

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

Thème

**ETUDE DE LA CORROSION DES
SOUDURES EN ACIERS INOXYDABLE
DUPLEX ET AUSTENITIQUE FISSURES
PAR FATIGUE THERMIQUE**

Proposé et dirigé par :

Mr. K. ABADLI

Etudié par :

B.OUMEDDOUR

Promotion 2007

إن الهدف من عملنا هذا، هو دراسة مقاومة لحام من فولاذ غير قابل للتأكسد أوستينوفيريتيكي UNS S 31803 و آخر أوستينيتيكي 304L بعد إرهاق حراري . و لهذا السبب ، قمنا بانجاز تجارب للتآكل للحصول على تيار التوازن و كمون التوازن. استعملنا في دراستنا تقنيات التمييز التالية : المجهر الضوئي و آلة الرسم الكموني . النتائج المتحصل عليها توضح إن قابلية التآكل للفولاذ تزداد بزيادة عدد ادوار الإرهاق الحراري. أما التشققات التي هي من طبيعة بين حبيبية، تسهل تآكل الفولاذ.

كلمات مفتاحية : إرهاق حراري، تآكل، من فولاذ غير قابل للتأكسد أوستينوفيريتيكي، من فولاذ غير قابل للتأكسد أوستينيتيكي، فيريت، أوستينيت، لحام ، دور.

Abstract

The objective of our work is to study the resistance against the corrosion of weldment duplex stainless steel UNS S 31803 , and austenitic stainless steel 304L after thermal fatigue conditions. For this reason, we have realized corrosion trails to obtain the I corr. and the E corr. .

Characteristic techniques used are: optical microscope, potentiostat measurement.

The results of our work show that the steel is attacked by corrosion whereas thermal cycles number increase. The cracks which are intergranular make the corrosion easy to happen.

Key words: thermal fatigue, corrosion, duplex stainless steel, austenitic stainless steel, ferrite, austenite, welding, cycle.

Résumé

L'objectif de notre travail consiste à étudier la résistance de corrosion des soudures en acier inoxydable duplex UNS S 31803 et en acier inoxydable austénitique 304L qui ont subi une fatigue thermique. Pour cela nous avons réalisé des essais de corrosion pour obtenir le E corr. et le I corr.

Les techniques de caractérisation utilisées sont: le microscope optique, le potentiostat. Les résultats obtenus montrent que l'acier subit une attaque de corrosion tandis que le nombre des cycles thermiques effectués augmente. Les fissures qui sont de nature intergranulaire, elles facilitent la corrosion.

Mots clés: fatigue thermique, corrosion, acier inoxydable duplex, acier inoxydable austénitique, ferrite, austénite, soudage, cycle.

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

- ❖ *Mes très chers parents*
 - ❖ *Mes chers frères Chemss-eddine et Abd-el-kayoum*
 - ❖ *Mon cousin Chemss-eddine et mon oncle Abdel-hamid*
 - ❖ *Toutes ma familles*
 - ❖ *Mes amis : ADEL, WAHAB , HAMZA , RAFIK , MOUSSA, YOUNES ,NABIL , HICHEM , SALAH, FARIS,OMAR, MALIK , WALID, SALAH, MOHAMED LAAKROUF , MOUH MANSOUR ,RAMZI , FOUENZ*
- Ainsi que tout mes amis de **GUELMA** et de la cité Bouraoui et de l'ENP.*
- ❖ *Ma promotion de 2006-2007*

BILEL_{A24}

REMERCIEMENTS

Avant toute chose, je tiens à souligner que ce travail personnel a demandé la participation de nombreuses personnes que je tiens à remercier chaleureusement :

- Merci à mes parents, sans leur soutien, rien n'aurait été possible.
- Mr. Abadli Kamel : mon directeur de thèse, je le remercie profondément de mon coeur, pour son dévouement, ses conseils et ses critiques constructives, son soutien moral durant les moments difficiles et surtout dans la partie expérimentale, pour la grande liberté qu'il m'a accordée ainsi que la grande disponibilité dont il a fait preuve à mon égard.
- Mr. M.E.Djeglhal pour son soutien et encouragement.
- Monsieur le président de jury et messieurs les membres de jury qui ont accepté d'examiner et d'évaluer mon travail.
- Tous les enseignants qui ont contribué à ma formation.
- Mr. OUMEDDOUR Chemss-eddine, mon cousin, qui m'a toujours aidé durant la préparation de ce mémoire.
- Mr MEFTAH Abdel-hamid, mon oncle qui m'a aidé pour effectuer mon travail expérimental.
- Le Lt.Colonels FASSI de L'Ecole Militaire Polytechnique (EMP), pour la mise à ma disposition des moyens nécessaires à l'avancement de mon projet.
- Le Lt.Colonel MIRATI qui m'a aidé lors de la réalisation des essais de corrosion, ainsi que son orientation et ses conseils lors des essais.
- Le Lt.Colonel BRITAH qui m'a aidé lors de l'observation microscopique.
- Mes amis, Hamza, Hichem, Wahab, Omar, Mohamed Laakrouf pour leurs aides.

OUMEDDOUR BILEL

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	---

Chapitre I : Les aciers inoxydables

I.1 Généralités sur les aciers inoxydables	3
I.1.1 Influences des éléments d'alliage	3
I.1.1.1 Action du chrome, système Fe-Cr	3
I.1.1.2 Action du carbone, système Fe-Cr-C	4
I.1.1.3 Action du nickel, système Fe-Cr-Ni	5
I.1.1.4 Actions des éléments alphagènes	6
I.1.1.5 Actions des éléments gammagènes :	7
I.2 Les différentes classes d'aciers inoxydables :	7
I.2.1 Les aciers martensitiques :	7
I.2.2 Les aciers ferritiques	7
I.2.3 Les aciers austénitiques :	8
I.2.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex) :	8
I.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)	9
I.3.1 Composition chimique :	9
I.3.2 Structure métallurgique :	9
I.3.3 Traitements thermiques et transformations structurales :	11
I.3.3.1 Transformation à température supérieure à 1050°C	11
I.3.3.2 Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C	11
I.3.3.3 Transformations intervenant entre 600°C et la température ambiante	14
I.3.4 Propriétés physiques et mécaniques	15
I.3.4.1 Propriétés physiques	15
I.3.4.2 Propriétés mécaniques	16
I.3.5 Résistance à la corrosion	18
I.3.5.1 Corrosion intergranulaire	18
I.3.5.2 Corrosions par piqûres et crevasses en milieux chlorurés	18
I.3.5.3 Corrosion sous contrainte ; fatigue-corrosion	18
I.4. Les aciers inoxydables austénitiques :	19
I.4.1. Propriétés physiques	19
I.4.2. Propriétés mécaniques	19
I.4.3 Déstabilisation de l'austénite	20
I.4.3.1. Transformations martensitiques	20
I.4.3.2. Précipitation des carbures et des nitrures	21
I.4.3.3. Formation de phases intermétalliques	22
I.4.4. Comportement à la corrosion des aciers inoxydables austénitiques	23
I.4.4.1. Corrosion humide ou électrochimique	23
I.4.4.2. Corrosion sèche. Oxydation	24
I.4.4.3. Les phénomènes de corrosion localisée des aciers inoxydables austénitiques	24

Chapitre II : Soudage des aciers inoxydables

II.1. Introduction :	28
II.2.Soudabilité des aciers inoxydables austéno-ferritiques	29
II.2.1 Solidification et structure des soudures duplex	29
II.2.2. Taux de ferrite	30
II.2.3 Transformations de phases durant le soudage des duplex	31
II.2.4 Traitements thermiques des soudures en aciers duplex :	32
II.2.5 Propriétés d'une soudure duplex	32
II.3. Soudage des aciers inoxydables austénitiques.....	33
II.3.1. Structure de solidification des aciers austénitiques	33
II.3.2.Modes de solidification :	35
II.3.3. Physico-chimie de la solidification : Phénomène de ségrégation.....	36
II.3.3.1. Ségrégation dendritique	36
II.3.3.2. Ségrégation intergranulaire.....	36
II.3.3.3. Ségrégation majeure	37
II.3.4. Conséquences métallurgiques des cycles thermiques de soudage.....	37
II.3.4. Défauts de soudures en aciers inoxydables austénitiques.....	38
II.3.4.1. Sensibilité à la fissuration à chaud	38
II.3.4.2. Précipitation des carbures	39
II.3.4.3. Formation de la phase sigma	40

Chapitre III : La fatigue thermique

III.1 Introduction	43
III.2 Définitions	43
III.3 Contraintes thermiques	43
III.4 Mécanisme de la fatigue thermique	43
III.5 Contraintes thermiques résiduelles.....	46
III.6 Fissuration d'origine thermique	47
III.6.1 Amorçage	47
III.6.1.1 Amorçage sous contrainte thermique cyclique	48
III.6.1.2 Amorçage par la fragmentation cellulaire de la couche d'oxyde.....	48
III.6.2 Propagation.....	48
III.6.3 Faciès caractéristique de fissuration thermique.....	49
III.7 Facteurs de la fatigue thermique	49
III.7.1 Nature du cyclage thermique.....	50
III.7.2 Facteur d'environnements	50
III.7.3 Facteurs thermiques.....	50
III.7.4 Facteurs géométriques.....	51
III.7.5 Facteurs métallurgiques.....	51
III.7.6 Facteurs mécaniques.....	51

Chapitre IV : Procédures expérimentales

IV.1 Matériau de l'étude	53
IV.2 L'acier inoxydable austéno-ferritique	53
IV.2.1 Analyse chimique.....	53
IV.2.2 structure de l'acier étudié	54
IV.2.3 Taux de ferrite	54
IV.3 L'acier inoxydable austénitique	55
IV.2.1 Analyse chimique.....	55
IV.2.2 structure de l'acier étudié	55
IV.4 Caractérisation métallographique	56
IV.4.1 Polissage.....	56
IV.4.2 Attaque métallographique	56
IV.5 Techniques d'analyse et d'observation de la surface.....	57
IV.6 Préparation des échantillons pour l'attaque électrochimique	57
IV.7 Dispositif expérimental	58
IV.8 Matériau de l'étude	59
IV.9 Techniques électrochimiques	59
IV.9.1 Suivi du potentiel en circuit ouvert	59
IV.9.2 Détermination des courbes de polarisation $E=f(\log I)$	60

Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1 Introduction	62
V.2 Observation microscopique	62
V.2.1 Observation microscopique de l'acier duplex	62
V.2.1.1 Observation du métal non traité	62
V.2.1.2 Observation après cyclage	64
V.3 Comportement électrochimique des soudures.....	68
V.3.1 Comportement des soudures duplex.....	68
V.3.2 Comportement des soudures austénitiques.....	70
V.4 Conclusion.....	73

Conclusion générale.....	75
---------------------------------	-----------

Introduction générale

Introduction Générale

La connaissance de la composition et du mode d'élaboration des aciers permet d'expliquer ses propriétés mécaniques ou de résistance à la corrosion. Les propriétés mécaniques dépendent notamment de la structure métallurgique, de la présence ou non de précipités et de la capacité de durcissement de l'acier.

Les aciers ont en général une mauvaise résistance à la corrosion. De nombreuses tentatives ont été faites pour les protéger. Elles sont de deux types : ajout d'éléments à l'acier lors de la fusion ou dépôt d'une couche protectrice sur le produit fini. Les aciers inoxydables sont nés au début du 20^e siècle. Leur résistance à la corrosion est due à une teneur en chrome d'au moins 12%. Ces aciers permettent de répondre aux problèmes de corrosion sévère (industrie chimique, eau de mer...) ainsi qu'à la corrosion douce lorsque toute contamination est interdite (industrie agroalimentaire, pharmacie, industrie nucléaire...). Ils permettent aussi de résoudre les problèmes d'aspect de surface en milieu atmosphérique (bâtiment, mobilier...).

A la fin du 19^e siècle Brustlein et Boussingault ont, chacun de leur côté, mis en évidence le rôle du chrome sur la résistance à l'oxydation des alliages ferreux. Au tout début du 20^e siècle, Goldschmidt développe les premières nuances d'aciers inoxydables à bas carbone.

Les grandes familles d'aciers inoxydables se développent progressivement. Dès 1909, les principales nuances de base d'aciers martensitiques, ferritiques et austénitiques connues actuellement sont élaborées. Il faudra attendre 1931 pour voir apparaître les premières nuances d'aciers austéno-ferritiques. Au contraire des aciers martensitiques qui sont formés par trempe de la phase austénitique, pour les nuances ferritiques, austénitiques et austéno-ferritiques, les transformations de phase ne touchent qu'une partie mineure du matériau. La phase principale reste principale. Leurs propriétés ne peuvent être améliorées par une trempe.

L'objectif de la présente étude est de chercher à étudier expérimentalement l'évolution structurale, le comportement d'une soudure d'un acier inoxydable duplex UNS S 31803 et un acier inoxydable austénitique 304L fissurées par fatigue thermique en conditions de corrosion avoir.

Les aciers inoxydables

I.1 Généralités sur les aciers inoxydables

I.1.1 Influences des éléments d'alliage

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 910°C, il subit une première transformation allotropique, et jusqu'à 1400°C, il se trouve sous sa forme austénitique γ , de structure cubique à faces centrées, amagnétique.
- Au-delà de 1400°C, il retrouve une structure identique à celle de l'ambiante, c'est la ferrite δ , magnétique.

On voit donc qu'une élévation de température provoque des modifications structurales. Avec l'aide des éléments d'addition judicieusement choisis, il sera possible d'intervenir sur les températures d'existence de ces structures. On pourra ainsi fabriquer une structure en relation avec les propriétés souhaitées.

Les éléments d'alliage se répartissent en deux catégories, ceux qui favorisent le maintien du fer α (éléments alphagènes) et ceux qui favorisent le maintien du fer γ (éléments gammagènes). Ces éléments influencent plus ou moins la structure de l'acier selon leurs

I.1.1.1 Action du chrome, système Fe-Cr

Le chrome, cristallisant dans le système cubique centré et de caractère carburigène, constitue l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Il génère la passivation de l'acier, par la formation d'un film passif que l'on trouve sous forme d'oxyde complexe de type $(Fe, Cr)_2O_3$ et d'hydroxyde $Cr(OH)_3 \cdot nH_2O$ dans le film passif [1]. De plus, le chrome, élément alphagène, favorise le domaine ferritique et élargit son domaine d'existence.

Le diagramme d'équilibre Fe-Cr (figure I.1) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « Boucle γ », cette situation est due à la structure cristallographique du chrome.

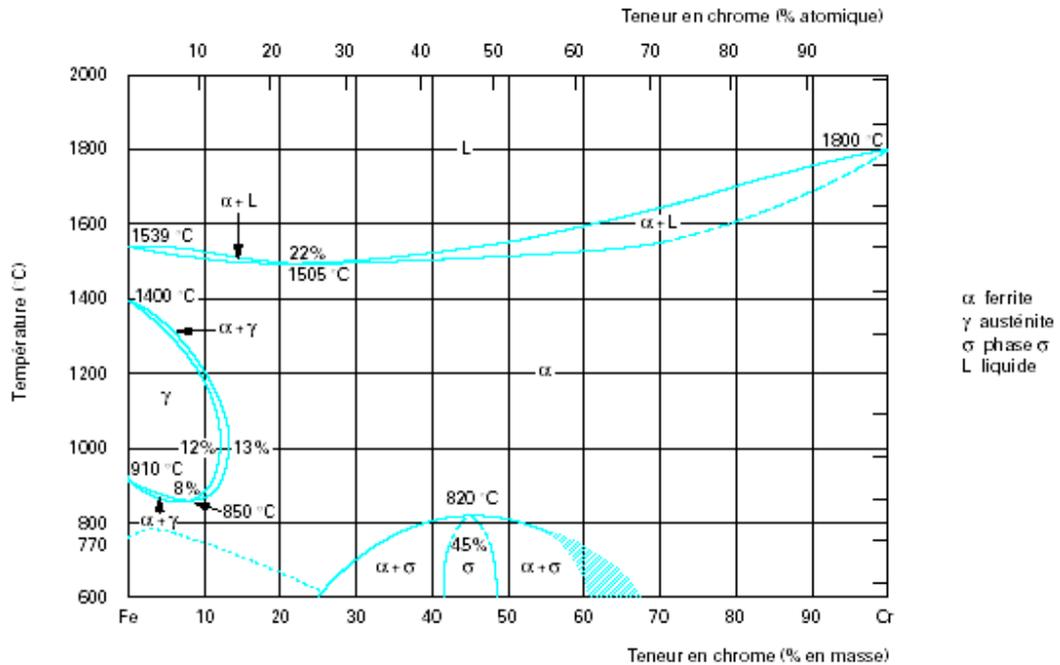


Figure I.1: Diagramme d'équilibre Fe-Cr [02].

On peut délimiter deux régions de teneurs en chrome [03]:

- Pourcentage de Cr < 13% : ces alliages ont la possibilité d'être austénisés totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ par chauffage ou par refroidissement.
- Pourcentage de Cr > 13% : ces alliages sont ferritiques à toutes températures et ne peuvent pas donc subir de trempe martensitique. Cependant, pour des teneurs suffisantes en chrome, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermétallique, dure et fragile, dite phase sigma (σ).

Cette phase sigma peut apparaître autour de la composition 50/50 (entre 45 et 55%), et elle peut précipiter aux joints de grains ferritiques α en rendant fragile l'alliage dans le cas de fortes teneurs en chrome ou pour des traitements de revenu prolongés [04].

I.1.1.2 Action du carbone, système Fe-Cr-C

Le carbone possède une action gammagène puissante, il élargit fortement le domaine austénitique. En outre, il peut donner lieu à la précipitation de carbures qui, bien qu'ils aient un pouvoir durcissant peuvent conduire néanmoins à des problèmes de tenue à la corrosion. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse [03,05]. Le fait d'ajouter du carbone à un alliage binaire Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase austénitique γ . Cela est illustré dans la figure I.2.

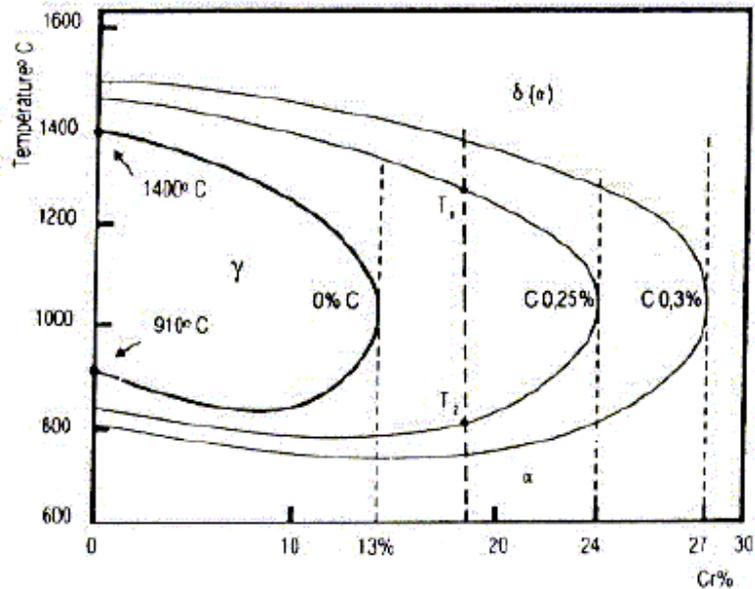


Figure I.2 : Projection sur le plan température/teneur en chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone [04].

I.1.1.3 Action du nickel, système Fe-Cr-Ni

Le nickel, de structure cubique à faces centrées favorise l'extension du domaine austénitique. Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliage des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques.

Le nickel améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension [05]. Par ailleurs, il augmente la capacité de trempé des aciers en abaissant la vitesse critique de refroidissement [03]. Comme le carbone, le nickel élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr. Mais il est remarquable qu'il faut une teneur beaucoup plus importante en nickel pour élargir la boucle γ qu'il en faut avec l'addition du carbone. Ceci démontre que le carbone a un pouvoir gammagène beaucoup plus prononcé que celui du nickel [04]. La figure I.3 présente le diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni.

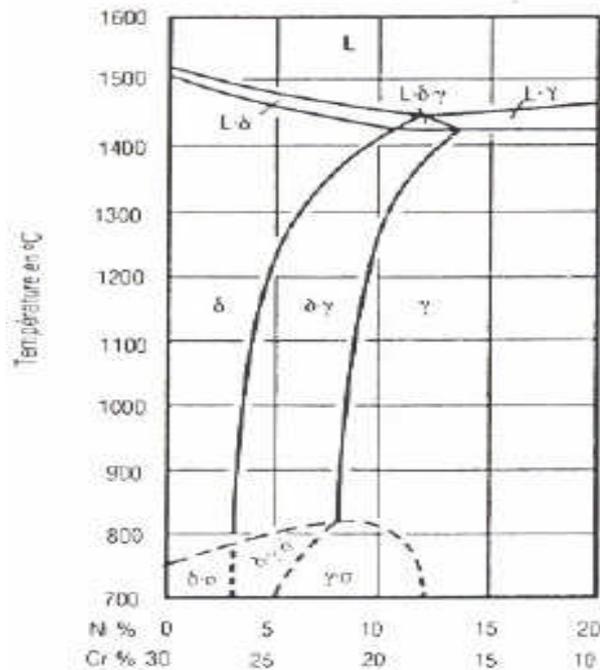


Figure I.3: Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 65% de Fe [04].

