divers traitements à haute température. Les microstructures obtenues sont présentés dans les figures IV.19, IV.20 et IV.23 (a), (b) et (c).

Matériau de base duplex et zone fondue IV.5.1





(c)

Figure IV.19. Evolution de la microstructure du MB duplex après hypertrempe à partir *de* (*a*) 1150°*C* ; (*b*) 1250°*C* ; (*c*) 1350°*C*.



(a)

(b)



(c)

Figure IV.20. Evolution de la microstructure de la ZF après hypertrempe à partir de (a) 1150°C ; (b) 1250°C ; (c) 1350°C.

On constate que la microstructure évolue sensiblement lorsque la température de traitement est augmentée. Parmi ces changements on peut citer :

- Polygonisation des grains aussi bien austénitiques que ferritiques avec l'apparition des joints orientés à 120° dans les joints triples.
- Croissance des grains ferritiques essentiellement.
- Modification de l'équilibre austénite ferrite en faveur du taux de ferrite lorsque la température de traitement est augmentée (voir *figure IV.20*).
- Dans la zone fondue, on assiste à une rupture de la structure de solidification.

Après hypertrempe à l'eau de ces trois échantillons, on a pu figer la microstructure à ces trois différentes températures. La balance austénite/ferrite aux hautes températures tend plutôt vers la structure ferritique. Effectivement plus on augmente la température et plus le taux de ferrite est important. L'histogramme réalisé à partir des données d' « Image J » reflète ces résultats (*figure IV.21 et IV.22*).



Figure IV.21. Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe dans le MB duplex.



Figure IV.22. Histogramme de l'évolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe dans la ZF.

IV.5.2 Matériau de base supermartensitique

Dans le cas du matériau de base supermartensitique, on peut noter une petite modification de la microstructure. Comme la martensite se forme durant le refroidissement, il est possible de repérer les anciens joints de phase gamma. On note alors l'effet de la température qui se traduit par le grossissement du grain gamma.



(a)

(b)



(c)

Figure IV.23. Evolution de la microstructure du MB supermartensitique après hypertrempe à partir de (a) 1150°C ; (b) 1250°C ; (c) 1350°C.

IV.6 Résultats et interprétation des essais de microdureté

- On rappelle que les mesures de microdureté ont été effectuées sous une charge de 1kgf (HV 1) pour les 4 échantillons
- L'intervalle de la prise des mesures est de 0,5mm pour tous les points.

IV.6.1 Echantillon à l'état reçu

Tableau IV.10. Valeurs de microdureté de l'échantillon à l'état reçu.

MB 13CrS												
223,6	241,1	217,1	221,7	221,4	244,4	247,8	259,7	236,4	237,5	226,4	250,7	241,3
ZAT 13CrS					ZF							
230,4	234,6	224,9	256,9	249,8	243,3	241,6	253	257,5	261,8	249,5	264,6	254,2
2					AT 2205 MB 220					ИВ 220)5	
260,9	246,6	271,1	248,1	250,1	223,6	234,9	242,2	232,5	222,9	238,3	231,2	231,7

On remarque sur le profil de microdureté (Figure IV.24)

- La dureté du MB 13CrS et de la ZAT 13CrS varie peu, elle est entre 220 HV1 et 260 HV1 ;
- La zone de fusion est sans conteste la plus dure, sa dureté se situe entre 250 HV1 et 270 HV1 ;
- Pour le matériau duplex et sa ZAT on remarque une nette diminution de la dureté, sa valeur est comprise entre 250 HV1 et 220 HV1.





Malgré ces légères variations de la dureté dans notre joint soudé, on peut conclure qu'elle reste malgré ça uniforme. On rappelle que les deux tubes ont été fournis à l'état soudé et donc les paramètres de soudage ont été optimisés, c'est ce qui explique ses bonnes caractéristiques de dureté.

IV.6.2 Echantillon traité à 1150°C

246,6

268,1 257,5 248,1

257,8

MB 13CrS						Z	AT 13Cı					
267,5	255,1	253,1	264,3	263,7	255,2	239,1	244,1	257,2	265,3	255,4	260,3	257
ZF												
252,1	262,8	249,2	247,5	242,2	248,9	238,9	235,1	234,3	260,3	274,1	272,4	256,6
ZAT 2205					Γ	MB 220	5					

232,8 228,1 234,3 229,8 230,2

Tableau IV.11. Valeurs de microdureté de l'échantillon traité à 1150°C.

Une hausse de la dureté est à souligner pour le coté supermartensitique, la ZAT comprise, cela est due à l'hypertrempe que l'échantillon à subit. Même remarque pour le coté duplex, sauf que le phénomène est plus accentué au niveau de la ZAT comme le montre la (*figure IV.25*).