I.1.1.4 Actions des éléments alphagènes

- **Molybdène** : il améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables en milieux réducteurs. En présence d'ions halogènes, il améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûres. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud [05].
- **Silicium** : il améliore la résistance à l'oxydation à chaud. A teneurs élevées, il augmente la résistance à la corrosion, par exemple en milieux concentrés d'acide nitrique [05].
- **Niobium** : il s'oppose à la corrosion intergranulaire grâce à sa forte additivité pour le carbone. Il évite la précipitation des carbures de chrome lors des refroidissements lents ou des maintiens en température de l'ordre de 700°C, en formant préférentiellement le composé NbC [03].
- **Titane** : il se combine dans les aciers ferritiques et austénitiques avec le carbone pour former un carbure de titane et avec l'azote pour former un nitrure de titane dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion intercrystalline [05].
- **Aluminium** : utilisé dans les alliages réfractaires, il se comporte comme le silicium. En présence du nickel, il peut former des composés dont la précipitation provoque des durcissements structuraux [03].
- **Vanadium** : il intervient qu'en faible quantité dans les aciers martensitiques au chrome par formation de carbures pour rendre les aciers insensibles à la surchauffe. De plus, il élève la résistance mécanique à chaud [05].

I.1.1.5 Actions des éléments gammagènes :

- **Azote** : puissant élément gammagène, contribue à stabiliser l'austénite. L'ajout de l'azote augmente plus que toute autre addition la limite d'élasticité. De plus, des teneurs croissantes augmentent la résistance à la corrosion localisée par piqûres et à la corrosion intergranulaire, la précipitation du nitrure Cr_2N moins riche en chrome que Cr_{23}C_6 provoquant un appauvrissement en chrome plus faible au voisinage des joints de grains par rapport au carbone [04].
- **Manganèse** : il ne favorise pas l'extension du domaine austénitique, mais contribue à la stabilité de l'austénite par la formation de sulfure de manganèse. Ces sulfures, plus stables, permettent d'éviter la coalescence des sulfures de chrome à basse température de fusion (1150/1250 °C), responsables de la décohésion lors des opérations de formage à chaud [03].
- **Cuivre** : il améliore la résistance à la corrosion en milieu acide grâce à la formation, à la surface de la couche passive, d'un film métallique obtenu à partir des cations Cu^+ et Cu^{2+} passés en solution [01].

I.2 Les différentes classes d'aciers inoxydables :

Les aciers inoxydables peuvent être classés en plusieurs catégories selon leurs structures. Chaque catégorie se compose de plusieurs alliages de composition quelque peu différente ayant des propriétés physiques, magnétiques et corrosives assez voisines. On distingue alors quatre catégories d'aciers inoxydables.

I.2.1 Les aciers martensitiques :

Les aciers martensitiques contiennent en moyenne 12 à 17% de chrome, 0.10 à 1.10% de carbone et parfois des additions de nickel, de molybdène et éventuellement de soufre, en vue d'améliorer l'usinabilité. Ils sont, en règle générale, utilisés à l'état trempé et revenu, état dans lequel ils présentent des caractéristiques mécaniques et une résistance à la corrosion optimales.

La trempe de ces aciers est caractérisée par un mécanisme de transformation relativement simple, un chauffage d'austénitisation suivi d'un refroidissement à vitesse appropriée, dans le but de réaliser une transformation martensitique. L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées [02].

La résistance à la corrosion de ces aciers, bien qu'inférieure à celle des aciers ferritiques et austénitiques, est bonne à l'air, aux solutions salines à caractères oxydant et aux produits Alimentaires. Ils sont surtout utilisés en coutellerie et pour les pièces mécaniques fortement sollicitées, soumises à des actions corrosives [06].

I.2.2 Les aciers ferritiques

Les aciers ferritiques contiennent 12 à 20 % de chrome et les superferritiques, plus de 20% de chrome, d'où leur résistance à la corrosion élevée. Ils possèdent des propriétés mécaniques intéressantes et notamment une limite d'élasticité assez élevée [07]. Ces aciers ont une structure identique à celle du fer α (cubique centré) et en principe ils la conservent à toute température, en particulier à l'ambiante, c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. Comme éléments d'alliage complémentaires, on préfère additionner ceux qui stabilisent la ferrite comme par exemple le molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion.

De plus, ces aciers sont magnétiques et peuvent être durcis modérément par écrouissage mais non par traitement thermique. On les utilise sous forme d'enjoliveurs sur les automobiles et comme matériau de construction pour les usines d'acide nitrique synthétique [08].

I.2.3 Les aciers austénitiques :

Ces aciers ont à l'ambiante une structure austénitique. Cette structure est cubique à faces centrées, non magnétiques et se déforme facilement. Ces aciers présentent des teneurs en chrome supérieures ou égales à 17 % et des proportions en nickel et en manganèse suffisantes (en général, au moins 8 % de nickel) pour assurer la stabilité de l'état austénitique à toutes températures.

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une grande stabilité structurale qui rend possible leur utilisation dans un large domaine de température. Ils ne sont pas durcis par la trempe mais par écrouissage [05]. De plus, leur résistance aux différents modes de corrosion est meilleure que celle des aciers des deux classes précédentes. Cette résistance est améliorée par la présence de teneur croissante en molybdène [06].

Les aciers austénitiques offrent une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte. Les valeurs typiques d'allongements à la rupture se situent entre 40 et 50% et sont ainsi pratiquement le double de celles des aciers ferritiques, martensitiques et austéno-ferritiques [05]. Leurs résiliences sont excellentes. Elles ne présentent jamais de caractère de rupture fragile. Le fluage est à prendre en compte à partir de 450°C à 500°C selon les nuances [09]. On utilise les aciers inoxydables austénitiques pour de nombreuses applications, pour l'automobile et différentes unités de construction pour les industries chimiques et alimentaires.

I.2.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex) :

Apparus en 1933, les aciers inoxydables austéno-ferritiques n'ont pas cessé d'évoluer depuis. Ils ont été découverts par J.Hochmann lors d'essais de corrosion intergranulaire [04,07]. L'élaboration de ces aciers comprend une phase de fusion dans un four électrique suivie d'une opération d'affinage de type ASV (Procédé d'affinage sous vide) ou AOD (Argon-Oxygen-Decarburization).

Présentant une structure biphasée constituée d'austénite (paramètre de maille de 3.58 à 3.62 Å) et de ferrite (paramètre de maille de 2.86 à 2.88 Å). La présence de la ferrite permet d'augmenter la résistance à la traction, la soudabilité et la résistance à la corrosion sous contrainte du matériau. Dans le cas des matériaux moulés ou laminés à haute température, la ferrite réduit également les risques de fissuration à chaud [07]. 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.3. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

I.3.1 Composition chimique :

Ils ont une composition chimique en chrome, nickel et molybdène équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite et de ferrite. De nombreuses variantes de composition chimique des austéno-ferritiques ont été mises en oeuvre ce qui permet d'adapter leur utilisation vers des applications très particulières [10]. Les nuances des aciers duplex ont la composition suivante:

Tableau I.1: Composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques [03].

Elément	Cr	Ni	Mo	Cu	N	C
% massique	19-26	4-8	1.5-4	< 2	< 0.3	≤ 0.03

Les vitesses de diffusion des éléments sont beaucoup plus élevées dans la ferrite que dans l'austénite, la phase ferritique riche en chrome et en molybdène sera donc privilégiée pour la germination des phases intermétalliques ou des précipitations riches en ces deux éléments [10].

Soulignons par ailleurs, que le nickel est connu pour être moins efficace que le chrome en ce qui concerne la variation de la teneur en ferrite. Il faudrait ainsi pour compenser un accroissement de 1 % en chrome une augmentation de deux points en nickel. Les évolutions de nuances ont par ailleurs favorisé la réduction des teneurs en carbone et en nickel au

bénéfice d'addition d'azote (0.12,..0,18..0,25). Cette nouvelle génération d'aciers austéno-ferritiques équilibrée par des additions maîtrisées d'azote permet de gagner en stabilité structurale et en tenue à la corrosion. C'est ainsi que leur emploi, à l'origine essentiellement comme pièces moulées s'est progressivement étendu aux tôles fortes laminées à chaud, aux tubes et aux tôles minces [04].

I.3.2 Structure métallurgique :

Les aciers laminés comme la nuance UNS S 31803 sont obtenus par moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de mise en oeuvre sont présentées dans la figure I.4. Le matériau est parfois de nouveau laminé à froid.

Il existe actuellement trois grandes nuances d'aciers inoxydables duplex laminés [07] :

- Les aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 (ou Z3CN 2304 AZ) qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques 304 ou 316.
- Les aciers laminés standard de type UNS S 31803 (Z3CND 2205 AZ) largement étudiés dans la littérature. Ils sont également appelés par leur nom commercial SAF 2205.
- Les aciers laminés fortement alliés conçus spécialement pour les applications maritimes chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type UNS S 32760 (ou Z3 CNDU 2506).

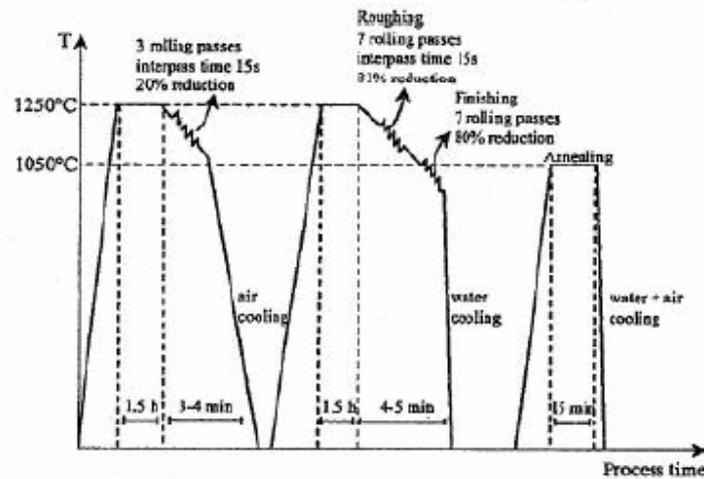


Figure I.4: Etapes de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205 [07].

Les aciers laminés ont, en général, des teneurs en ferrite et en austénite équivalentes. Les deux phases se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage (figure I.5). En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques. Il faut en effet souligner que les propriétés intrinsèques des nuances austéno-ferritiques sont dues pour partie à leur structure biphasée $50\alpha/50\gamma$ [04,07]. La structure de ces aciers, constituée de deux phases austénite et ferrite en quantité sensiblement égales, conduit à n'avoir pratiquement de joints de grains qu'entre austénite et ferrite [10].

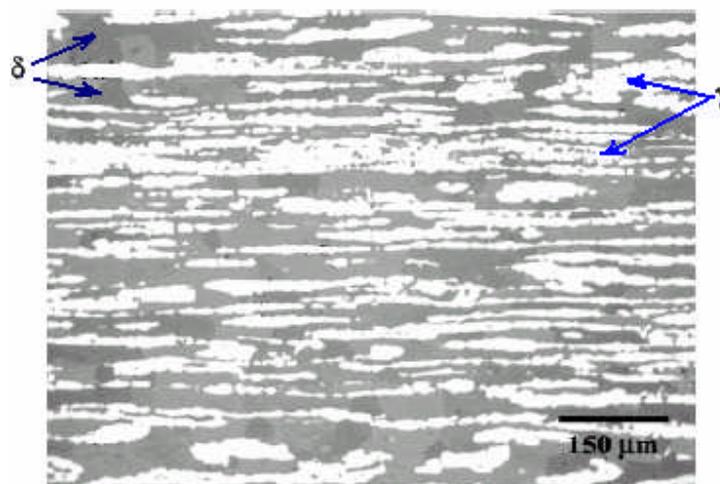


Figure I.5: Microstructure type d'un acier duplex laminé [11].

Par ailleurs, la proportion des deux phases peut varier dans d'assez larges limites suivant d'une part les quantités relatives des éléments alphas et des éléments gamma et d'autre part, la température du traitement avant trempe. Lorsque cette dernière augmente, la quantité de la phase ferritique croît. Il faut souligner aussi que, les analyses des deux phases ne sont pas identiques, les éléments alphas se concentrant dans la phase ferritique et les éléments gamma dans la phase austénitique. Par exemple, pour un alliage contenant 22% de chrome,

la teneur en chrome de la ferrite peut être de l'ordre de 24 % et celle de l'austénite de l'ordre de 20 % [12].

La structure biphasée de ces aciers ne présente pas que des avantages, elle a l'inconvénient de limiter de façon importante les températures d'utilisation, leur emploi est limité dans la zone de -50°C à +320°C. En dessous, les valeurs de résilience chutent et l'on risque des ruptures fragiles. Au dessus, on risque des précipitations qui entraînent des modifications structurales affectant profondément leur comportement [07, 10].

I.3.3 Traitements thermiques et transformations structurales :

Comme pour les nuances austénitiques, le traitement thermique de qualité typique est un traitement d'hypertrempe. Il vise l'obtention d'un mélange d'austénite et de ferrite sans phases intermétalliques et sans précipitations, source de corrosion intergranulaire. Ce traitement d'hypertrempe est entre 1050°C et 1150°C, selon les nuances, en dehors du fait qu'il y a risque d'augmentation de la teneur en ferrite si l'on dépasse 1150°C, la vitesse de refroidissement n'est pas sans importance, trop rapide, elle tend à abaisser la teneur en austénite, d'où l'augmentation de la limite élastique et de la résistance à la traction, trop lente, on risque des précipitations de carbures. On peut distinguer trois catégories d'évolution structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques : celles se produisant au-dessus de 1050°C, celles se produisant dans l'intervalle 600-1050°C et celles se produisant en dessous de 600°C.

I.3.3.1 Transformation à température supérieure à 1050°C

Les nuances austéno-ferritiques se solidifient entièrement en mode ferritique $\delta(\alpha)$. Ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation en phase solide $\delta(\alpha) \rightarrow \gamma$ se produit. La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut être également incomplète si la vitesse de refroidissement est grande [04]. Soulignons ici l'effet manquant des additions d'azote, à savoir son action stabilisatrice sur la structure biphasée en reportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \delta(\alpha)$.

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases austénitique et ferritique s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des deux phases [04].

I.3.3.2 Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C

Dans cet intervalle de température, la structure biphasée peut subir un certains nombres de modifications à cause de la formation de nouvelles phases : carbures, nitrures et phases intermétalliques. La figure I.6 présente les courbes TTT des principales nuances austéno-ferritiques.

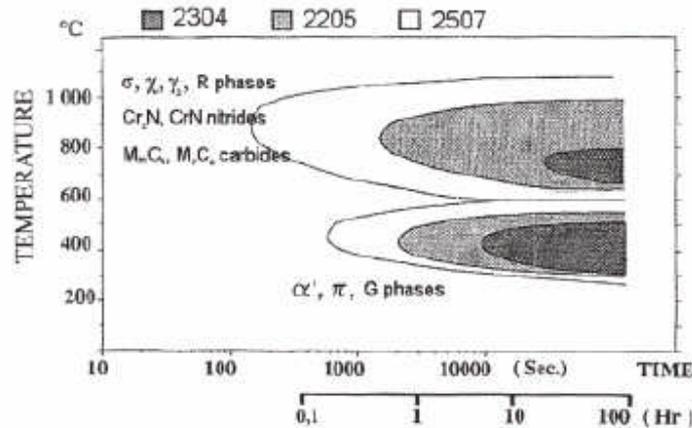


Figure I.6 : Courbes TTT des nuances austéno-ferritiques [13].

Par conséquent on peut distinguer la formation des précipités suivants :

1. Précipitation de carbures de chrome

Cette précipitation se produit aux interfaces ferrite/austénite (figure I.7). Des carbures de type M_7C_3 sont observés entre 950°C et 1050°C, tandis que des carbures de type $M_{23}C_6$ prennent place à plus basse température. C'est-à-dire principalement entre 700°C et 900°C. L'une des caractéristiques des alliages austéno-ferritiques et que la précipitation des carbures de chrome sur les joints de grains est généralement discontinue et qu'elle s'accompagne d'un déplacement des joints de grains par formation de phase austénitique dans les zones déchromées [04].

Les carbures $M_{23}C_6$, d'une taille d'environ quelques micromètres, risquent de provoquer la fragilisation des interfaces. Ils peuvent également se former dans la ferrite si la teneur en carbone est élevée. De plus, ces carbures précipitent lors de la trempe à l'eau si le refroidissement est trop lent ou lors des maintiens à des températures suffisamment élevées [07].



Figure I.7 : Micrographie électronique de carbure de chrome [12].

2. Précipitation de nitrures

Pour les nuances avec addition maîtrisées d'azote, une précipitation de nitrure de chrome (Cr_2N) peut survenir. Ces précipités provoquent une fragilisation de l'alliage austéno-ferritique. Les précipités Cr_2N ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers 900°C . Ils apparaissent d'abord sur les joints α/γ et α/α . Des précipitations intergranulaires en zone affectée thermiquement fortement ferritique, ont également été observées [04].

3. Austénite de réversion γ_2

La fraction volumique et la composition de la phase austénitique dépendent de la température. Il est ainsi possible d'accroître la fraction volumique de la phase austénitique par refroidissement lent de l'alliage (austénite γ_1). Un refroidissement brutal de l'alliage à partir

d'une température voisine de 1100°C conduit, lors de maintiens ultérieurs à $700/900^\circ\text{C}$, à la formation d'une fine précipitation d'austénite intergranulaire dans les grains ferritiques (austénite γ_2). De tels précipités peuvent également survenir à beaucoup plus basse température [04]. De l'austénite peut précipiter au sein de la ferrite soit sous forme de fines lattes non visibles en microscopie optique pour des vieillissements à des températures inférieures à 400°C , soit sous forme d'ellipses ou de lentilles de 2 à $10\ \mu\text{m}$ pour des vieillissements à des températures supérieures à 500°C [07].

4. Précipitation de la phase sigma (σ)

C'est une phase intermétallique de structure tétragonale : $(\text{FeNi})_\alpha(\text{CrMo})_\gamma\text{FeCr}$; $(\text{FeNi})_\alpha(\text{CrMo})_\gamma$, elle germe entre 650°C et 1000°C au niveau de l'interface ferrite/austénite et croît dans la ferrite (figure I.8). La formation de la phase sigma, dure et très fragile, communique à l'alliage une très grande fragilité, une réduction de la résilience et de la résistance à la corrosion.

Notons que les éléments Cr, Mo, Si et Mn encouragent la formation de la phase sigma [14]. Soulignons par ailleurs, que la présence de précipités intergranulaires tels que les carbures ou les inclusions accélèrent, en agissant comme site de nucléation, la vitesse d'apparition de la phase sigma.

Il sera souhaitable, pour les nuances austéno-ferritiques les plus fortement alliées en chrome et en molybdène de procéder à des additions volontaires d'azote, connues pour retarder l'apparition des composés intermétalliques [04].

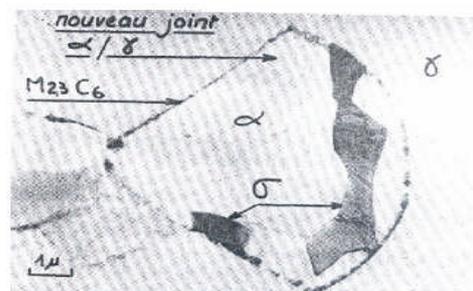


Figure I.8: Micrographie électronique de la phase sigma [12].

5. Précipitation d'autres composés intermétalliques [14]

Comme la phase sigma, la phase chi (χ) de structure cubique centré $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$, germe à l'interface ferrite/austénite entre 700°C et 900°C et croit dans la ferrite. La phase χ diminue aussi la résistance à la corrosion.

La phase Laves ou R (Fe_2Mo) de structure hexagonale, précipite en petites quantités entre 550°C et 650°C après plusieurs heures d'exposition. Cette phase se forme dans les sites intra et intergranulaires et elle réduit la résistance à la corrosion par piqûres.

La phase π -nitride ($\text{Fe}_7\text{Mo}_{13}\text{N}_4$) de structure cubique a été identifiée aux sites intragranulaires dans le duplex soudé après traitement thermique isotherme à 600°C de plusieurs heures.

I.3.3 Transformations intervenant entre 600°C et la température ambiante

Dans les aciers austéno-ferritiques, ces transformations se produisent dans la ferrite. Ces transformations ne sont pas visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographie très proche, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique à transmission, la microscopie atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la diffusion des neutrons aux petites angles [07]. Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion α/α' et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G.

1. Démixtion de la solution Fe-Cr

Aux températures comprises entre 250°C et 516°C, la ferrite, solution fer-chrome instable, se décompose en une phase riche en fer α , et une autre riche en chrome α' (figure I.9) [07]. La phase α' peut selon la teneur en chrome et la température se former suivant deux mécanismes différents :

Par décomposition spinodale ($280 \leq T \leq 475^\circ\text{C}$). - Par germination et croissance (souvent à température voisine de 500°C car elle nécessite alors un processus de diffusion avec création d'interfaces).

La transformation spinodale est une transformation homogène qui se fait sans apport d'énergie. Ce processus est dû à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre de la ferrite. Les espèces identiques tendent spontanément à se rassembler [04]. La précipitation de la phase α' conduit à un durcissement important et à une fragilisation de l'alliage[x12].

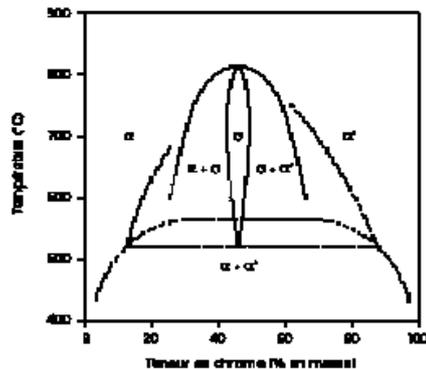


Figure I.9 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr à des températures inférieures à 850°C [02].

2. Précipitation de la phase G

La phase G apparaît dans la ferrite des aciers austéno-ferritiques entre 300°C et 400°C. Elle est de structure cubique à faces centrées et elle a pour formule $\text{Ni}_{16}\text{Ti}_6\text{Si}_{17}$, Ni et Ti pouvant être substitués par Cr, Fe, Mo, Mn, V, Nb, Ta, Hf ou Zr. Les plus grosses particules se développent sur les dislocations, les autres se forment aux interfaces α/α' car le nickel et le silicium sont rejetés des zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G est donc pilotée par la décomposition spinodale. La participation de la phase G à la fragilisation de la ferrite est très controversée. Cependant, il semble difficile d'admettre qu'une précipitation aussi intense de petites particules soit sans effet [07, 14].

I.3.4 Propriétés physiques et mécaniques

I.3.4.1 Propriétés physiques

Les aciers inoxydables duplex possèdent un faible coefficient de dilatation thermique, similaire à celui des aciers au carbone. Cela réduit l'expansion des joints et rend l'alliage duplex convenable pour les conditions de cyclage thermique. De plus, la conductivité thermique est plus grande que celle des aciers austénitiques. Finalement, comme les aciers inoxydables duplex contiennent environ 50% de ferrite, ils montrent un certain degré de magnétisme [14]. Le tableau I.2 montre les différentes propriétés physiques des aciers inoxydables :

Tableau I.2 : Propriétés physiques typiques des différents aciers inoxydables [14].

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

I.3.4.2 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques présentent d'excellentes propriétés mécaniques. Les variations de ces propriétés ont fait l'objet d'études détaillées pour préciser l'influence de la structure biphasée, la composition chimique, les températures de traitement, ainsi que l'influence des durées de maintien. Il est ainsi possible d'ajuster le matériau aux nécessités diverses de l'utilisation, par exemple l'augmentation de la dureté pour mieux résister à l'abrasion. Les principales caractéristiques mécaniques des aciers duplex sont :

Tableau I.3 : Propriétés mécaniques des différents aciers inoxydables [14].

Aciers	Grades	Re _{0.2} (Mpa)	Rm (Mpa)	A ₅ (%)	Dureté	
					HB	HRC
Ferritiques	S40900	205	380	20	179	-
	S44700	415	550	20	223	20
Austénitiques	S31603	170	485	40	217	-
	S31254	300	650	35	223	-
Duplex	S31200	450	690	25	293	31
	S31260	485	690	20	290	-
	S31803	450	620	25	293	31
	S32304	400	600	25	290	32
	S32550	550	760	15	302	32
	S32750	550	795	15	310	32
	S32760	550	750	25	270	-
	S32900	485	620	15	269	28
S32950	485	690	15	293	32	

Les valeurs élevées de Re et de Rm résultent de la simultanéité des mécanismes suivants [14] :

- Durcissement par solution solide interstitielle (C, N).
- Durcissement par solution solide substitutionnelle (Cr, Mo, Ni).
- Durcissement par la formation de la phase γ_2 .
- Durcissement dû à la ferrite.

1. Caractéristiques de traction : les caractéristiques minimales de traction des alliages austéno-ferritiques plats sont présentées dans le tableau I.3. D'après ce tableau, on constate que les valeurs de Re et de Rm des aciers duplex sont plus élevées que ceux des aciers ferritiques et austénitiques. En effet, la caractéristique majeure des aciers inoxydables duplex est leur résistance mécanique élevée à la température ambiante.

2. Dureté : d'après le tableau I.3, les aciers inoxydables duplex présentent les duretés les plus élevées. Ces duretés varient entre 28 et 32 Rockwell (HRC) selon le type d'alliage. En plus, du durcissement par les éléments d'alliage (interstitielles ou substitutionnelles) et par la phase ferritique, les aciers austéno-ferritiques peuvent être durcis par traitement thermique. Le premier domaine entre 700°C et 900°C où il y a formation des phases intermétalliques. Le deuxième domaine est compris entre 300°C et 550°C où on peut obtenir un durcissement notable tout en conservant une bonne ductilité.

Les aciers austéno-ferritiques peuvent également comme les aciers inoxydables austénitiques être durcis par écrouissage et conduire à des limites d'élasticité élevées [12].

3. Ductilité : malgré leur haut niveau de résistance mécanique, les aciers inoxydables duplex possèdent une bonne ductilité grâce à la présence de la matrice austénitique, qui conserve aussi une bonne ténacité.

4. Résilience : la résilience des alliages austéno-ferritiques reste excellente même à basse température. Leur usage peut être envisagé jusqu'à -50°C , voire des températures inférieures avec des précautions particulières [4].

I.3.5 Résistance à la corrosion

Les aciers inoxydables possèdent une excellente résistance aux différents types de corrosion généralisées et localisées, ainsi qu'aux agressions combinées. Les propriétés les plus importantes de ces aciers qui les distinguent nettement des aciers inoxydables austénitiques et ferritiques, sont leur excellente résistance à la corrosion intergranulaire associée à leur bon comportement vis-à-vis de la corrosion sous contrainte et en fatigue- corrosion. Nous passons successivement en revue les divers types de corrosion en dégageant les caractéristiques particulières essentielles des aciers inoxydables austéno-ferritiques.

I.3.5.1 Corrosion intergranulaire

La résistance à la corrosion intergranulaire a été la propriété la plus anciennement utilisée de ces aciers, à l'époque où les phénomènes de corrosion intergranulaire étaient l'écueil essentiel rencontré dans l'utilisation industrielle des aciers inoxydables. Cette très bonne résistance à la corrosion intergranulaire s'explique en partie, par le niveau encore relativement élevé de la teneur en chrome obtenue, après traitement de sensibilisation dans la zone de précipitation des carbures de chrome en bordures α/γ , les phénomènes de diminution locale de la teneur en chrome (déchromisation), qui sont à la base de cette corrosion intergranulaire dans les aciers austénitiques ou ferritiques, se produisent en général trop faible dans les aciers austéno-ferritiques [x12]. La très bonne résistance de ces aciers est donc due à la faible probabilité d'existence de joints de grains homogènes α/α et γ/γ sensibles aux phénomènes qui causent la corrosion intergranulaire.

I.3.5.2 Corrosions par piqûres et crevasses en milieux chlorurés

Les propriétés de résistance à la corrosion par piqûres et crevasses ne dépendent pas de la structure mais de la teneur en éléments d'alliage favorisant cette résistance : chrome, molybdène et azote en ce qui concerne la résistance à l'amorçage de la piqûre et chrome, molybdène, nickel et cuivre en ce qui concerne la résistance à la propagation de ces corrosions localisées. Il faut par ailleurs, tenir compte d'éléments mineurs dont l'influence peut être très importante tels que le soufre, néfaste, ou le titane, favorable et des inclusions non métalliques dont l'effet est déterminant au stade de l'amorçage de la piqûre [12]. Les aciers inoxydables duplex présentent une excellente résistance à la corrosion par piqûres [3].

I.3.5.3 Corrosion sous contrainte ; fatigue-corrosion

En ce qui concerne la résistance à la corrosion sous contrainte et à la fatigue corrosion, les résultats obtenus dans différents milieux sont remarquables, ce sont essentiellement, les milieux chlorurés, les milieux caustiques et, également, les milieux humides contenant des chlorures, en présence d'hydrogène sulfuré sous pression et à haute température.

La bonne résistance à la fissuration sous contrainte de ces nuances est la résultante de phénomènes électrochimiques et mécaniques complexes causés par les propriétés propres de

chacune des deux phases et de leur couplage à la fois mécanique et électrochimique. Ainsi, les phénomènes de dépassivation par maillage mécanique de la ferrite jouent un rôle déterminant. Il a été trouvé que dans le cas des ruptures accélérées avec plastification il semble que la fissuration soit souvent assistée par un mécanisme de dépassivation de la ferrite produite par le maillage de celle-ci. Dans l'austénite, l'amorçage de la fissuration se produit sur les glissements comme dans les aciers austénitiques courants [12].

I.4. Les aciers inoxydables austénitiques :

I.4.1. Propriétés physiques

Les propriétés physiques des aciers inoxydables dépendent fortement de leurs structures. Le tableau I.3 indique les valeurs typiques des principales familles d'aciers inoxydables. Celle des aciers austénitiques est un meilleur exemple. [20, 21, 23, 24]

On notera pour les nuances austénitiques que : [20, 21, 23, 24]

- La phase austénitique est amagnétique, alors que les phases ferritiques et martensitiques sont ferromagnétiques. Il est donc possible de mesurer par voie magnétique la ferrite éventuelle des austénitiques ou la martensite formée par écrouissage dans l'austénite.
- La conductivité thermique des austénitiques est faible, très légèrement plus faible que celle des aciers au carbone.
- Le coefficient de dilatation des austénitiques est élevé, très sensiblement supérieur à celui des ferritiques et martensitiques et celui des aciers au carbone. Ce qui peut entraîner des phénomènes de dilatation thermique gênants.

I.4.2. Propriétés mécaniques

Dans la plupart des cas, pour les aciers inoxydables classiques, le choix de la **composition chimique** et du **traitement thermique** associé permet de trouver le compromis satisfaisant recherché, mais des conditions d'emploi particulières peuvent conduire à favoriser telle ou telle propriété mécanique. [21,23,24, 25] Les nuances ayant les meilleures caractéristiques sont obtenues par le jeu souvent complexe de compositions chimiques et de traitements thermiques spéciaux. Par exemple les aciers pour ressorts inoxydables à très hautes caractéristiques mécaniques sont obtenus par écrouissage et durcissement structural. [21, 23, 24, 25]

La température à laquelle les efforts sont appliqués peut également introduire une notion de classement supplémentaire (aciers inoxydables résistant au fluage, par exemple). On a pu aussi conférer à des aciers de propriétés mécaniques satisfaisantes une certaine inoxydabilité en améliorant les conditions d'emploi (par exemple aciers de coutellerie). [21, 23, 24, 25]

Il est possible pour les aciers austénitiques de réaliser les opérations de mise en forme après trempe. Le revenu de durcissement se faisant à relativement basse température, il y a peu de risques de déformation et d'oxydation. [21,23,24,25] Par rapport aux aciers ferritiques ou martensitiques ou martensitiques au nickel, la structure cubique à faces centrées pure des austénitiques explique leurs propriétés mécaniques. Ils sont caractérisés par : [21, 23, 24, 25]

➤ Des valeurs de résistance sensiblement inférieures à celles des autres nuances inoxydables. les valeurs de résistance à la traction se situent vers 600 N/mm².

- Des valeurs de limite d'élasticité à 0.2 % de l'ordre de 200 à 250 N/mm² à la température ambiante (20 °C). Limite d'élasticité (MPa) : $180 < R_p 0,2$.
- Elles sont très ductiles et très peu fragiles. Ductilité (%) : $33 < A \% < 45$. Il n'y a pas de rupture fragile à basse température. Charge de rupture (MPa) : $440 < R_m < 950$.
- Les hautes valeurs de ténacité sont particulièrement évidentes.

Les aciers austénitiques offrent ainsi une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte. Les éléments en solution solide interstitielle ont une influence très sensible sur la limite d'élasticité; cela explique le rôle du carbone, et en particulier le fait que les nuances bas carbone aient les caractéristiques les plus basses. Le tableau I.4 indique les valeurs caractéristiques des propriétés mécaniques des nuances austénitiques classiques. [21, 23, 24, 25]

I.4.3 Déstabilisation de l'austénite

I.4.3.1. Transformations martensitiques

On distingue deux températures de transformation martensitique de l'austénite instable : [20, 26]

- ➔ la première, M_s , correspond à l'apparition de martensite d'origine thermique.
- ➔ la seconde, M_d , caractérise la possibilité de la formation de martensite sous l'effet d'une déformation plastique.

1. Transformation martensitique par refroidissement à basse température

Par refroidissement rapide depuis 1050-1100 °C, les aciers inoxydables peuvent subir une transformation martensitique depuis la phase austénitique (structure cubique à faces centrées). La formation de la martensite α' (structure cubique centrée) débute à partir de la température M_s . Cette martensite α' formée selon un mécanisme de cisaillement qui implique l'existence de relations spécifiques d'orientation entre la nouvelle phase M et la phase-mère A : [20, 26]

$$\begin{aligned} (111)A // (110)M \\ [110]A // [111]M \end{aligned}$$

La martensitique obtenue peut être de type α , quadratique ; pour les nuances les plus chargées, il peut se former une martensite ϵ , de structure hexagonale et amagnétique. Les températures M_s de début de transformation martensitique dépendent des éléments d'alliages. Plusieurs formules empiriques illustrent l'effet de la composition chimique sur la température M_s , on donne l'une d'entre elles :

$$M_s (\text{°C}) = 502 - 810(\%C) - 1230(\%N) - 13(\%Mn) - 30(\%Ni) - 12(\%Cr) - 54(\%Cu) - 6(\%Mo). \quad [26]$$

Tous les éléments d'alliage alpha- ou gammagènes abaissent M_s . Pour les nuances les plus chargées, sa valeur peut être très basse, très inférieure à l'ambiante ou même proche de 0 °K. Pour les mêmes raisons, la partie en C des courbes TTT est fortement déplacée vers les temps longs, les vitesses critiques de trempe peuvent être très faibles (autotrempances) pour les nuances les plus chargées. [20]

2. Transformation martensitique par écrouissage

Sous l'effet de la déformation à froid, une martensite α' , dite d'écrouissage, peut se former à partir de l'austénite au-dessus de la température M_s . La température M_d ($M_d > M_s$) a été définie comme la température au-dessus de laquelle aucune transformation ne se produit quelle que soit la déformation. [26]

La transformation martensitique est observée fréquemment au cours de la mise en œuvre des aciers inoxydables: emboutissage, tréfilage, rectification ou polissage. La quantité de martensite formée dépend de la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, du mode, du taux et de la vitesse de déformation et de la température, bien évidemment. La température de transformation martensitique par écrouissage est donnée par la formule empirique : [x26]

$$M_{d30}(^{\circ}\text{C}) = 497 - 462(\% \text{C} + \% \text{N}) - 9,2(\% \text{Si}) - 8,1(\% \text{Mn}) - 13,7(\% \text{Cr}) - 20(\% \text{Ni}) - 18,5(\% \text{Mo}). \quad [26]$$

Où M_{d30} est la température à laquelle 50% de martensite est formée sous l'effet d'une déformation vraie de 30%. L'augmentation de la teneur en nickel inhibe la formation de martensite d'écrouissage α' . Le titane exerce un effet contraire par réduction du carbone et de l'azote en solution solide. [26]

Une martensite ε , de structure hexagonale compacte, peut se former à côté de la martensite α' cubique centrée. La martensite ε est formée dans les aciers inoxydables austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement. La martensite ε est obtenue par : [26]

- trempe à -196°C ;
- trempe ou écrouissage à température ordinaire.

3. Transformation martensitique par hydrogénation

La transformation de l'austénite en martensite ε peut être provoquée par l'établissement d'une sursaturation superficielle en hydrogène produite par Polarisation cathodique. La martensite α' est formée pendant le dégazage en raison des déformations provoquées par les contraintes de retrait. [7]

I.4.3.2. Précipitation des carbures et des nitrures

La présence de carbone dans les aciers austénitiques peut donner lieu à la précipitation de carbures lors du refroidissement. Les carbures précipités répondent à la formule $M_{23}C_6$. Ils sont principalement constitués de carbure de chrome, le chrome étant partiellement substitué par le Fe, le Mo et le Ni. Ils évoluent du type $(\text{Fe}, \text{Cr})_3(\text{Cr}, \text{Fe})_7\text{C}_3$ jusqu'à $(\text{Cr}, \text{Fe})_{23}\text{C}_6$ si la teneur en chrome augmente. [20, 26]

La formation de ces carbures provient du fait qu'après austénisation vers 1100°C , le carbone n'est maintenu en solution que par un refroidissement rapide. Pendant son utilisation ou au cours d'une opération de soudage, le maintien d'un acier inoxydable hypertrempe dans la zone de température entre 500 et 800°C provoque la précipitation du carbone en sursaturation sous forme de carbure ($M_{23}C_6$) aux joints de grains. Cette précipitation provoque une dépassivation des grains austénitiques (déchromisation) . il s'en suit une sensibilité à la corrosion intergranulaire.

La vitesse de précipitation de carbures augmente avec la teneur en carbone. [20, 26]

Les éléments titane et niobium conduisent à la formation de carbures de titane TiC ou de niobium NbC plus stables que les carbures de chrome. Par conséquent, la présence de ces additions, dites carburigènes, évite la formation des carbures de chrome lorsqu'ils peuvent être nocifs, tout le carbone étant d'abord piégé sous forme de carbures de Ti ou Nb. La formation de ces carbures très stables, conduit à un appauvrissement de la matrice en carbone en solution, c'est-à-dire en élément gammagène. A ce titre, ces additions apparaissent alphagènes. [20, 26]

I.4.3.3. Formation de phases intermétalliques

Les alliages métalliques contenant un élément de transition B (Fe, Ni, Mn, Co,...) et un élément de transition A (Cr, Ti, V,...) peuvent former des phases intermétalliques dont la formule peut varier de B₄A à BA₄. Les facteurs qui conditionnent l'existence de ces phases intermétalliques sont la configuration électronique, les rayons et la compressibilité des atomes. [20, 26]

a. Phase sigma

La précipitation de la phase σ intervient quand la concentration en carbone de la matrice devient inférieure à une valeur critique et quand simultanément la valeur de l'équivalent-chrome en chrome est supérieure à 18 %. La formation de la phase sigma dans une matrice austénitique est beaucoup plus lente que dans la ferrite. La présence de la ferrite δ , en particulier dans les soudures, peut être à l'origine de la formation de phase sigma dans un acier inoxydable austénitique. La précipitation de la phase sigma est contrôlée par la vitesse de diffusion du chrome et des autres éléments sigmagènes ainsi que par le mode de germination. A température constante, la précipitation de la phase sigma obéit à la loi de Johnson-Mehl : [20, 26]

$$\log \left[\log \frac{1}{1-w} \right] = n \log t - n \log \tau$$

Dans cette expression $W = Z/A$ est le rapport, à l'état d'équilibre, de la quantité de phase transformée: pendant le temps t de recuit isotherme à la quantité maximum de phase pouvant précipiter. τ est la constante de vitesse, temps minimum requis pour atteindre l'équilibre entre la phase sigma et la matrice, fonction de la distance entre les précipités et des coefficients de diffusion. n caractérise la nature du site de germination. [26]

La composition chimique de la phase sigma varie en fonction du temps et de la température. A l'état d'équilibre, l'analyse de la phase σ précipitée dans les aciers 25-20 non stabilisés correspond à la formule chimique Cr₂₃Fe₂₃N₄. La phase σ formée dans les aciers stabilisés Fe-Cr-Ni-Mo-(Ti) répond à la formule (CrMo)₃₅(FeNi)₆. Le silicium stabilise la phase sigma. [26]

b. Autres phases intermétalliques

L'examen du diagramme de précipitation d'un acier inoxydable austénitique contenant du molybdène met en évidence la formation de la phase chi (χ) et d'une phase de Laves dans certaines conditions de température et de temps de maintien isotherme. Le molybdène accroît la stabilité de ces phases intermétalliques. [26]

La composition de la phase chi peut être voisine de $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$. La phase de Laves précipite sous la forme Fe_2Mo ou sous la forme Fe_2Nb , cette dernière précipite après un maintien de plus de 1000 h à 800 °C dans l'alliage 18Cr-10Ni à haute teneur en niobium. [26]

La formation entre 700 et 1000 ° C de la phase Z ($NbCrN$) a été observée dans les aciers inoxydables austénitiques stabilisés au niobium et à haute teneur en azote. La phase G ($Ni_{16}Nb_6S_7$) a été identifiée dans un alliage 20Cr-25Ni-Nb après un maintien de 500 h à 650 ° C. [26]

Tableau I.4 – Nature et composition des précipités rencontrés dans une nuance X2CrNiMoN17-13-5/1.4439 après exposition entre 550 et 900 °C [x27]

Précipité	Symbole	Composition chimique (% en masse)			
		Cr	Mo	Ni	Fe
Carbure	$M_{23}C_6$	65	15	5	15
Phase sigma	σ	30	10	5	55
Phase ksi	χ	20	20	5	55
Phase de laves...	η	10	45	5	40

I.4.4. Comportement à la corrosion des aciers inoxydables austénitiques

I.4.4.1. Corrosion humide ou électrochimique

La résistance à la corrosion humide des aciers inoxydables est due au phénomène de passivité. Ce phénomène se traduit par la formation, pour des teneurs en Cr supérieures à 10-11%, d'une couche passive mince (1 à 5nm) à base d'oxyde de Cr et de fer hydraté. [20]

Cette couche est stable dans le milieu corrosif pour un certain domaine de potentiel. Des additions de molybdène et de cuivre de quelques pourcents améliore cette couche, en particulier dans les milieux chlorurés et acides. Ceci est dû au dépôt de métal ou d'oxyde au niveau de la couche passive à base de chrome. [20]

La résistance à la corrosion humide des aciers inoxydables étant principalement liée à leur teneur en chrome, il faut s'attendre à des caractéristiques de corrosion : [20]

- médiocres, pour les plus basses teneurs en Cr (11 à 13%)
- moyennes, pour les concentrations en chrome intermédiaires (14 à 15%).
- haut de gamme, pour les teneurs plus élevées, typiquement 16 à 18%.
- exceptionnelles, pour les concentrations supérieures (21 à 25%).