Figure IV.25. Profil de microdureté de l'échantillon traité à 1150°C.
IV.6.3 Echantillon traité à 1250°C

MB 13CrS							Z					
264,1	276,7	279,1	263,4	287,2	284,7	262,4	262,5	267,8	287,2	295,2	275,4	293,7
ZF												
306,7	281,5	271,7	271,1	272,2	271,1	283,6	281,2	272,7	274,1	265,3	258,7	238,3
	ZF											
244,1	240,2	250,1	262,1	257,8	249,7	254,2	247,9	242,2	251,9	231	236,7	318,5
ZAT 2205						MB 2205						
313,1	280,9	286,5	282,6	304	286,5	275,7	277,1	267,8	262,4			

Tableau IV.12. Valeurs de microdureté de l'échantillon traité à 1250°C.

Encore une fois la dureté est plus importante qu'elle ne l'était à 1150°C (*figure IV.26*), elle dépasse les 280 HV1 pour le coté supermartensitique. On peut dire de même pour le MB 2205 et la ZAT 2205 avec des mesures excédant les 310 HV1.

Pour la zone fondue, globalement, il y a une nette augmentation de la dureté mais on remarque qu'elle est constituée de deux zones séparées par le point 24, on peut expliquer cela par le faite que le profil suivi lors de la prise des mesures n'était pas parfaitement horizontal, et on a du prendre les mesures dans deux passes différentes.



Figure IV.26. Profil de microdureté de l'échantillon traité à 1250°C.

IV.6.4 Echantillon traité à 1350°C

MB 13CrS						Z	AT 13Ci	ZF					
255,1	252,1	250,7	236,2	246,4	254,2	262,8	274,7	289,7	300,9	243,8	240,2	242,2	
	ZF												
234,9	249,8	243,3	247,5	248,7	236,2	239,7	248,7	246,4	246,6	242,7	257,2	260	
ZF					ZAT 2205					MB 2205			
254,8	243,3	262,4	244,1	256	279,1	277,8	256,9	258,1	273,4	270,1	268,8	277,8	
274,7													

Tableau IV.13. Valeurs de microdureté de l'échantillon traité à 1350°C.

La ZAT coté supermartensitique (*figure IV.27*) augmente en dureté graduellement jusqu'à atteindre plus de 300 HV1. Pour les autres zones on ne remarque pas de grands changements.



Figure IV.27. Profil de microdureté de l'échantillon traité à 1350°C.

On peut conclure que le joint de soudure à l'état reçu présente d'excellentes propriétés concernant la dureté, les mesures ont prouvé qu'elle est presque uniforme sur toute la longueur de l'échantillon malgré son hétérogénéité. On a pu voir aussi que la largeur des deux ZAT ne dépasse pas 2,5mm. Enfin la dureté est proportionnelle aux températures d'hypertrempes, c'est-à-dire plus on augmente la température et plus la dureté sera importante.

Conclusion générale

Cette étude nous a permis de mener à bien la caractérisation de cette soudure. On a pu grâce à la macrographie observer, premièrement, l'hétérogénéité dans le joint soudé et mettre ainsi en évidence les différentes zones qui le constituent et deuxièmement voir les cinq passes de soudage.

L'examen micrographique nous a dévoilé la structure métallurgique de la zone fondue, des zones affectées thermiquement et des matériaux de bases, ce qui nous a permis d'observer les phases présentes et d'apprécier la taille des grains. Les images prises par microscope électronique à balayage nous ont confirmé ces résultats.

L'étude quantitative de la zone fondue avec les traitements d'images nous indique que les taux de ferrite et d'austénite sont satisfaisants. On a conforté ces résultats en utilisant le diagramme de Schaeffler et en vérifiant la teneur en éléments alphagènes et gammagènes dans cette même zone.

De ces constatations on a pu conclure que la soudure est saine et exempte de défauts et que le métal d'apport et les paramètres de soudages ont été judicieusement choisis.

Les traitements thermiques d'hypertrempes provoquent un grossissement des grains et une augmentation du taux de ferrite.

La dureté reste appréciable et ne varie que très peu le long du joint soudé. Cependant elle augmente quand on monte en température.

Perspectives

- La caractérisation mécanique de cette soudure reste incomplète, des essais de tractions, de résiliences et de pliages sont fortement recommandés.
- > Etude des phénomènes de corrosion qui peuvent survenir.

[1]. B. VAN HECKE.

"What is stainless steel?". EURO-INOX the European Stainless Steel Development Association.

[2]. P.J CUNAT.

"Aciers inoxydable : Critères de choix et structure". Techniques de l'ingénieur, fasc. M 4540, (Mars 2000).

[3]. J.C LIPPOLD, D.J KOTECKI.

"Welding metallurgy and weldability of stainless steels". JOHN WILEY & SONS. (2005).

[4]. G KRAUSS.

"STEELS: Processing, structure and performance". Page 496. ASM International. (2005).

[5]. J.D VERHOEVEN.

"Steel metallurgy for the non-metallurgist". pp. 134-135. ASM International. (2007).

[6]. P. SOULIGNAC, B. BONNEFOIS, E. SOUTIF.