I.4.4.2. Corrosion sèche. Oxydation

Les aciers résistants à l'oxydation en présence de gaz à haute température contiennent des additifs de chrome et/ ou de d'aluminium et/ou de silicium, qui forment des oxydes protecteurs : l'oxyde de chrome Cr_2O_3 , la silice SiO_2 et l'alumine Al_2O_3 . [20] A ce titre, les aciers inoxydables, parce qu'ils contiennent plus de 10.5% Cr, ont un bon comportement à l'oxydation sèche. Cependant, contrairement au cas de la corrosion humide, ce ne sont pas les seuls d'autres nuances peuvent être envisagées. [20]

I.4.4.3. Les phénomènes de corrosion localisée des aciers inoxydables austénitiques

En dehors des processus de corrosion générale (corrosion humide et corrosion sèche), les aciers inoxydables sont sensibles à plusieurs phénomènes d'attaque localisée. Cela est dû, dans tous les cas à des imperfections de la couche passive. Les différents types de corrosion localisée sont étudiés ci-dessous. [20]

1. Corrosion intercrystalline ou intergranulaire

□ Aciers austénitiques sensibilisés : [20, 23]

La sensibilisation, ou le maintien des aciers inoxydables dans la zone (500-800 °C), conduit à un phénomène de corrosion rapide, localisé aux joints de grains. C'est en particulier le cas dans les zones affectées par la chaleur après soudage. Ce phénomène est dû à la précipitation des carbures de chrome Cr_{23}C_6 aux joints de grains. Le chrome nécessaire à la formation de ces carbures diffuse de l'intérieur des grains γ vers les joints. Si cette déchromisation locale entraîne des teneurs en chrome inférieures à 11%, ceci conduit à une dépasivation de ces zones et le métal se corrode le long des joints de grains. Trois solutions permettent d'éviter ce phénomène de corrosion intergranulaire des aciers austénitiques :

➤ Nuances stabilisées au Ti ou au Ni : ces éléments fortement carburigènes, forment des carbures plus stables que les carbures de chrome. Des additions suffisantes de Ti et/ou de Nb (supérieures à 10 fois la concentration en carbone) entraîneront la formation de TiC et de NbC, piègent le carbone et interdiront la précipitation des carbures de Cr. En général, on emploie les nuances : Z6CNT18-10 et Z6CN Nb18-10, (321 et 347).

➤ Nuances à bas carbone lors du soudage : dans les conditions industrielles habituelles (épaisseurs de l'ordre de 50 mm, procédés courants), les durées de maintien des ZAT (zones affectées par la chaleur) autour de 650 °C sont toujours inférieures à 1 heure. Il suffit, pour éviter la corrosion intergranulaire, d'assurer une teneur en carbone inférieure à 0.04%. En utilisant des teneurs en C voisines de 0.02%, la précipitation des carbures devient négligeable. En général on emploie les nuances Z2CN18-10 et Z2CND17-12 (304L et 316L).

➤ Choix du traitement thermique : on évite le domaine critique par hypertrempe. Il est à noter qu'un métal sensibilisé est régénérable par réchauffage à 1000 °C suivi d'un refroidissement rapide

□ Aciers austénitiques non sensibilisés : [20]

Dans les milieux corrosifs très oxydants (par exemple, les milieux nitriques bouillants très concentrés ou contenant des oxydants de type Cr^{6+} , Fe^{3+} , Mn^{7+} , W^{5+} , etc), les aciers inoxydables austénitiques subissent un nouveau phénomène de corrosion

intergranulaire qui est dû à la ségrégation intergranulaire des impuretés silicium et phosphore. Il n'existe que deux solutions pour ce problème :

- Aciers de type 18-10 à très faibles teneurs en impuretés ($\text{Si} < \text{ou} = 0.010\%$, $\text{P} < \text{ou} = 0.005\%$), solution rarement utilisée car ces limites sont difficiles à atteindre.
- Aciers titrant plus de 3% de Si, pour limiter la différence de concentration dans les grains

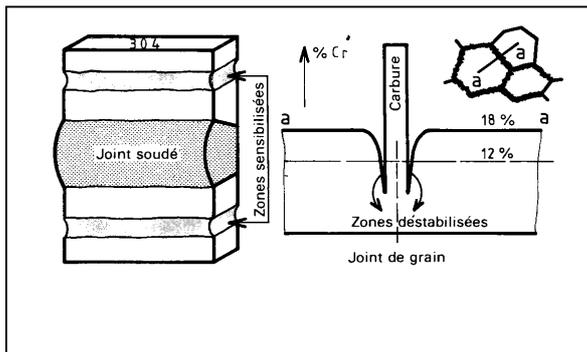


Figure I.10 –Schématisation de la corrosion intergranulaire au voisinage d'un joint soudé en 304 : Z6CN 18-09.

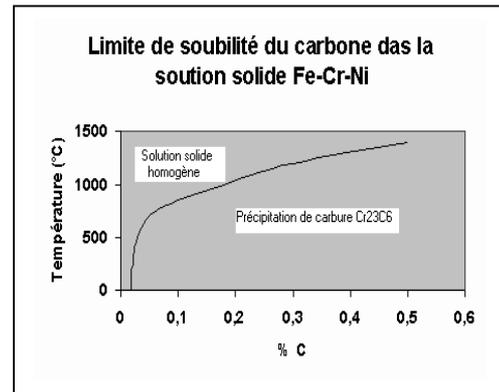


Figure I.11 –Limite de solubilité du carbone dans la solution solide Fe-Cr-Ni

2. Corrosion par piqûres

C'est une forme de corrosion localisée induite par dépassivation locale dans des conditions localement réductrices. Elle se caractérise par l'apparition d'attaques ponctuelles et rapides après une phase d'amorçage plus ou moins longue. Ce phénomène se produit principalement dans les milieux chlorurés neutre contenant de l'oxygène ou un oxydant. [x20,x23,x24] Pour un acier et un milieu donné, les piqûres n'apparaissent qu'au-dessus d'un potentiel critique E_p appelé potentiel de piqûres et qui constitue un critère de résistance du métal. [x20,x23,x24]

A la suite d'un traitement thermique de sensibilisation, la résistance d'un acier inoxydable austénitique à la corrosion par piqûres est considérablement diminuée. [24] Les piqûres sont dues à une destruction locale de la couche passive. Pour les alliages industriels, les piqûres s'amorcent au niveau d'inclusions préexistantes dans le métal et plus spécialement des sulfures de manganèse MnS . On augmente la résistance à la corrosion par piqûres par des concentrations en chrome et molybdène, pour améliorer la résistance de la couche passive, et par de faibles niveaux de soufre pour limiter les sulfures ($\%S$ inférieur ou = à 20 ppm). [20,23,24]

3. Corrosion par crevasse ou caverneuse

Tous les types d'inoxidables sont susceptibles de subir une corrosion par crevasse (joints, replis profonds,) VOIR COLOMB. Cette forme d'attaque se produit dans les milieux chlorurés, elle est liée à des phénomènes d'hydrolyse, et en conséquence à une diminution du pH. En présence d'ions Cl^- , la réaction :



entraîne la formation d'acide chlorhydrique dont le pH diminue. [x20,x23] L'attaque du métal

est due à l'attaque par l'acide chlorhydrique . la résistance du métal est liée au pH minimum auquel il résistera. Le pH est appelé pH de dépassivation, il doit être le plus bas possible. La résistance des différentes nuances dépend de leurs teneurs en éléments molybdène, chrome et dans une moindre mesure nickel. [20,23]

4. Corrosion sous tension

La corrosion sous contrainte ou sous tension des aciers inoxydables est un phénomène de fissuration rapide en présence de contraintes de diverses origines (externes, contraintes de soudage, de traitements mécaniques ou thermiques, etc). Les milieux corrosifs responsables peuvent être aussi bien des milieux neutres, acides ou basiques, chlorurés ou non, à des températures souvent plus élevées, à l'ambiante ou un peu au dessus. [20,23]

En général, les aciers austénitiques subissent une fissuration transgranulaire, le seuil de non fissuration souvent inférieur à 0.4 ou 0.5 $R_{0.2}$. les aciers ferritiques semblent moins sensibles à ce type de corrosion mais elles ne peuvent pas être utilisées pour toutes les applications. [20,23] Les nuances austéno-ferritiques, sans être insensibles, ont un bien meilleur comportement. leur limite de non fissuration est comprise entre 0.8 $R_{0.2}$ et $R_{0.2}$. Elles constituent donc la solution industrielle aux problèmes de CST lorsque les ferritiques ne sont pas utilisables.[20]

Soudage

II.1. Introduction :

De nombreux procédés de soudage par fusion peuvent être employés lors de la mise en œuvre des aciers inoxydables : soudage à l'arc avec électrode enrobée, sous flux, MIG, TIG, soudage au plasma, soudage par faisceau d'électrons, par faisceau laser. Ces procédés doivent assurer : [20]

- ❖ une bonne continuité géométrique sans défauts de surface qui pourrait constituer des amorces de corrosion ;
- ❖ une bonne conservation de la résistance à la corrosion de l'assemblage ; ce résultat sera obtenu si le procédé permet d'éviter tout départ d'élément d'alliage utile (le chrome notamment) et tout apport d'élément nocif tel que le carbone ;
- ❖ une bonne tenue mécanique qui sera généralement obtenue si la géométrie de l'assemblage d'une part et la composition chimique du métal fondu sont satisfaisantes, notamment, en ce qui concerne cette dernière, si les conditions nécessaires pour éviter la fissuration à chaud sont satisfaites.

Dans le procédé TIG, la protection du métal fondu et du métal chaud est assurée par un courant de gaz inerte qui peut être constitué par de l'argon pur ou mélangé à de l'hydrogène, ou par de l'hélium pur ou mélangé à de l'argon. [20] Ces gaz doivent être parfaitement exemptes d'humidité. Dès que l'épaisseur dépasse 2 à 3 mm, il est nécessaire de faire intervenir un métal d'apport sous forme de baguette (nues) ou de fils. Les métaux d'apport utilisables pour le soudage des aciers inoxydables austénitiques ne sont pas définis par une norme spécifique. En général, on choisira un métal d'apport ayant une composition voisine de celle du métal de base et permettant d'ajuster la composition du métal fondu de la soudure pour que ce dernier contienne la proportion de ferrite souhaitée pour éliminer le risque de fissuration à chaud. L'électrode de tungstène est reliée au pôle négatif d'un générateur à courant continu. Cette procédure assure une bonne pénétration de la soudure. [20] Les conditions de soudage des aciers inoxydables austénitiques par le procédé TIG sont comme suit : [20]

- ❖ l'argon est utilisé comme gaz protecteur en soudage manuel de produits minces car le résultat obtenu est moins sensible alors aux paramètres opératoires (débit de l'ordre de 3 à 8 litres/min. croissant avec l'épaisseur)
- ❖ l'argon mélangé à de l'hydrogène ou l'hélium est utilisé pour le soudage automatisé de produits épais (la géométrie du joint obtenu étant meilleure, débit de l'ordre de 6 à 12 litres /min. croissant avec l'épaisseur) ;
- ❖ l'envers de la soudure doit être protégé par un flux complémentaire de gaz inerte (qui pourra être de l'azote).

L'intensité de soudage varie entre les limites habituelles en fonctions des autres conditions du soudage et notamment : [20]

- ❖ de la position (I plus forte pour un soudage vertical ou au plafond) ;
- ❖ de la préparation (I plus forte pour un soudage à clin, plus faible sur un chanfrein ou sur un angle saillant).

Le soudage TIG a l'avantage de permettre la réalisation de cordons lisses, d'un bel aspect, exempts de défaut de surface et possédant une bonne compacité les propriétés mécaniques du joint sont donc excellentes. [20]

II.2.Soudabilité des aciers inoxydables austéno-ferritiques

II.2.1 Solidification et structure des soudures duplex

Les propriétés de soudage des métaux sont largement influencées par le mode de solidification et par le refroidissement consécutif à la passe du soudage comme une conséquence de l'absence de la recristallisation et de l'homogénéisation contrôlées [25]. La microstructure du métal soudé diffère de celle du métal de base, comme résultat des variations de la composition chimique et de son total historique thermique [14].

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 au dessous de 900°C la phase austénitique est amorcée aux joints de grains ferritiques. 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. En suite, elle est suivie par la formation de l'austénite type Widmanstätten ou sur les sites intragranulaires dépendant de la taille des grains ferritiques et de la vitesse de refroidissement. La précipitation de l'austénite est le processus de nucléation et croissance contrôlé par la diffusion [14].

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. Pour encourager la formation de l'austénite dans le métal soudé et pour maintenir la balance des phases, les consommables du soudage ont généralement une composition « plus austénite » que l'acier parent. Ces consommables sont aujourd'hui fabriqués avec 2-4% plus de nickel que le métal de base [14]. La structure résultante est constituée de grains de ferrite primaires avec de l'austénite intergranulaire ou intragranulaire principalement précipitée en structure Widmanstätten (figure II.7) [25].



Figure II.1: Microstructure de la zone fondue d'un acier duplex soudé UNS S 31803 [26].

II.2.2. Taux de ferrite

En général, le soudage des aciers duplex a des quantités de ferrite dans la gamme 30-70% dépendant de la composition et de la vitesse de refroidissement [14]. Lors de l'opération de soudage, on assiste à une augmentation importante de la teneur en ferrite dans la zone fondue et dans la zone affectée thermiquement. Cette augmentation est due au cycle thermique de soudage dont la vitesse de refroidissement ne permet pas une transformation complète en austénite de la ferrite formée à haute température.

La maîtrise correcte de la teneur en ferrite est en effet le point essentiel dans la mise en oeuvre industrielle de ces aciers en raison de ses répercussions sur les propriétés de soudage. En effet, la quantité de ferrite finale détermine les propriétés comme la résistance, la ténacité, la résistance à la corrosion et la stabilité de phase à long terme. De plus, la quantité de ferrite est un indicateur utile pour le mode de solidification, qui influence fortement la fissuration à chaud durant le soudage.

La quantité de ferrite des métaux soudés et des métaux de base peut être mesurée essentiellement par deux méthodes, soit par la méthode de comptage des points ou bien par la méthode d'analyse magnétique, cette dernière se fait par le contrôle de l'aimantation à l'aide d'un ferritoscope étalonné. Toutes fois une meilleure précision est obtenue par le comptage de la répartition de la ferrite sur une coupe micrographique.

La possibilité de prédéterminer la quantité de ferrite dans le soudage des aciers austéno-ferritiques est très essentielle. Pour cela, des diagrammes de constitution ont été utilisés pour prédire la quantité de ferrite. Durant les années, ces diagrammes de constitution ont été améliorés mais l'approche basique utilisée dans ces diagrammes n'a pas changé. Le niveau de ferrite est prédit comme une fonction des facteurs d'équivalents en Cr et en Ni. Ces diagrammes ont été trouvés d'être très utiles.

Plusieurs modèles ont été développés pour essayer de prédire avec précision la quantité de ferrite dans le soudage des aciers inoxydables. Les variations des versions des diagrammes de constitution diffèrent principalement, dans les coefficients qui sont utilisés pour convertir la composition de l'alliage en Cr_{eq} et en Ni_{eq} . Parmi ces diagrammes on trouve :

➤ Diagramme de Schaeffler :

Le diagramme de Schaeffler (figure II.8) est une description empirique de la structure du métal déposé qui résulte des compositions différentes de soudage. Ce type de diagramme a été utilisé pour plusieurs années pour prédire la microstructure du métal déposé dans les austénitiques conventionnels ou autre aciers inoxydables pour optimiser la composition du métal d'apport. Il est devenu apparent que le diagramme de Schaeffler ne prédit pas les microstructures duplex très bien, car l'influence de l'azote n'est pas prise en considération. Les équivalents chrome et nickel sont :

$$\begin{aligned}Cr_{eq} &= \%Cr + \%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb \\ Ni_{eq} &= \%Ni + 30\%C + 0.5\%Mn\end{aligned}$$

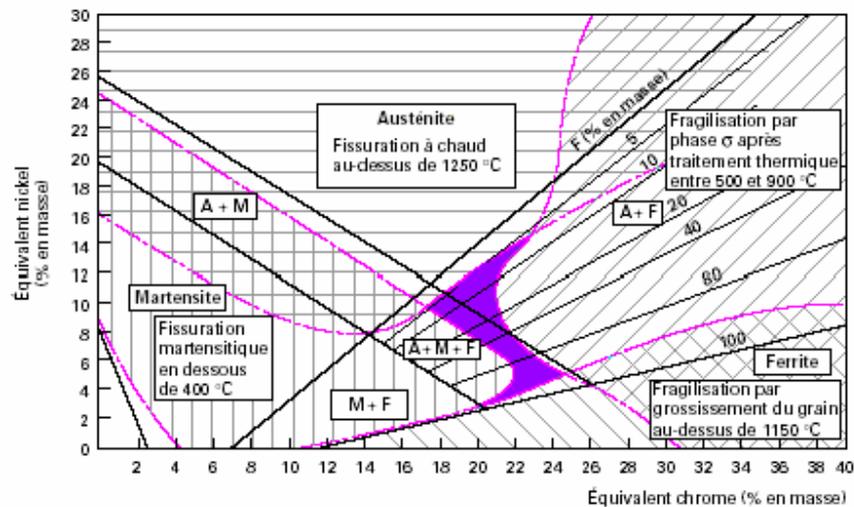


Figure II.2: Diagramme de Schaeffler [2].

II.2.3 Transformations de phases durant le soudage des duplex

Au cours du soudage par fusion des aciers inoxydables duplex, les transformations microstructurales qui se produisent sont complexes et dépendent de la composition du matériau soudé et des cycles thermiques produits par le processus de soudage. De ce fait, la microstructure du métal de base typique caractérisée par une balance entre les fractions volumiques des phases ferritique et austénitique est modifiée dans les deux zones, la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

Pendant l'opération de soudage, la zone affectée thermiquement des aciers inoxydables duplex est chauffée aux hautes températures, ce qui mène à la transformation de l'austénite à la ferrite et à la croissance de grains δ . Par conséquent, l'acier devient complètement ferritique et la phase austénitique apparaît durant le refroidissement [27,28].

La transformation $\gamma \leftrightarrow \delta$ est très importante parce que la taille du grain, la fraction des phases et la concentration homogène de la phase δ transformée affectent la cinétique de la croissance des grains ultérieurement et les transformations de phases durant le refroidissement [x11]. En plus, de la transformation de phases $\delta \gamma$, d'autres transformations de phases sont connues de se produire dans les aciers inoxydables duplex. Ces transformations incluent, la précipitation de nitrures de chrome (Cr_2N) dans la matrice ferritique et la précipitation des composés intermétalliques tel que la phase σ , la phase χ , la phase π et la phase R. On note aussi la précipitation de l'austénite secondaire γ_2 dans la ferrite [14,25,28,].

Le problème de soudage des aciers inoxydable duplex est que des vitesses de refroidissement rapide dans la zone affectée thermiquement favorise moins l'austénite que la quantité désirée et de favoriser des quantités élevées de ferrite. Cela peut causer une perte de la ténacité et de la résistance à la corrosion. Ce problème peut être évité par la diminution de la vitesse de refroidissement avec un contrôle de la chaleur mise, préchauffage et les températures d'interpasses. D'autres part, les vitesses de refroidissement doivent être assez rapides pour éviter la précipitation de la phase σ , carbures de chrome et α' dans l'intervalle 350°C-1000°C [27,29].

En effet, la transformation $\gamma \delta$ est la réaction dominante dans la zone affectée thermiquement durant les deux cycles de soudage chauffage et refroidissement [28].

II.2.4 Traitements thermiques des soudures en aciers duplex :

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 ne nécessite aucun traitement thermique après soudage, il est conseillé de ne pratiquer ni pré- ni post-chauffage afin d'éviter toute transformation de la ferrite. Cependant, l'opération de soudage peut détruire l'équilibre ferrite/austénite dans un joint soudé. Pour rétablir cet équilibre le seul traitement thermique réalisable après soudage est l'hypertrempe effectuée à la température du maintien définie par l'acier de base et suivant un refroidissement suffisamment rapide. Ce traitement va permettre l'obtention de joints soudés avec structure homogène, par l'abaissement de la teneur en ferrite en zone affectée thermiquement et en métal fondu. Il n'est généralement pas nécessaire sauf pour des procédés de soudage qui mettent en jeu de grande densité d'énergie (faisceau d'électron, laser,...). 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 [03,04,30].

II.2.5 Propriétés d'une soudure duplex

- **Comportement de traction :** il y a un petit changement dans les propriétés de traction. L'élongation du métal soudé est normalement inférieure que celle du métal de base et une baisse de la ductilité a été reporté [14].
- **Dureté :** la dureté du soudage des duplex est souvent élevée que celle du métal de base, à cause des contraintes induites par la chaleur et le cycle de refroidissement. L'augmentation de la dureté est manifestée dans les deux métal soudé et la zone affectée thermiquement.
- **Ténacité d'impact :** généralement, la ténacité d'impact est acceptable pour le métal soudé de l'acier inoxydable duplex et la zone affectée thermiquement si la chaleur mise est contrôlée et garder adéquate, pas très longue pas très courte, normalement, l'énergie absorbée est basse. De plus, une augmentation dans la fraction volumique de la ferrite diminue l'énergie d'impact [x26] et la formation de l'austénite augmente la ténacité.
- **Propriétés de corrosion :** en général, le soudage des aciers inoxydables duplex a donné des performances satisfaisantes de corrosion. Cependant, il y a un potentiel pour l'attaque de corrosion dans les régions soudées, à cause des changements substantielles métallurgiques qui se produisent durant le soudage. La plupart a été consacré à la corrosion localisée, par exemple : la corrosion intergranulaire, la corrosion par crevasse et la fissuration par corrosion sous contrainte [14].
- **Fissuration à chaud :** le mode de solidification ferritique des alliages austéno-ferritiques les rendent peu sensibles à la fissuration à chaud [04]. L'effet bénéfique du mode ferritique est souvent attribué d'une part à la grande solubilité des impuretés comme le soufre et le phosphore dans la ferrite, et d'autre part, à la tenue à chaud de la ferrite qui est plus faible que celle de l'austénite. Cette tenue va limiter le niveau des contraintes de retrait.

- **Fissuration à froid** : il existe une sensibilité à la fissuration à froid du métal soudé et de la zone affectée thermiquement due à l'hydrogène apporté dans la phase ferritique par les produits d'apport. En pratique, la fissuration par l'hydrogène dans les aciers inoxydables duplex soudés peut se produire où la quantité d'hydrogène et le niveau de ferrite sont relativement élevés et des contraintes suffisantes sont appliquées [04,31]. On peut limiter cet effet en utilisant des électrodes séchées et en choisissant correctement les conditions de soudage.

II.3. Soudage des aciers inoxydables austénitiques

II.3.1. Structure de solidification des aciers austénitiques

Lors de la solidification d'un alliage, si les conditions d'équilibre sont maintenues, le soluté est rejeté à l'interface solide-liquide pour former une couche de diffusion en avant de l'interface. La solidification est dite alors à front plan. Il faut pour cela que la température réelle du liquide soit toujours supérieure ou égale à la température du liquidus. Cela se traduit par un gradient thermique G élevé ($G = \frac{dT_L}{dx}$ avec T_L température du liquide et x distance par rapport à l'interface). Si le refroidissement est trop rapide, ce qui est généralement le cas pour les soudures en acier pour les soudures en acier austénitiques, la diffusion du soluté est limitée. Il y a donc un excédent de soluté au niveau de l'interface qui provoque le phénomène de « surfusion constitutionnelle » : le gradient thermique est suffisamment faible pour que sur une certaine distance x la température réelle du liquide soit inférieure à la température d'équilibre (Figure II.18). Ces instabilités entraînent une disparition de l'interface plane. La solidification est alors de type cellulaire ou dendritique (Figure II.19) avec des branches primaires se développant parallèlement à des directions préférentielles associées à la structure cristalline (direction cristallographique $\langle 100 \rangle$ pour les cristaux cubiques). [14, 24]

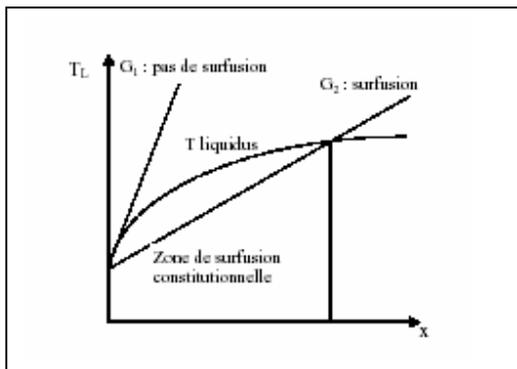


Figure II.3 –Effet du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle.

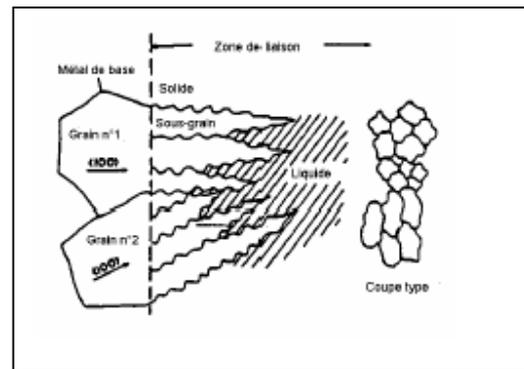


Figure II.4 –Croissance selon le mode cellulaire dendritique.

Cette structure dendritique est aussi observée à l'ambient car, même dans le cas d'un soudage multipasses, les grains d'austénite de la passe refondue ne subissent pas de recristallisation. Par

contre, ce type de structure apparaît pas dans les soudures d'acier ferritique car, lors du refroidissement, une transformation solide-solide détruit la structure dendritique. En général, le degré de surfusion constitutionnelle est inversement proportionnelle au rapport $\frac{D \times G}{\sqrt{R}}$ (G : gradient de température ; R : vitesse de solidification ; D : coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans le liquide) et proportionnel à la concentration C_L en soluté dans le liquide à l'interface liquide/solide. Les différents modes de solidification pouvant être obtenues en fonction de ces deux paramètres sont indiqués sur la figure II.20. Le rapport G/\sqrt{R} augmente avec l'énergie de soudage diminue avec la vitesse de soudage. [14, 24]

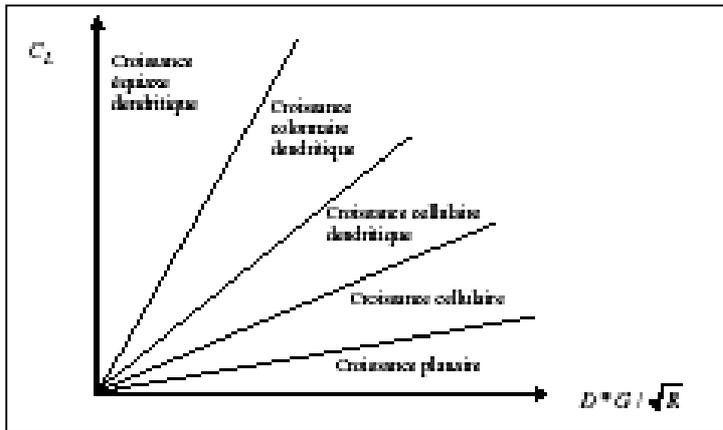
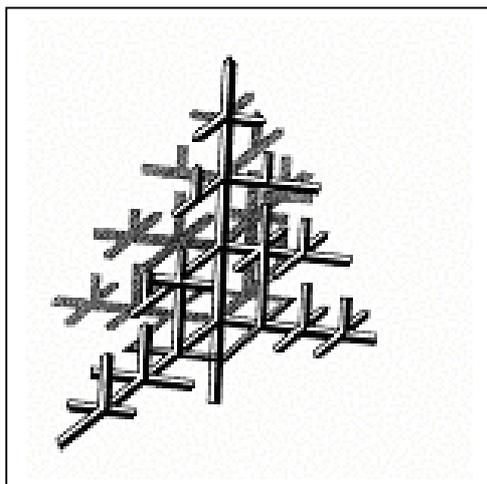


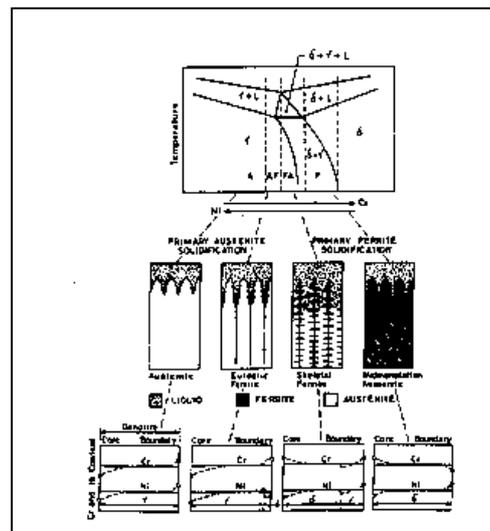
Figure II.5 –Type de solidification en fonction du rapport $\frac{D \times G}{\sqrt{R}}$.

Pour les plage de composition, de vitesses de refroidissement et d'énergie de soudage qui nous intéressent, la solidification est généralement cellulaire dendritique avec des bras secondaires gradient thermique avec des bras secondaires des dendrites peu développés car le gradient thermique n'est pas suffisamment faible. Un grain colonnaire est alors constitué de plusieurs dendrites de même texture. [14]



Morphologie des dendrites.

Figure



II.6 -

Figure II.7 –Position relative des modes de solidification sur un diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.

II.3.2. Modes de solidification :

Dans le cas de la solidification peritectique, le diagramme de phase de la figure II.22, montre que la cristallisation commence par la précipitation de la phase δ_P (ou la ferrite δ primaire) à partir du liquide. A la température peritectique une nouvelle phase solide γ_P se formerait selon la réaction :
[15, 24]



La phase γ a une forte tendance à croître le long de l'interface δ_P /liquide, et par suite, elle a une tendance à isoler la phase primaire du contact avec le liquide. En fonction de la composition du métal d'apport, la solidification peut se produire selon différents modes. Selon ces modes, la décomposition de la ferrite δ_P peut se produire soit à partir d'une réaction peritectique, ou bien à partir d'une transformation peritectique. Les différents modes de solidification sont cités ci-dessous.

Mode A : solidification en austénite primaire; la précipitation de la phase γ_P à partir du liquide est aussi possible, si la température est graduellement décroissante. Ce type de précipitation est favorisé par la présence de particules solides dans le métal liquide, qui peuvent jouer le rôle de grains mères de la phase γ_P d'une manière sélective. Particulièrement, pour des vitesses de refroidissement élevées, la formation de la phase δ_P primaire peut être complètement, permettant ainsi à la phase γ_P secondaire de se nucler et de croître directement à partir du liquide refroidi ;

Mode AF : solidification en austénite primaire avec apparition de ferrite par réaction eutectique et enrichissement en chrome à la frontière entre deux dendrites ;

Mode FA : solidification en ferrite primaire puis transformation à l'état solide de la majorité de la ferrite en austénite. Cette transformation s'accompagne d'un enrichissement en chrome et d'un appauvrissement en nickel au niveau des coeurs des dendrites. Il apparaît alors dans ces zones de la ferrite résiduelle dite "squelettique" ou "vermiculaire" (5 à 10%) ; La croissance de l'austénite ne dépend pas de l'orientation de la ferrite δ , l'austénite est libre de croître à travers les joints de grains colonnaire de la ferrite δ originaire. Il en résulte que l'austénite adopterait une morphologie différente de la morphologie colonnaire.

Mode F : solidification en ferrite primaire avec possibilité de nucléation de grains d'austénite au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstätten) ; Lorsque le métal est refroidi lentement au dessous de la température de cristallisation, la ferrite δ serait la première phase à apparaître. Les grains de la ferrite δ révéleront une morphologie colonnaire anisotropique. La solidification se produit suivant la direction du gradient thermique maximum. Pour des températures de refroidissement au dessous de la température du palier peritectique, l'austénite se germe par épitaxie à partir des joints de grains ferritiques (transformation peritectique). Comme son orientation est dépendante de celle de la ferrite, l'austénite ne peut pas croître à travers les joints de grains ferritiques. Les grains colonnaires de l'austénite vont adopter la morphologie de la ferrite δ originaire.

- dans le cas du mode FA, si le rapport Cr/Ni augmente, la morphologie de la phase ferritique évolue et prend un aspect "en lattes" bidimensionnelles, parallèles et régulièrement espacées;

- dans le cas du mode AF, la ferrite a aussi un aspect squelettique mais elle est interdendritique dans ce cas. Il est toute fois difficile de distinguer les deux types de ferrite en micrographie. Plus que l'observation de la morphologie, ce sont donc les profils de composition dans les cellules dendritiques qui permettent de conclure quant à un mode et à une séquence de solidification. Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté C_{req}/N_{ieq} . Les relations suivantes ont ainsi été établies : [14]

$$C_{req} = \% Cr + \% Mo + 1.5 \% Si + 0.5 \% Nb.$$

$$N_{ieq} = \% Ni + 30 \% C + 0.5 \% Mn.$$

$$C_{req}/N_{ieq} < 1.25 \text{ (mode A) ;}$$

$$1.25 < C_{req}/N_{ieq} < 1.48 \text{ (mode A) ;}$$

$$1.48 < C_{req}/N_{ieq} < 1.95 \text{ (mode FA) ;}$$

$$C_{req}/N_{ieq} > 1.95 \text{ (mode F).}$$

II.3.3. Physico-chimie de la solidification : Phénomène de ségrégation

Le phénomène de ségrégation ou l'hétérogénéité locale de composition chimique du produit obtenu, peut accompagner la solidification à trois niveaux à savoir : [15]

- à l'échelle de la cristallisation: ségrégation dendritique ;
- à l'échelle des grains: ségrégation intergranulaire ;
- à l'échelle macroscopique: ségrégation majeure.

II.3.3.1. Ségrégation dendritique

Elle résulte d'une part du mode de croissance des cristaux, d'autre part du phénomène de « surfusion constitutionnelle ». Le mode de croissance des édifices cristallins est dendritique, c'est-à-dire qu'ils tendent à se développer à partir de germes, dans des directions bien définies associées à leur structure cristalline (perpendiculaires aux faces du cube pour les cristaux cubiques). Les directions privilégiées sont celles qui se trouvent proches de la trajectoire de solidification. Dans le cas d'un alliage les premiers germes de solidification qui apparaissent provoquent une évolution de la composition chimique du liquide qui les baigne, retardant ainsi sa solidification. Ainsi a lieu le phénomène de surfusion dite constitutionnelle. Ce phénomène, renouvelé de proche en proche, se traduit par l'édification et la croissance de dendrites de composition variable depuis leur partie centrale, moins fusible jusqu'à l'extérieur, plus fusible. Du fait de la rapidité du refroidissement, l'homogénéisation par diffusion demeure très incomplète, et l'hétérogénéité chimique se maintient après refroidissement, ce qui rend les dendrites apparentes à l'examen métallographique. [15]

II.3.3.2. Ségrégation intergranulaire

Elle intervient au stade final de la formation des édifices cristallins. Elle est due à la répulsion d'un liquide plus fusible jusqu'à la limite de chaque édifice, c'est-à-dire jusqu'aux joints de grains. Cette forme de ségrégation affecte aussi la zone à structure planaire, où les joints de grains prolongent ceux du métal de base, ce qui peut contribuer à l'apparition du phénomène de fissuration à chaud. [15]

II.3.3.3. Ségrégation majeure

Ce phénomène intervient lors de la solidification d'une masse immobile. Il concerne l'hétérogénéité de composition chimique de la pièce, dont la partie centrale est plus chargée en éléments (d'addition ou impuretés) abaissant le point de fusion, donc repoussé vers l'intérieur au fur et à mesure que la solidification progresse à partir de l'extérieur. [15]

II.3.4. Conséquences métallurgiques des cycles thermiques de soudage

Au cours d'un cycle thermique de soudage, un acier inoxydable austénitique ne subira une transformation structurale que si sa température a dépassé 1100 °C environ. Les propriétés mécaniques de la zone soudée sont très fortement liées à la structure métallurgique obtenue après l'opération de soudage. Une soudure d'acier inoxydable austénitique pourra, après son retour à la température ambiante, se présenter comme suit : [18, 20]

- Zone fondue : Elle se solidifie à l'état austéno-ferritique ou totalement ferritique et sa transformation ferrite (δ) \longrightarrow austénite n'est généralement pas complète par suite de la rapidité du refroidissement à haute température. Une certaine proportion de ferrite δ subsiste donc à la température ambiante. Cette proportion est d'autant plus élevée que le refroidissement à haute température (> 1250 °C) a été plus rapide. Par suite des ségrégations issues de la solidification, cette ferrite δ est à la fois dans les espaces interdendritiques et dans les axes des dendrites. L'austénite par ailleurs ne subit aucune transformation jusqu'à son retour à la température ambiante. [19, 20]

Le métal fondu au cours du soudage a des caractéristiques mécaniques supérieures à celles d'un même métal élaboré de manière classique. Ceci est dû aux déformations importantes auxquelles il est soumis et au refroidissement rapide du joint soudé.

- Zone affectée par la chaleur ou, ZAC ou ZAT ; dans cette zone affectée par la chaleur, il apparaît de très forts gradients de température qui évoluent rapidement dans le temps. On peut distinguer:

- ◆ Zone de surchauffe ; au voisinage du métal fondu, une partie dont la température a dépassé 1100 °C environ et dont le métal a subi plus ou moins partiellement la transformation austénite \leftrightarrow ferrite (δ) (la quantité de ferrite (δ) restant néanmoins toujours faible). La rapidité du refroidissement peut faire que subsiste dans cette zone une certaine proportion de ferrite (δ). Cette zone devrait subir un grossissement exagéré des grains à gros grains ce qui provoque une dégradation des propriétés mécaniques et ceci en fonction de la température et du temps de surchauffe. Mais il faut noter que l'existence d'une structure bi-phasée à haute température limite très sensiblement le grossissement des grains.

- ◆ Une partie voisine de la précédente dont la température atteinte au cours du cycle se situe entre 1100 °C et 850 °C environ. Dans cette zone, le métal a subi un nouveau traitement d'hypertrempe et subsiste donc dans un état austénitique comparable à celui du métal de base ;

- ◆ Une partie enfin dont la température maximale a été comprise entre 500 et 850 °C environ et dans laquelle des carbures de chrome ont pu précipiter aux joints des grains d'austénite.

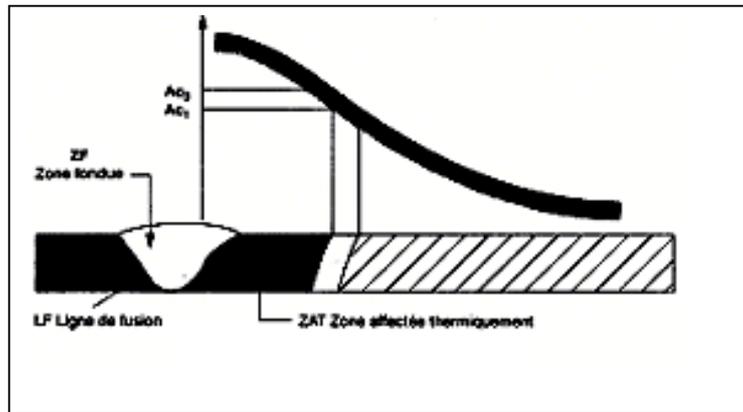


Figure II.8 –Variation de la dureté dans un joint soudé.

II.3.4. Défauts de soudures en aciers inoxydables austénitiques

II.3.4.1. Sensibilité à la fissuration à chaud

Les aciers austénitiques ne présentent pas de risques de fissuration décrits pour les autres types de nuances. Cependant une soudure d'acier austénitique peut être le siège d'une fissuration à haute température engendrée par le retrait et se développant à haute température (probablement au dessus de 1200 °C) dans les espaces interdendritiques du métal fondu. Ce phénomène est dû à l'existence d'un film liquide continu enrichi par le processus de solidification en certains éléments abaissant sa température de solidification et subsistant dans certains espaces interdendritiques et donc aux joints de la structure de solidification. La fissuration se développerait par suite du manque de cohésion dû à la présence du film liquide et/ou par suite de la fragilité à haute température des produits solidifiés à partir de ce film liquide.

La présence de certains éléments tel que le soufre, le silicium, le niobium, le phosphore et le bore favorise cette fissuration. Par contre une forte proportion de manganèse peut améliorer sensiblement la résistance à la fissuration à haute température des soudures austénitiques. Mais le remède le plus efficace contre ce risque de fissuration consiste à faire en sorte que le métal fondu contienne une certaine proportion de ferrite. La ferrite capterait les éléments nocifs qui formeraient le film liquide subsistant entre les grains aux derniers stades de la solidification (ces éléments sont en général plus solubles dans la ferrite que dans l'austénite). De plus la ferrite limiterait le niveau des contraintes de retrait car sa tenue mécanique à chaud est plus faible que celle de l'austénite ;

Après retour à la température ambiante, il subsiste dans le métal fondu une proportion de ferrite variable avec la composition du métal mais généralement supérieure à quelques pourcents. Cette teneur doit croître avec la présence d'éléments nocifs. Sa limite supérieure sera fixée en fonction des exigences relatives à la tenue à la corrosion et aux propriétés mécaniques. Il est également conseillé de souder en limitant l'apport d'énergie et de vérifier qu'entre passes, la température du joint s'abaisse suffisamment ($\theta < 150$ °C).

La fissuration à chaud peut également s'étendre, pour les mêmes raisons, dans les joints de grains de la ZAT au voisinage immédiat du métal fondu. Les remèdes applicables restent les mêmes.