"Chaudronnerie en aciers inoxydables". Techniques de l'ingénieur, fasc. BM 6570, (Juillet 2007).

[7]. A.F PADILHA, P.R RIOS.

"Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels". pp. 325-337. ISIJ International, Vol. 42, N°4. (2002).

[8]. M. McGUIRE.

"Stainless Steels For Design Engineers". ASM International. (2008).

[9]. THE IRON AND STEEL SOCIETY.

"Steel products manual: Stainless Steels". (1999).

[10]. G. MURRY.

"Aciers: généralités". Techniques de l'ingénieur, fasc M300, (Octobre 1993).

[11]. M. Colombie et coll.

"Matériaux métalliques". Dunod. Paris. (2000).

[12]. Md.I Khan.

"Welding Science and Technology". NEW AGE INTERNATIONAL PUBLISHERS. (2007).

[13]. 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. (2003).

[14]. P.J CUNAT.

"ACIERS INOXYDABLES : Mise en œuvre". Techniques de l'ingénieur, Fasc. M4542. (2000).

[15]. AVESTA WELDING.

"The Avesta Welding Manual: Practice and products for stainless steel welding". Edita Västra Aros. Sweden. (2004).

[16]. A.P Lambert.

"Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions soudage". Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (03 Mai 2001).

[17]. H. Granjon.

"Bases métallurgiques du soudage". Public Soudage&Applicat. (1989).

[18]. A.W Marshall, J.C.M Farrar.

"Welding of ferritic and martensitic 11-14% Cr steel". pp. 32-55. Welding in the World. (2001).

[19]. A. LAURO, M. MANDINA.

"Welding and weldability of the 'super-austenitic' and 'super-martensitic' stainless steels". pp. 710-720. The Italian Welding Institute of Genova. Welding International. (2003).

[20]. R. J Castro, J. J de Cadenet.

"Welding Metallurgy of Stainless and Heat Resisting Steels". Cambridge University Press. Cambridge. (1974).

[21]. T.G. Gooch, P. Woolin, A.G. Haynes.

"Welding metallurgy of low carbon 13% chromium martensitic steels, in Proceedings of Supermartensitic Stainless Steels". pp. 188-195. Belgian Welding Institute. Ghent, Belgium. (1999).

[22]. J.C Varol, J.C Lippold, W.A Baeslack.

"Microstructure/property relationships in simulated heat-affected zones in duplex stainless steels". pp. 757-762. ASM International, Materials Park, OH. (1990).

[23]. www.sumitomo-tubulars.com

Annexes



Diagramme de Delong



Diagramme WRC-1992

GTP	HILLING THE	ipt maint	PR	OCEDEN
SERVICE CONTROLE	- PROCEDE	de SOUDAG	E-	201
AFFAIRE 8530). /	DATE;	10-07: ~	Dublex
NOM(s) SOUDEUR(s): -	SAIDANI	REPERE (s) ,	W13.	- I'm
NETHOPE SOUDAGE.	G.T.AW.	NUANCE METAL	13CR + A	790M.
	11,1 mm.	DIMENSIONS EI	PROUVETTES	6"
IYPE de GENÉRATRI	CE EMPLOYEE:	HOBAR	Υ Τ.	

N:	METAL D'APPORT						COURANT SOUDAGE				vitesse GAZ avance. PROTECTEUR			TEMPS	
, Passe	Гуре	ø.	long	Nilot	₩₽. nbr	nat.	p	I	V	ст. тп	Туре	debit L.mn	soudage		
1	DP3WT	2.4	1000	LRAZ7E	03	C.C	(-)	100	18	03	Ar.	15	15'	30"	
2	DP3WT	~	8	h	02	5	5	140	18	4,4	Ar.	15	10'	53"	
3	DP 3WT	n	n	ч	2,2	n	~	140	18	5,01	Ar.	15	09'	33"	
4	DP3WT	h	4	h	2,5	n	n	140	18	4,12	Ar.	15	11'	0"	
5	DP3WT	u	n	n	3,10	n	n	110	17	2,54	Aſ	15	18'	+8"	
												1			
	NB=	DI	31	NT :	m	ètq.	. 0	lap	por	t.					
								-				+		-	
										-					
							-							;	
													1		
													1		
	-													1	
	•	_	_											1	
										- <u>[</u>					
				-						1	_				
				20										+	
								_		-					
L											LE COM	ITROLE	IR CI IEN	T	
OBS	SERVATION	IS (ou	CROG	ouis du	JOIN	(1)					LECON	MOLLC	IN CLILI		
	• .		6+5	%-0°,				A 100			. /	لأشغال ال	à.	1	
	[-		-			7			19	VERAL	HR CLE	1	
				1/		¥	_			/	ds	Ballet	生	- //	
1	1			111			1	1			11/2		~~/x	- 11	

Procédure de soudage



(a)



(b)

Répartition des impuretés dans la zone fondue (a) phosphore, (b) souffre.