La présence de ferrite dans un acier austénitique (éventuelle dans le métal de base et la ZAT, recherchée dans le métal fondu) peut toutefois engendrer un processus de fragilisation si le métal est maintenu longtemps à une température comprise entre 650 et 900 °C environ. En effet, la ferrite peut alors être le siège d'une précipitation de composés intermétalliques formés de fer et de chrome (et éventuellement d'autres éléments présents dans le métal) désignés sous le terme général de phase sigma

Certains éléments d'alliage tels Mo, Si, Ti, augmentent le risque d'apparition de phase sigma. Lorsqu'une précipitation de phase sigma est constatée, il est possible de la faire disparaître par un chauffage à température supérieure à 1000 °C.

En ce qui concerne la résistance à la corrosion, l'emploi de la soudure pour la mise en œuvre des aciers inoxydables austénitiques amène à prendre deux précautions:

- éviter que le métal fondu ne puisse constituer l'anode d'un couple galvanique (formé avec le métal de base). Pour ce faire, il est habituel d'utiliser un métal d'apport ayant une teneur en chrome légèrement supérieure à celle du métal de base et d'éliminer très soigneusement (par brossage ou décapage) la couche d'oxyde qui se forme à la surface lors du soudage;

- éviter que puisse se produire une précipitation intergranulaire de carbures de chrome. On a vu qu'une partie de la ZAT pouvait être le siège d'un tel phénomène. On pourra l'éviter en

II.3.4.2. Précipitation des carbures

La présence de carbone dans les aciers inoxydables austénitiques même pour des teneurs faibles (C = 0,06 %) peut être responsable d'une détérioration de leur résistance à la corrosion lorsque ces derniers ont été soumis à un maintien de longue durée à des températures comprises entre 500 et 850 °C environ. Dans les assemblages soudés d'un acier austénitique, on constate l'apparition de deux zones d'attaque symétriques par rapport au cordon de soudure; ces régions représentent des zones de corrosion intergranulaire, Ce type de corrosion, plus particulier aux aciers austénitiques, est une des causes d'insoudabilité des aciers destinés à la construction des appareils devant présenter une grande résistance à la corrosion.

Ce phénomène est dû au fait qu' à la suite d'un refroidissement lent (maintiens aux températures convenables), le carbone va précipiter sous forme de carbures du type $M_{23}C_6$ (M pouvant être du chrome seul ou du fer et du chrome ou encore du fer, du chrome et du molybdène par exemple, mais le chrome reste l'élément principal) ; cette précipitation, qui se fait tout d'abord dans les joints des grains et, ultérieurement, dans les grains eux-mêmes, appauvrit en chrome l'austénite qui est voisine, la rendant ainsi sensible à la corrosion qui prend une forme intergranulaire. Les éléments d'alliage gammagène tel que le nickel et le silicium, en diminuant la solubilité du carbone, vont favoriser la précipitation des carbures $M_{23}C_6$. Par contre les éléments alphas tels que le chrome, le molybdène et l'azote par contre vont limiter cette précipitation.

Les remèdes pour réduire ou éliminer le risque la précipitation intergranulaire sont :

- diminuer la teneur en carbone, ce qui réduit la quantité de carbone pouvant précipiter et modifie la cinétique de précipitation (le domaine de température est abaissé et la durée du maintien très sensiblement augmentée) ;
- ajouter des éléments ayant pour le carbone une affinité plus grande que celle du chrome; les éléments ainsi ajoutés sont généralement le titane et le niobium. La précipitation des carbures de Ti (TiC) et de niobium (NbC) intervient dans un domaine de température supérieur à celui dans lequel précipiterait $M_{23}C_6$ et le carbone ainsi « piégé » ne peut participer à cette dernière précipitation.

Ainsi donc, au cours d'un cycle thermique de soudage, un acier inoxydable austénitique ne subira une transformation structurale que si sa température a dépassé 1100 °C environ. (Mais compte tenu de la rapidité des cycles thermiques engendrés par le soudage, les transformations seront généralement incomplètes). Il faut noter par ailleurs que si la température atteinte au cours du cycle thermique est comprise entre 500 et 850 °C environ, le métal pourra être le siège d'une précipitation intergranulaire de carbures de chrome.

II.3.4.3. Formation de la phase sigma

Dans le diagramme des alliages Fe-Cr, on peut remarquer l'existence d'une phase σ pour une composition équiatomique de fer et de chrome. Ce composé intermétallique dur et fragile est une des causes de fragilisation des alliages à haute teneur en chrome et aussi des aciers austénitiques fer-nickel-chrome. La température maximale de stabilité de la phase σ vers 820 °C pour 47% de chrome. A 600 °C les domaines des différentes phases se trouvent dans les limites suivantes:
[19]

- pour le domaine $\alpha + \sigma$: 21 à 41 % de chrome;
- pour le domaine à une seule phase Cr : 41 à 50 o/c de chrome ;
- pour le domaine $\sigma + \alpha$: 50 à 71 % de chrome.

La phase σ est considérablement plus dure que la ferrite initiale; pou une ferrite à 48 % de chrome donnant 250 Vickers, après transformation en phase Cr, sa dureté croît à 900 Vickers (67 RC). Dans les alliages fer-chrome-nickel, en particulier les alliages du type austénitique, les coupes des diagrammes ternaires fer-nickel-chrome à différentes températures montrent que à 1 100 °C, il n'apparaît que trois domaines stable : la phase σ est du côté riche en chrome (acier ferritique), la phase γ du côté riche en nickel (acier austénitique), et les phases $\sigma + \gamma$ entre ces deux domaines (acier austéno-ferritique).

La phase sigma dure, fragile et non magnétique, est responsable d'un léger durcissement mais surtout d'une fragilisation importante et d'une diminution de la résistance à la corrosion dans les milieux très oxydants. La formation de cette phase sigma fait intervenir la diffusion du chrome et de ce fait elle exige des teneurs en chrome élevées. L'addition d'un quatrième élément alphasgène (Ti, Cb, Mo, V, etc...) déplace l'ensemble des courbes vers le bas, côté fer-nickel, en élargissant le domaine ferritique. Inversement, l'addition d'un élément gammagène déplace les courbes vers le haut en élargissant le domaine austénitique. A la température de 800 °C, le diagramme ternaire

montre :

- une phase α riche en fer et une autre phase α riche en chrome ;
- une phase γ riche en nickel ;
- une phase σ autour d'un fer-chrome à 50-60% de chrome.

A 600 °C, le diagramme présente les mêmes phases avec un léger déplacement par rapport au diagramme précédent.

Les facteurs intervenant sur la formation de la phase σ sont :

- a) Les éléments d'addition alphaséens (Si, Al, Ti, Mo, Nb) ; qui agissent sur la formation d'une phase α plus riche en chrome et facilitent ainsi la transformation en phase σ par la présence de ferrite.
- b) Les éléments à carbures ; si l'élément d'addition forme facilement des carbures (Ti, Nb, Zr), le point représentatif de l'alliage est déplacé vers les teneurs élevées en chrome, ce qui facilite la formation de σ .
- c) Sursaturation en chrome par refroidissement rapide peut amener l'apparition de la phase σ même avec absence de la phase α .
- d) La dimension de la structure peut conduire à des modes de précipitation différents, pour les structures à grains fins, σ se précipite aux joints des grains; cette structure présente le minimum de fragilité. Pour les structures à gros grains, migrera difficilement vers les limites des grains, occupera la longueur du joint, d'où influence prédominante sur la fragilité inter cristalline. Ce phénomène peut se produire aux températures moyennes inférieures à 600 °C et pour des temps limités.
- e) L'influence de la température de chauffage dans le domaine critique est importante; l'élévation de température dans ce domaine favorise vitesse de diffusion des éléments et, par suite, pour le même temps, augmente la quantité de σ précipité.
- f) L'écrouissage à froid facilite la précipitation de la phase σ pour des conditions d'écrouissage très poussé.
- g) La fatigue à chaud, comme le fluage, facilite la formation de phase σ .

Dans le cas des soudures, la phase σ se précipite dans le domaine de température de 650 à 800 °C et elle dépend essentiellement de la durée de maintien à cette température. La température critique, c'est-à-dire la température correspondant à la température maximum de la transformation $\alpha \rightarrow \sigma$, se situe vers 720 °C.

Fatigue thermique

III.1 Introduction

La fatigue thermique est le problème à l'origine de l'endommagement de nombreuses pièces et des structures industrielles. La dégradation des pièces est due aux contraintes d'origine thermique qui se développent durant les cycles de chauffage et de refroidissement qui correspondent généralement aux séquences de démarrage et d'arrêt ou lorsque la température varie au cours de son fonctionnement.

Comme phénomène, la fatigue thermique se produit fréquemment dans les structures qui supportent des variations de température et de contrainte, telles que les chambres de combustion des moteurs, outils de mise en forme des matériaux (cylindres de laminoir, poinçons,...), lingotières, installations travaillant normalement à chaud et subissant des arrêts de fonctionnement (aubes de turbines),...etc.

III.2 Définitions

La fatigue thermique peut être définie comme le phénomène résultant de variations cycliques de température sur un composant ou une partie du composant. L'endommagement qui en résultent se caractérise en général par de la fissuration multiple souvent arrangée en réseau dit de « faïençage » [32].

Une autre définition, celle de Spera [33] : « la fatigue thermique désigne la détérioration progressive, et éventuellement la fissuration des matériaux par l'alternance de l'échauffement et du refroidissement avec une dilatation thermique entièrement ou partiellement empêchée ».

La fatigue thermique est une caractéristique des matériaux ductiles (aciers, alliages de nickel,...). Elle se produit en général pour des régimes thermiques stationnaires et à des températures moyennement élevées, à $T/T_f \approx 0.5$, T_f étant la température absolue de fusion du métal. Le choc thermique, qui est l'apparition de fissures au premier cycle thermique, est une caractéristique des matériaux fragiles (fontes, céramiques,...). Un régime thermique transitoire et brutal est souvent associé à ce dernier cas et se produit même à des températures très basses [34].

III.3 Contraintes thermiques

De nombreuses pièces des structures utilisées à hautes températures sont soumises à des variations de température rapides en cours du fonctionnement. Le gradient thermique ainsi créé dans la pièce génère des contraintes thermiques. En effet, la dilatation libre d'un élément de volume donné est limitée par la dilatation différentielle des éléments voisins qui se trouvent à des températures différentes. L'amplitude de ces contraintes d'origine thermique est en fonction du gradient thermique, la géométrie de la pièce, des caractéristiques physiques et mécaniques du matériau et la conductivité thermique.

Mais des contraintes thermiques peuvent aussi apparaître sans qu'il y ait un gradient de température si [35] :

- Des forces extérieures empêchent la libre dilatation.
- La structure est faite de plusieurs matériaux ayant des coefficients de dilatation différents.
- Des hétérogénéités existent dans la microstructure du matériau.

La théorie élémentaire des contraintes thermiques est bien établie, et plusieurs textes ont été écrit en se sujet. Des solutions analytiques pour des problèmes de contraintes thermiques élastiques, dans une variété de géométrie ont été présentées dans la littérature. Par exemple :

- Les contraintes thermiques dans un cylindre élastique ou tube avec une distribution de température radiale sont données par [36]:

$$\sigma_r(r) = \frac{\alpha E}{(1-\nu)r^2} \left[\frac{r^2 - r_i^2}{r_o^2 - r_i^2} \int_{r_i}^{r_o} T r dr - \int_r^r T r dr \right] \quad \text{(III.1)}$$

$$\sigma_t(r) = \frac{\alpha E}{(1-\nu)r^2} \left[\frac{r^2 + r_i^2}{r_o^2 - r_i^2} \int_{r_i}^r T r dr + \int_r^r T r dr - T r^2 \right] \quad \text{(III.2)}$$

Avec :

σ_r : la contrainte radiale (MPa).

σ_t : la contrainte tangentielle (MPa).

α : coefficient d'expansion linéaire thermique (K^{-1}).

E: module de Young (GPa).

ν : coefficient de Poisson.

T(r): température (K).

r: le rayon (mm).

r_i : le rayon intérieur du tube (mm).

r_o : le rayon extérieur du tube (mm).

- Si on empêche un barreau de se dilater, il apparaît une contrainte thermique de compression qui s'écrit:

$$\sigma_{th} = E \cdot \varepsilon = E \cdot \alpha \cdot \Delta T \quad \text{(III.3)}$$

Avec :

ε_T : l'expansion thermique.

α : le coefficient linéaire de l'expansion thermique (K^{-1}).

ΔT : la variation de température causant l'expansion.

Les contraintes dues à un mouvement empêché se rencontrent dans le cas d'une pièce homogène bridée extérieurement et dans celui des pièces non homogènes dont les éléments constitutifs ont des coefficients de dilatation différents. C'est le cas de certains matériaux

polycristallins dont le coefficient de dilatation est anisotrope (étain, zinc) ou des matériaux polyphasés dont les phases ont des coefficients de dilatation différents.

III.4 Mécanisme de la fatigue thermique

Le mécanisme de fatigue thermique est mis en évidence à l'aide du diagramme de North Cott et Baron [37]. Celui-ci est uniquement basé sur l'alternance de l'échauffement et du refroidissement, et sur les gradients thermiques dus à la déformation thermique partiellement empêchée. La figure III.1 illustre le principe de ce mécanisme.

Le point (O) correspond à l'état de contrainte nulle. Lorsque la surface d'une pièce métallique est soumise à un échauffement, la température de la surface augmente localement. Cette différence de température est associée à une différence de dilatation thermique entre les couches successives de la pièce. Celles-ci provoquant un gradient de contrainte thermique compressive. Les contraintes thermiques peuvent être élastiques (branche OA) pour un échauffement faible, puis plastique pour un échauffement plus sévère (branche AB).

A la fin de la phase d'échauffement, où la température de la pièce est plus ou moins homogène, le refroidissement provoque une contraction locale de la couche superficielle. Dans ce cas, une contrainte thermique de traction se développe rapidement. Celle-ci peut être élastique pour un refroidissement léger (branche BC), puis plastique pour un refroidissement plus sévère (branche CD).

Quand la déformation plastique se produit, des contraintes thermiques résiduelles de traction apparaissent au cours du refroidissement tandis que des contraintes thermiques résiduelles de compression apparaissent au cours de l'échauffement. Durant le cyclage thermique, ces contraintes se développent et deviennent très importantes. Notons que les fissures par fatigue thermique apparaissent durant l'étape de refroidissement à cause des contraintes thermiques résiduelles de traction qui y sont très importantes. En effet, la vitesse de refroidissement est très rapide que celle de l'échauffement, cela va engendrer des gradients thermiques beaucoup plus importants au refroidissement, et par conséquent les contraintes résiduelles de traction se développent plus rapidement.

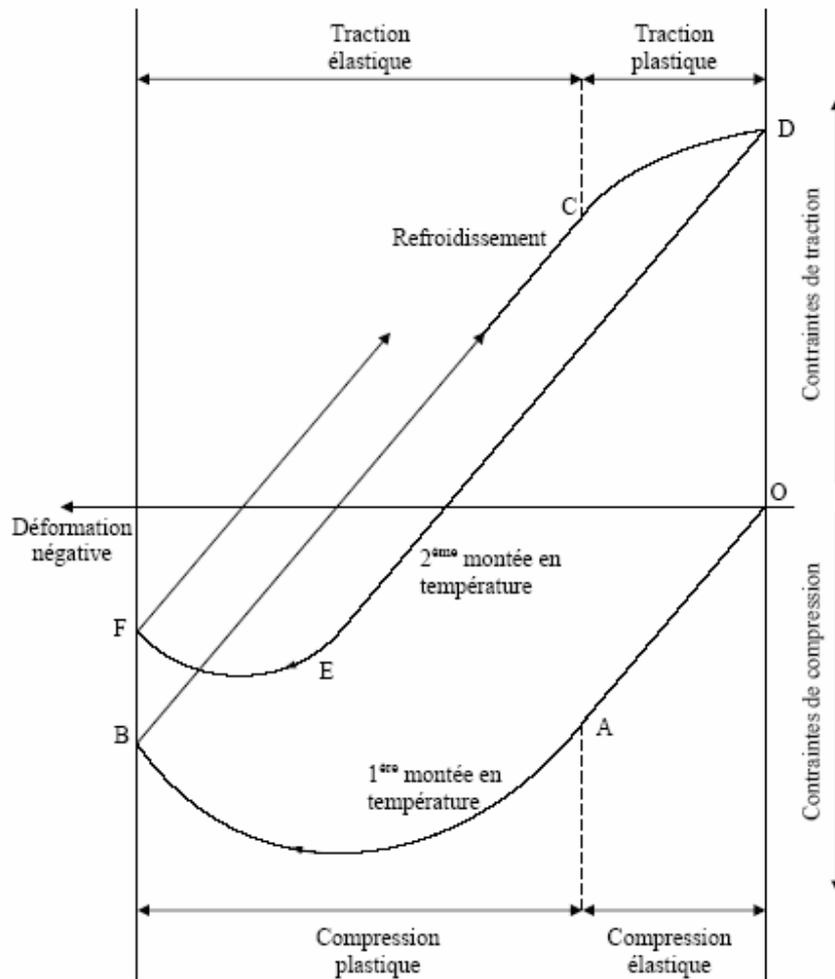


Figure III.1 : Mécanisme de la fatigue thermique, diagramme de North Cott et Baron [37].

III.5 Contraintes thermiques résiduelles

En plus, des charges extérieures, des contraintes résiduelles thermiques ou mécaniques souvent existent dans un composant. Ces contraintes sont difficiles à mesurer ou à modéliser, et elles forment souvent un facteur inconnu dans la fatigue. Il est bien connu que les contraintes thermiques résiduelles jouent un rôle crucial dans le comportement de croissance des fissures de fatigue. Ces contraintes peuvent être introduites par plusieurs processus de fabrication comme le laminage, le forgeage et le soudage. L'introduction de contraintes thermiques résiduelles compressives à la couche de surface résulte dans le prolongement considérable dans la durée de vie des composants industriels. Par contre, la présence de contraintes résiduelles de traction peut réduire la durée de vie des composants. Les contraintes thermiques résiduelles de traction accélèrent la vitesse de croissance des fissures de fatigue par l'augmentation de l'ouverture de la fissure [38].

Dans un matériau à deux phases, tels que les aciers inoxydables duplex, les contraintes résiduelles microscopiques peuvent résulter de l'inégalité de la limite de déformation plastique ou d'une expansion thermique différente des deux phases. Indépendamment de leur origine, les contraintes résiduelles ont un fort impact sur le comportement mécanique, spécialement dans les propriétés de fatigue du matériau. Leur effet se manifeste par la réduction de la durée de vie des composants [36]. Dans une microstructure orientée aléatoirement, les contraintes microscopiques des phases constituantes sont reliées à travers la condition d'équilibre suivante:

$$V_{\alpha} \sigma_{\mu\alpha} + V_{\gamma} \sigma_{\mu\gamma} = 0 \quad (\text{III.4})$$

Avec :

V_{α} et V_{γ} : les fractions volumiques des phases α et γ respectivement.

$\sigma_{\mu\alpha}$ et $\sigma_{\mu\gamma}$: les microcontraintes dans les phases α et γ respectivement.

Quand la température s'élève, les contraintes dans la phase austénitique sont déplacées vers la compression, et les contraintes dans la phase ferritique vers la traction, dû à la grande expansion thermique de la phase austénitique. Durant le refroidissement les contraintes sont inversées. Cela a été trouvé par la mesure des contraintes résiduelles par rayons X et par la simulation numérique. Les contraintes thermiques microscopiques sont très dépendant de la microstructure locale, c'est-à-dire la morphologie de la phase locale [36].

III.6 Fissuration d'origine thermique

L'évaluation de la vitesse de croissance des fissures dans les conditions de fatigue thermique et les prédictions des durées de vie sont très importantes pour déterminer les périodes d'investigations et les programmes de maintenance. Traditionnellement, la fissure est divisée en trois phases : amorçage, croissance et propagation et finalement la rupture.

III.6.1 Amorçage

L'amorçage est défini comme l'apparition d'au moins une fissure détectable à la loupe binoculaire, c'est-à-dire, d'une longueur en surface de 100 à 150 μm . Le réseau est dit « constitué » quand il n'apparaît plus de nouvelle fissure en surface [32]. La distinction entre la phase d'amorçage et la phase de propagation est légèrement ambiguë, mais avec le développement de meilleures méthodes pour la détection des fissures, les fissures petites sont devenues détectables et la période d'amorçage a raccourci.

L'amorçage typique des fissures prend place dans les hétérogénéités du matériau. Cela peut être par exemple : les bandes de glissement causées par les sollicitations cycliques, les irrégularités superficielles, les joints de grains ou les inclusions.

Il existe deux mécanismes d'amorçage de fissure en fatigue thermique, l'amorçage sous contrainte thermique cyclique, semblable à l'amorçage sous contrainte mécanique cyclique, et l'amorçage par la fragmentation cellulaire de la couche d'oxyde. Ce dernier est basé sur la dégradation physico-chimique des matériaux [37].

III.6.1.1 Amorçage sous contrainte thermique cyclique

Lorsque la surface d'une pièce métallique est sollicitée par des échauffements et des refroidissements, les contraintes thermiques changent de signe pour chaque cycle et de même pour leurs composantes tangentielles. Ces composantes tangentielles exercées sur les plans proches de la surface vont causer des déformations d'expansion et de contraction alternées de ces plans. Dans certains grains et après un certains nombres de cycles, des bandes de glissement se manifestent comme des irrégularités (intrusions et extrusions) sur la surface sollicitée. La figure III.2, indique le mécanisme principal de formation des irrégularités superficielles.

Par ailleurs, les extrusions finissent par être écrasées et ne se développent plus. Quant aux intrusions, elles peuvent être, considérées comme des microfissures. Elles représentent des sites préférentiels, d'une part pour l'action du milieu corrosif, et d'autre part pour la concentration des contraintes.

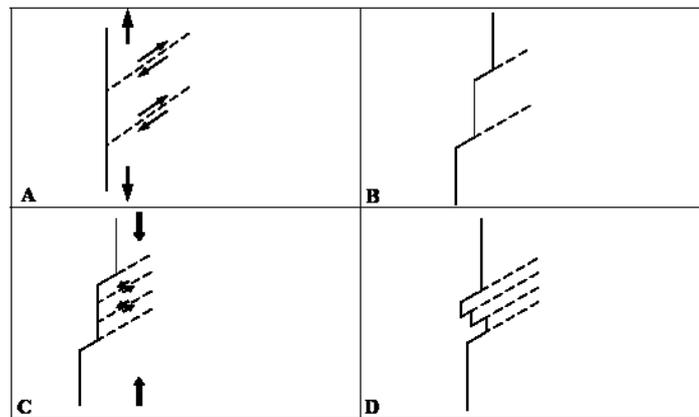


Figure III.2 : Mécanisme d'amorçage des fissures sous contrainte thermique cyclique [37].

III.6.1.2 Amorçage par la fragmentation cellulaire de la couche d'oxyde

Ce mécanisme est essentiellement basé sur la différence entre les propriétés physiques de la couche d'oxyde et le matériau sous-jacent, notamment le coefficient de dilatation thermique. La couche d'oxyde se fissure alors sous l'effet des contraintes thermiques et favorise par corrosion locale l'initiation de la fissure de fatigue thermique dans le métal lui-même. En plus, la densité des fissures et leur amorçage dépendent de la sensibilité relative à l'oxydation. Dans beaucoup d'applications à haute température, l'oxydation est de première importance. Le matériau est ainsi particulièrement susceptible à l'oxydation surtout si le métal est exposé à haute température pendant une longue période. Généralement, l'oxydation tendra à se localiser préférentiellement aux joints de grains, aux joints de macles et dans les bandes de glissement. Les résultats expérimentaux ont montré que les fissures se sont initiées rapidement à causes des formations d'oxydes et parce que la plupart des fissures de fatigue sont remplies d'oxydes [39].

III.6.2 Propagation

Les premières fissures apparues commencent à se propager, tandis que de nouvelles apparaissent. Puis, le réseau commence à se former par coalescence des fissures existantes. Il y a alors formation de cellules à l'intérieur desquelles l'apparition de nouvelles fissures n'est plus possible. Enfin, dans une dernière phase, le réseau ne semble plus évoluer de façon significative en surface, il est complètement constitué, et les fissures périphériques se propagent plus en surface.

Le réseau constitué continue cependant à se propager, mais uniquement en profondeur, et non plus en surface. Cette propagation en profondeur se traduit par l'ouverture de plus en plus grande des fissures principales du réseau, signe d'un état biaxial de contraintes de traction [32]. La croissance des fissures dépend du matériau, de l'environnement et de la sollicitation.

Le mode de propagation peut-être intergranulaire ou transgranulaire. Dans l'un ou l'autre, les fissures d'origine thermique privilégient la propagation à travers les phases durcissantes qui s'agglomèrent aux joints de grains, d'où la prépondérance de l'aspect intergranulaire [37].

III.6.3 Faciès caractéristique de fissuration thermique

Le réseau de faïençage en surface est le faciès caractéristique de l'endommagement par fatigue thermique des composants sollicités (figure III.3). La densité des fissures dépend de la nature du matériau et du cyclage thermique.

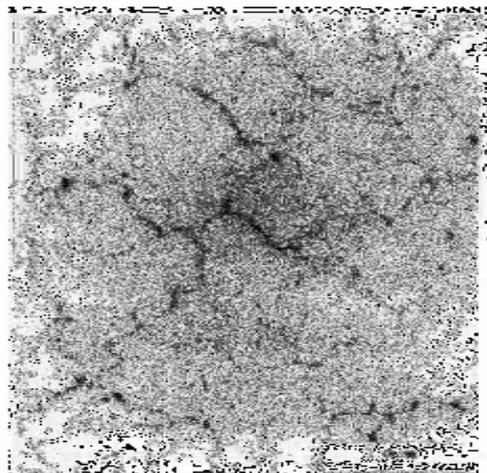


Figure III.3 : Réseau de faïençage thermique obtenu sur le dispositif SPLASH, acier 316 LN, $T_{max} = 550^{\circ}\text{C}$, $\Delta T = 250^{\circ}\text{C}$, $N = 10^5$ cycles [40].

Les fissures qui apparaissent les plus ouvertes en surface par examen à la loupe binoculaire sont bien les plus profondes [32].

III.7 Facteurs de la fatigue thermique

On peut classer les facteurs de la fatigue thermique en deux types. Le premier type comprend les conditions de travail des pièces (nature du cyclage thermique et l'environnement).

Le deuxième type comprend les facteurs propres au matériau tels que les caractéristiques physiques, métallurgiques, mécaniques et géométriques.

III.7.1 Nature du cyclage thermique

Les paramètres d'un cyclage thermique sont :

- La température maximale : T_{max}
- La température minimale : T_{min}
- La température moyenne : $T_{moy} = (T_{max} + T_{min})/2$
- Le différentiel thermique : $\Delta T = T_{max} - T_{min}$
- La vitesse de variation de la température
- Le temps de maintien

Les paramètres ΔT et T_{moy} sont les facteurs principaux à prendre en considération dans les études de fatigue thermique. Le premier indique la sévérité du cyclage et le second indique le niveau auquel le cyclage est stationnaire.

L'augmentation du différentiel thermique va engendrer une augmentation des contraintes thermiques et l'augmentation de la température moyenne aura pour conséquence directe l'abaissement des caractéristiques mécaniques du matériau. Ceci provoque un endommagement rapide du matériau et réduit sa durée de vie [37]. Pour des variations de température élevées, les gradients thermiques résultant sont importants et de même pour les contraintes. Cela va accélérer la dégradation du matériau.

Sur des éprouvettes maintenues longtemps à haute température, les effets du fluage, ainsi que des effets métallurgiques dépendant du temps se font sentir. Des expériences menées sur l'acier inoxydable de type 347 montrent que le nombre de cycles à rupture diminuait quand le temps de maintien à haute température augmentait. Toutefois, il y a dispersion considérable dans les résultats et l'interprétation est difficile parce que plusieurs facteurs sont affectés par l'augmentation des temps de maintien. En particulier, les temps de maintien très lents, qui reflètent beaucoup la réalité de travail des pièces et, donc, des effets métallurgiques que cela entraîne [34].

III.7.2 Facteur d'environnements

La croissance des fissures par fatigue tend à accélérer dans les environnements agressifs. Aux tests de fatigue conduit dans l'air, on a constaté des vitesses élevées de croissance des fissures que les tests dans le vide. Selon le milieu on peut avoir de la fatigue-corrosion ou bien de la fatigue corrosion sous contrainte [36].

III.7.3 Facteurs thermiques

Les grandeurs thermiques sont d'une grande importance pour le choix des matériaux confrontés aux problèmes de la fatigue thermique, parmi ces grandeurs, on peut citer [37] :

- **La conductivité thermique K** : à un accroissement de la conductivité thermique, correspond alors une diminution des gradients thermiques générés et donc des contraintes induites aussi.

- **Le coefficient de dilatation thermique α** : ce paramètre est important puisque les contraintes thermiques lui sont proportionnelles. Un coefficient de dilatation élevé, engendre la réduction de la durée de vie du matériau, car plus la dilatation est importante et plus la résistance est réduite.

III.7.4 Facteurs géométriques

Les grandes dimensions d'une pièce provoquent des localisations thermiques considérables et des gradients thermiques importants entre la couche superficielle et les couches plus profondes, et la présence d'entailles, d'angles vifs ou de fissure engendrent la concentration de contraintes thermiques. Comme conséquence on aura une diminution de l'endurance du matériau.

III.7.5 Facteurs métallurgiques

La structure métallurgique est d'une grande importance pour la tenue à la fatigue, car elle présente des sites préférentiels pour l'amorçage et la croissance des fissures. L'existence de ces sites est due à la grande fragilité des particules de seconde phase et à la création localement des niveaux de contraintes élevés [34]. Ces sites dépendent de la nature des phases, de leurs proportions et de leurs distributions.

L'influence des joints de grains comme sites préférentiels d'oxydations n'est pas négligeable aussi. Ceci a pour conséquence, la création d'entailles d'oxydes conduisant à des concentrations de contraintes qui favorisent par la suite l'amorçage des fissures.

III.7.6 Facteurs mécaniques

La résistance à la fatigue thermique augmente si on arrive à réduire l'amplitude de la déformation plastique induite au cours du cyclage thermique. Ceci s'obtient par un choix d'un matériau ayant une limite d'écoulement élevée à toutes températures du cyclage thermique. Pour les grandes valeurs de déformations thermiques, le comportement d'un matériau est dominé par la ductilité à la température de service, tandis que pour les faibles déformations, la résistance mécanique se montre plus importante. Ainsi, la résistance à la fatigue thermique est améliorée si la ductilité peut être augmentée sans diminuer la résistance. La nature antagoniste de ces deux comportements incite donc à un compromis pour une bonne tenue à la fatigue [34].

Procédures expérimentales

IV.1 Matériau de l'étude

Afin d'étudier le comportement en corrosion des aciers inoxydables duplex et austénitiques soudés, on a reçu des échantillons de l'acier de désignation ASTM A 790 UNS S 31803 selon la norme ASTM et dont le nom commercial est SAF 2205, qui ont été l'objet d'étude de la fatigue thermique faite par Mr LOUCIF Abd-elhalim pour sa thèse de magister.

Le produit de base est un tube d'un diamètre de 8 pouces (17.92 cm) et d'une épaisseur de 9.7 mm, fourni par l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (ENGTP) de Réghaia. Cet acier est très utilisé dans la fabrication des pipelines, des échangeurs thermiques et des réservoirs de navires.

Pour l'acier austénitique on a eu le 304L. Cet acier a été étudié par M^e LAZAZI Khawla lors de son projet de fin d'étude.

Le produit de base est un tube sans soudure d'un diamètre de 50.08 mm (2 pouces) et d'une épaisseur de 4mm. Le matériau de départ pour les tubes sans soudure est constitué par des lingots ou bien par des barres rondes laminées ou forgées. A partir de ces ébauches, les tubes sans soudure, extrudés sont repris en fabrication après un contrôle soigné par mandrinage à froid et étirage à froid pour obtenir ainsi des tubes sans soudure écrouis. De ce fait, entre différentes passes de formage à froid un traitement thermique s'avère nécessaire pour amener l'état écroui à un état adouci apte à la déformation ultérieure. Pour garantir les propriétés mécaniques, technologiques et de résistance à la corrosion, les tubes sans soudure en acier inoxydable sont normalement livrés à l'état recuit décalaminé.

IV.2. L'acier inoxydable austéno-ferritique

IV.2.1 Analyse chimique

Des analyses chimiques ont été effectuées au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND), par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X. Cette analyse a été effectuée sur un échantillon prélevé par découpage, et ayant subi un usinage au moyen d'une fraiseuse afin d'obtenir une surface plane de dimensions 40x40mm². Le pourcentage du carbone a été déterminé par la méthode de fusion avec un analyseur de carbone de marque Leco. Le tableau IV.1 résume la composition obtenue.

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

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

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

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

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

Cette partie est faite par Mr LOUCIF Abd-elhalim lors de son projet de magister

IV.2.2 Structure de l'acier étudié

La microstructure de l'acier étudié observé par microscopie optique, présente une microstructure austéno-ferritique dite en bande, expliquée par la déformation plastique subie pendant le laminage à froid. La ferrite apparaît en gris foncé tandis que l'austénite apparaît en gris clair. Cette microstructure correspond à celle attendue (figure IV.1).

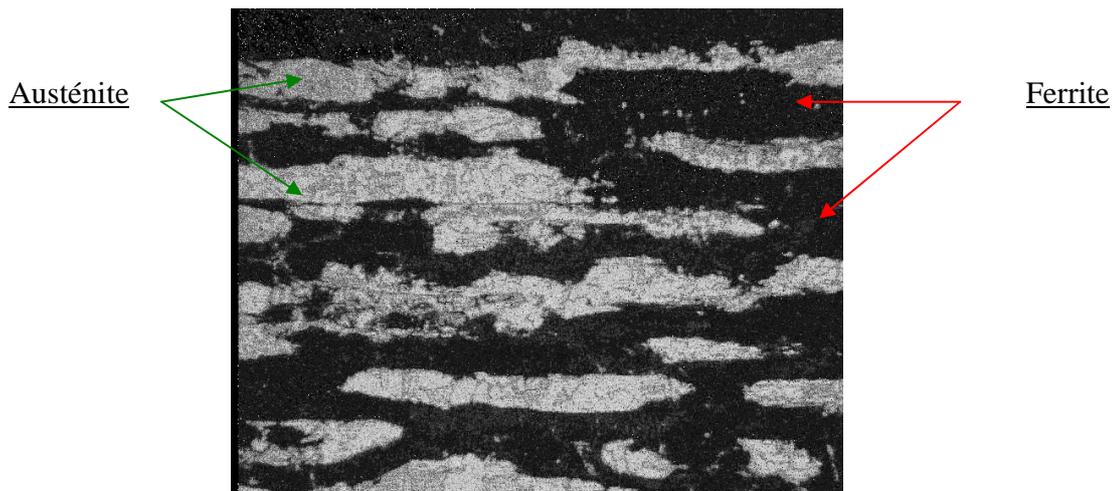


Figure IV.1: Micrographie optique du métal de base. G x 200

IV.2.3 Taux de ferrite

La mesure du taux de ferrite de notre acier (sans soudure) a donné une valeur de 50.32%. Cette valeur confirme le taux de ferrite de notre acier qui vaut 50%.

IV.3 L'acier inoxydable austénitique

IV.3.1 Analyse chimique

Nous avons découpé un échantillon d'un tube en acier 304L (diamètre D = 50.8 mm et épaisseur 4 mm), et il a subi des analyses de la composition chimique. Ces analyses ont été faites au laboratoire de BCL Béni-merad par la méthode de spectrométrie de fluorescence des RX. Pour le dosage du carbone, des analyses complémentaires ont été faites au laboratoire de la SNVI de Rouiba ; par la méthode de fusion avec catalyseur (Cu). Cette analyse a donné le résultat suivant (Tableau IV.3) :

Tableau IV.3 –Composition chimique du métal de base.

Eléments chimiques	C	Mn	Si	Cr	Ni	Cu	V	Mo	P	S
Pourcentage massique	0.034	1.61	0.44	18.30	11.4	0.08	0.10	0.03	0.023	0.07

Les résultats du tableau ci-dessus ont confirmé ceux de la norme ASTM (Tableau IV.3).

Tableau IV.4 –Composition chimique selon la norme ASTM.

Eléments chimiques	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
Pourcentages massiques	0.03	2.0	0.04	0.03	1.0	9.0-11.0	17.0-18.0	-

Cette partie est faite par M^e Khawla LAZAZI lors de son projet de fin d'étude.

IV.2.2 Structure de l'acier étudié

L'observation du métal de base montre une structure austénitique (austénite de forme polygonale). Nous avons remarqué des défauts distribués à travers la structure et orientés différemment. Ces derniers se présentent sous forme de macles qui sont des défauts accompagnant le processus d'élaboration de ces aciers.

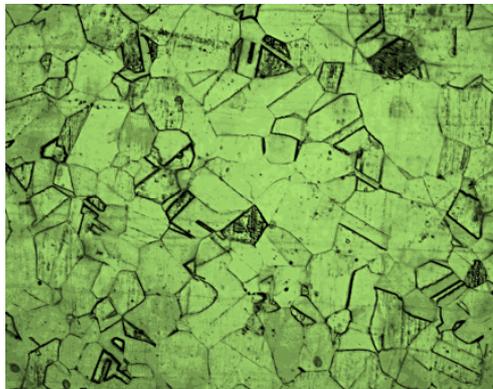


Figure IV.2 –Structure du métal de base G × 200

IV.4 Caractérisation métallographique

L'examen métallographique permet de révéler la microstructure de l'échantillon examiné et les phases présentes. Notre étude micrographique a été réalisée sur les éprouvettes de résilience qui ont subi les essais de cyclage thermique.

IV.4.1 Polissage

On a procédé à un polissage des échantillons avec du papier abrasif de granulométrie croissante 400, 600, 1000 et 1200 sous lubrification d'eau, suivie d'une finition au feutre avec de l'alumine.

IV.4.2 Attaque métallographique

Les surfaces à observer ont été attaquées pour pouvoir distinguer les joints de grains et les phases présentes. L'attaque utilisée est l'attaque électrolytique à l'acide oxalique, cette attaque permet de révéler les joints de grains austénitiques et ferritiques, la phase σ et les carbures [04].

L'appareillage se compose d'un bûcher contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable et une source de courant continu (figure IV.3).

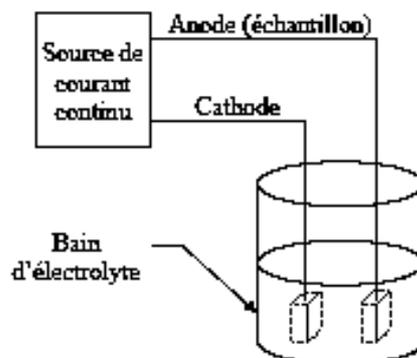


Figure IV.3 : Dispositif de l'attaque électrolytique.

Les paramètres de l'attaque électrolytique sont :

- Acide oxalique 10% dans l'eau distillé.
- Tension = 12 v.
- Temps d'attaque 10 à 30 secondes.

IV .5 Techniques d'analyse et d'observation de la surface

La connaissance de la structure métallurgique des matériaux étudiés est un point essentiel pour la compréhension des phénomènes intervenant en corrosion. Les techniques d'observation utilisées pour cette étude sont la microscopie optique .

Examens au Microscope Optique

La microscopie optique (MO) est utilisée afin, d'une part, de déterminer la structure et la texture granulaire des surfaces étudiées, et d'autre part, caractériser l'état de dégradation des échantillons après les tests d'émersions à longue durée. Le microscope optique utilisé dans cette étude est un microscope « Leitz » de type MM6 relié, d'un coté, à un moniteur qui permet d'observer l'image directement sur l'écran et, d'un autre, à un micro-ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition d'images qui permet de capturer l'image dans les meilleures conditions.



Figure IV.4 : Microscope optique MM6

IV.6 Préparation des échantillons pour l'attaque électrochimique

Afin d'obtenir des résultats fiables et reproductibles, l'électrode de travail subit, avant chaque essai, un prétraitement, qui consiste en un dégraissage dans une solution contenant des tensioactifs, un décapage/polissage de la surface de l'électrode au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine (SiC #600, #1000 et #1200), suivi d'un rinçage à l'eau distillée. L'échantillon est par la suite séché puis recouvert d'une couche de vernis isolant limitant ainsi la surface de travail concernée par l'étude. L'échantillon est alors connecté au potentiostat – galvanostat puis immergé rapidement dans l'électrolyte.

Aucune activation électrochimique particulière de la surface des électrodes n'a été réalisée (une bonne reproductibilité des expériences avec le traitement mécanique a, en effet, été observée).

IV.7 Dispositif expérimental

Les essais électrochimiques ont été menés par le biais d'un potentiostat – galvanostat de type Amel 5000. Ces essais ont été réalisés dans une cellule cylindrique en pyrex de volume 250 ml. Elle est munie d'une double enveloppe permettant la régulation, si nécessaire, de la température, par l'intermédiaire d'un bain thermostaté. La cellule contient quatre entrées dont une est destinée à assurer le dégazage et les trois restantes à adapter :

- une électrode de référence au calomel saturée (ECS),
 - une contre-électrode en platine,
 - une électrode de travail, constituée d'une plaque d'acier XC10, de cuivre ou des deux couplés.
- L'ensemble est piloté par un micro-ordinateur doté de deux logiciels d'acquisition et de traitement de données de type Corr-ware et Corr-View. Ce montage est représenté sur la figure IV.5.

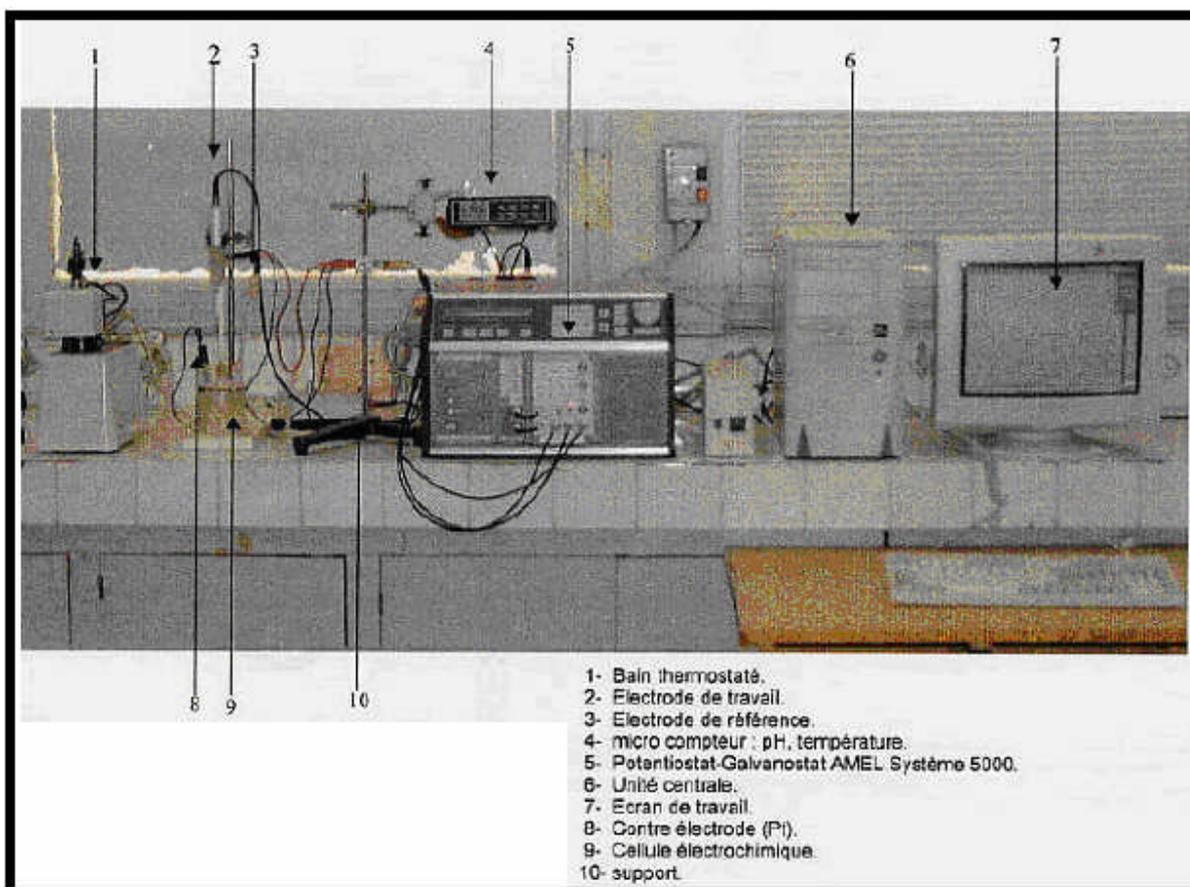


Figure IV.5 : Schéma du montage de travail

IV.8. Milieu d'étude

L'étude a été faite dans une solution de NaCl de 3%. Les différentes expériences ont été faites à la température ambiante.

La solution a été préparée comme suit : on a mesuré 30 g de NaCl et on a complété le volume jusqu'à 1000 cm³.

IV.9. Techniques électrochimiques

IV.9.1. Suivi du potentiel en circuit ouvert

Egalement désigné par potentiel d'abandon ou potentiel libre, il s'agit de la grandeur nécessaire à mesurer. Cette technique simple apporte des informations préliminaires sur la nature des processus en cours, à l'interface métal/électrolyte (corrosion, passivation ...)

Le suivi du potentiel d'abandon ou d'équilibre est effectué en fonction du temps d'immersion ($E=f(t)$) des échantillons dans les solutions d'étude pour une durée de deux heures. La valeur notée est celle qui correspond à l'équilibre. Avant de se stabiliser et d'atteindre une valeur fixe, le potentiel de corrosion d'un matériau plongé dans une solution subit en fonction du temps, différentes variations relatives aux phénomènes interfaciaux qui peuvent avoir lieu.

Ces variations peuvent être aussi dues à la formation de composés insolubles ou au dégagement de gaz. Les différentes variations possibles des courbes $E = f(t)$ sont données par la figure IV.5.

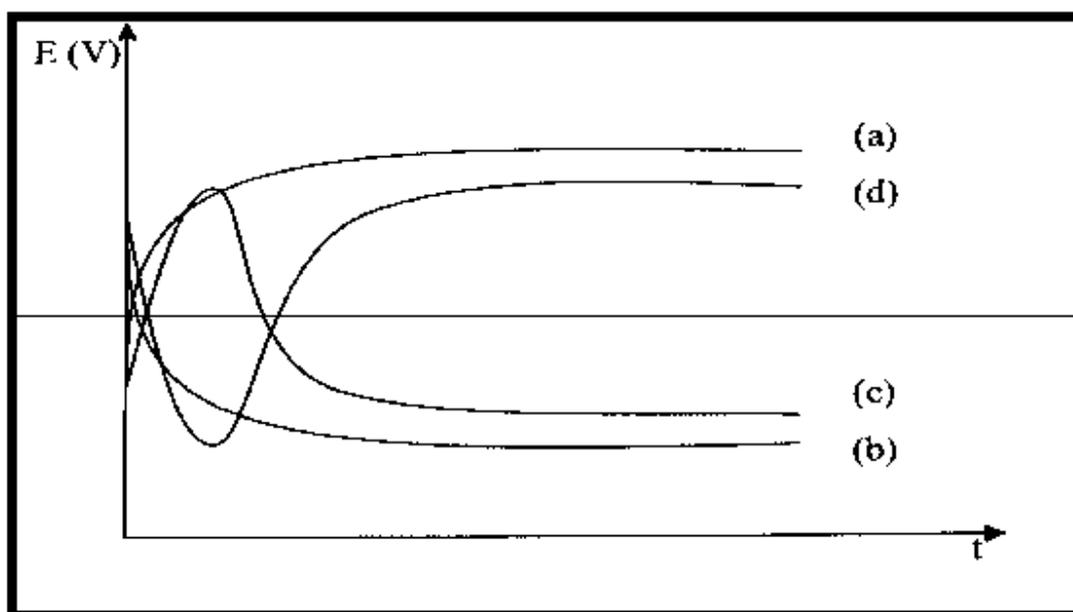


Figure IV.5 : Les variations possibles des courbes $E = f(t)$

La courbe (a) montrant l'augmentation du potentiel avec le temps, traduit la formation d'une couche de composés insolubles qui protège le métal, c'est une passivation. La courbe (b) relative à un potentiel décroissant, correspond à une attaque corrosive du métal. La courbe (c) indique une passivation instable suivie d'une attaque et la courbe (d) une attaque suivie d'une passivation.

IV.9.2. Détermination des courbes de polarisation $E=f(\log I)$

Les courbes potentiodynamiques ont été tracées entre -150 et $+500$ mV par rapport au potentiel d'équilibre avec une vitesse de balayage de 1.2 mV/s. La vitesse de balayage était prise faible pour permettre d'avoir une courbe globale de polarisation qui soit une succession d'états stationnaires. Les graphes obtenus permettent de déterminer les potentiels ainsi que les densités de courant de corrosion et par la suite d'accéder aux vitesses de corrosion. Ces courbes traduisent le comportement électrochimique des matériaux vis-à-vis de leurs milieux et mettent en évidence les réactions d'attaque et de passivation ayant lieu sur la surface des matériaux.

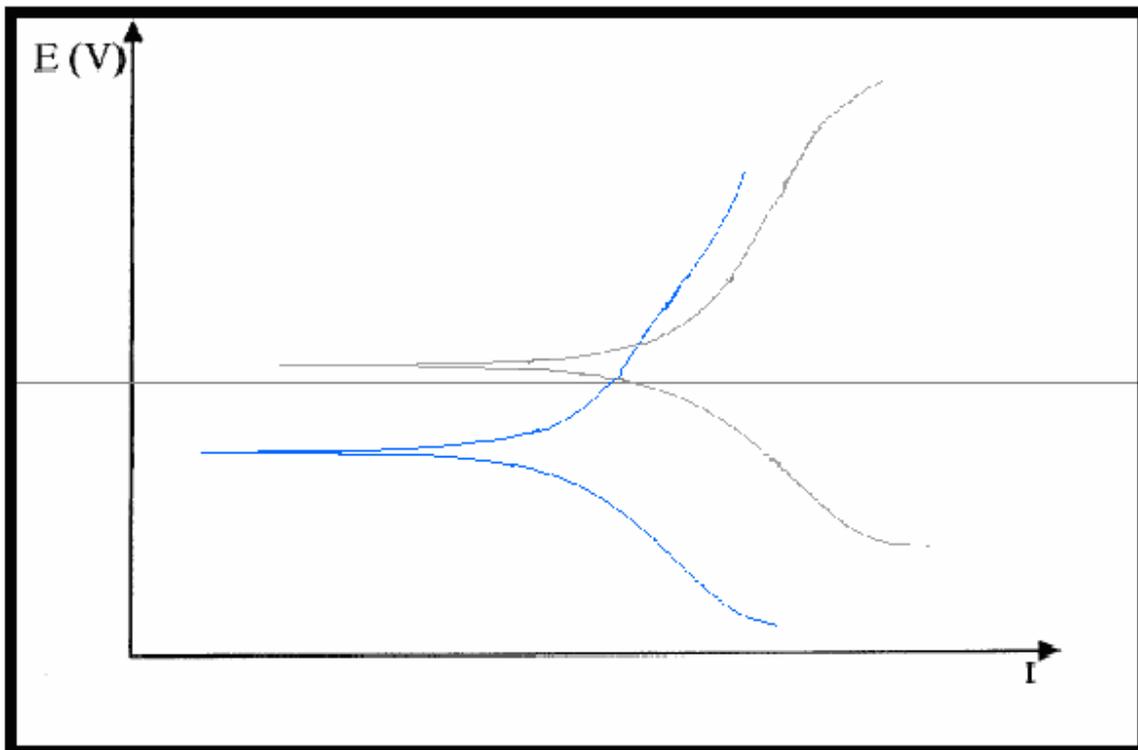


Figure IV.6 : courbes de polarisations $E = f(\log(i))$

Résultats et interprétations

V.1 Introduction

L'objectif de notre travail est d'étudier la résistance de corrosion des soudures d'un acier inoxydable duplex de nuance UNS S 31803 et austénitique de nuance 304 L en conditions de fatigue thermique. Dans cet optique nous nous sommes intéressés aux aspects suivants:

- Observation microscopique.
- Les courbes de polarisations.
- Détermination de E_{corr} et I_{corr} .

V.2 Observation microscopique

Afin d'étudier les évolutions de la morphologie et de la précipitation dans les deux aciers inoxydables soudés au cours du cyclage thermique, nous avons réalisé des observations micrographiques au microscope optique pour les échantillons cyclés.

V.2.1 Observation microscopique de l'acier duplex

V.2.1.1 Observation du métal non traité

1) Métal de base

Après soudage le métal de base conserve sa structure initiale (figure V.1), qui est une structure biphasée, les deux phases austénitique et ferritique se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage.

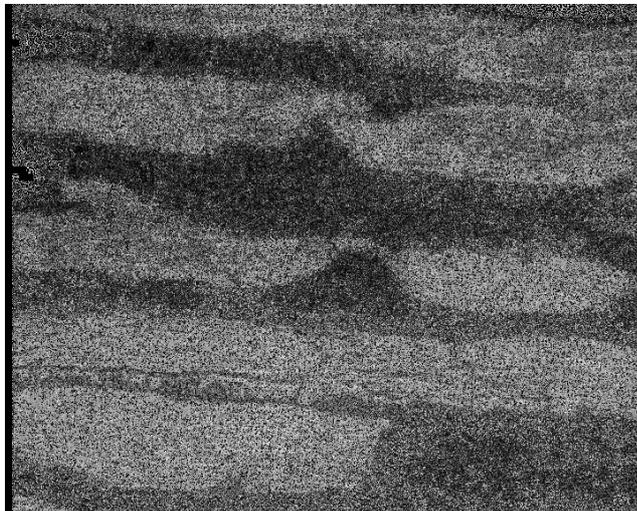


Figure V.1 : Micrographie optique du métal de base G x 200.

2) La zone affectée thermiquement

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

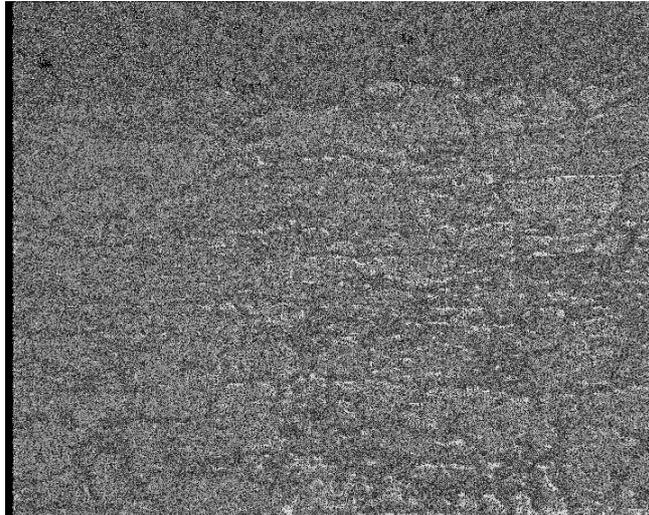


Figure V.3: Micrographie optique de la zone affectée thermiquement. G x 200

3) La zone fondue

D'après la figure V.4, la zone fondue a une structure biphasée aciculaire de type Widmanstätten. L'austénite se trouve dans les zones interdendritiques de la ferrite. Les dendrites se présentent en plusieurs directions avec des tailles différentes. La figure V.5 montre une micrographie optique avec un grossissement élevé de cette zone.

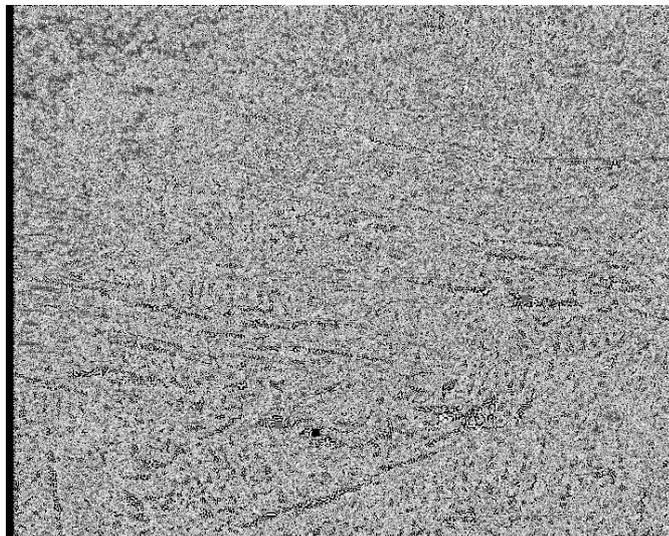


Figure V.4: Micrographie optique de la zone fondue G x 200.

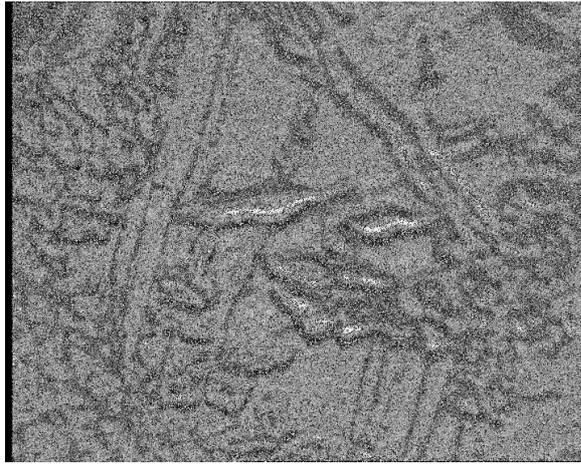


Figure V.5: Micrographie optique de la zone fondue G x 1500.

V.2.1.2 Observation après cyclage

1) Métal de base

Nous n'avons pas constaté de formation de précipités et la morphologie de bande est conservée dans le métal de base au cours du cyclage thermique. La seule constatation est le noircissement des joints de grains entre la ferrite et l'austénite à 3000 cycles. Ce noircissement traduit une oxydation.

Les figures V.6 , V7 et V.8 présentent la structure du métal de base pour les cycles 1000, 2500 et 3000 respectivement.

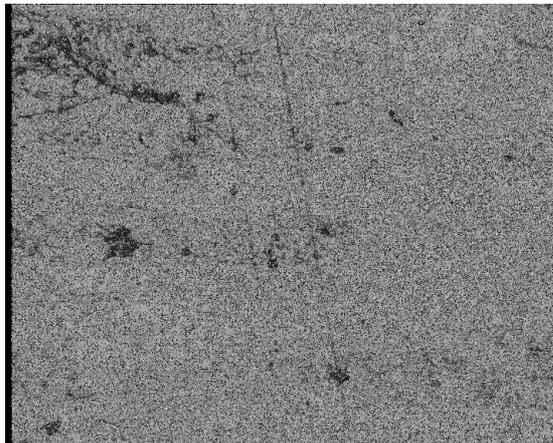


Figure V.6: Micrographie optique du métal de base pour 1000 cycles. G x 200

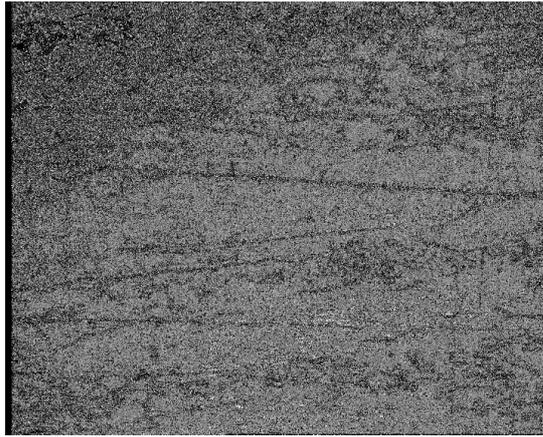


Figure V.7: Micrographie optique du métal de base pour 2500 cycles. G x 200

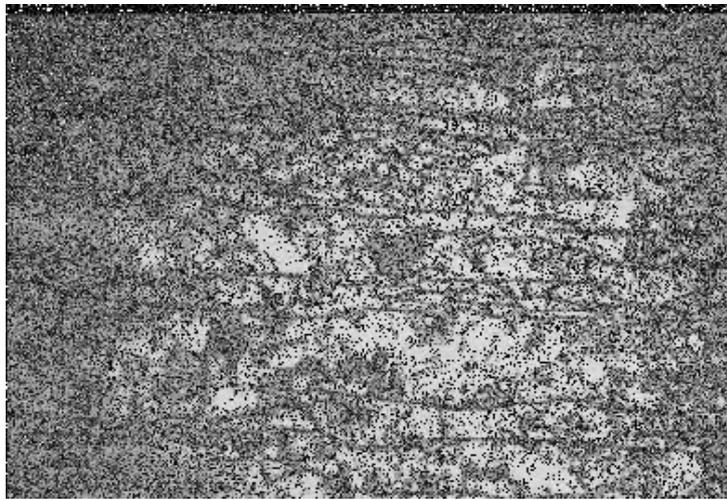


Figure V.8: Micrographie optique du métal de base pour 3000 cycles. G x 200

2) La zone affectée thermiquement

Par l'examen des micrographies optiques des figures V.9, V.10 et V.11 pour 1000, 2000 et 3000 cycles respectivement, et la micrographie électronique de la figure V.16 pour 2500 cycles nous n'avons pas observé de précipitations au cours du cyclage thermique, notons aussi que la morphologie de cette zone n'a changé aussi. Mais de l'oxydation dans les joints de grains a été observée au microscope optique à 3000 cycles.

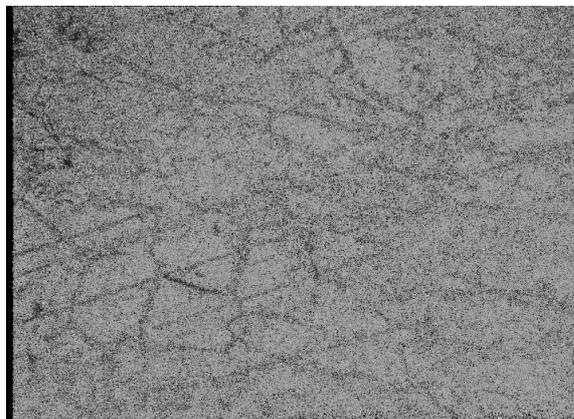


Figure V.9: Micrographie optique de la zone affectée thermiquement pour 1000 cycles. G x 200

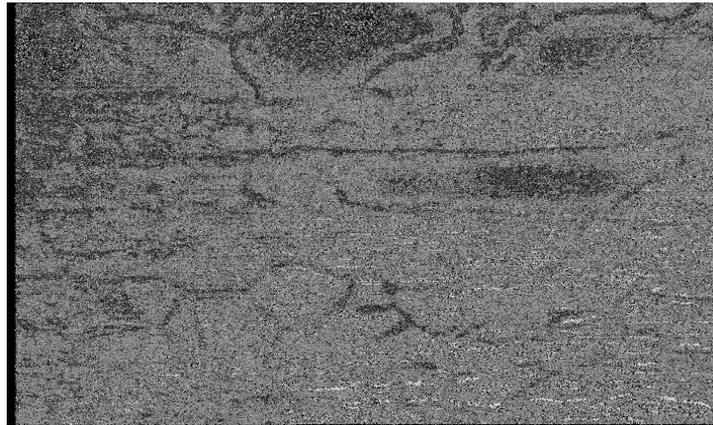


Figure V.10 : Micrographie optique de la zone affectée thermiquement pour 2000 cycles.
G x 200

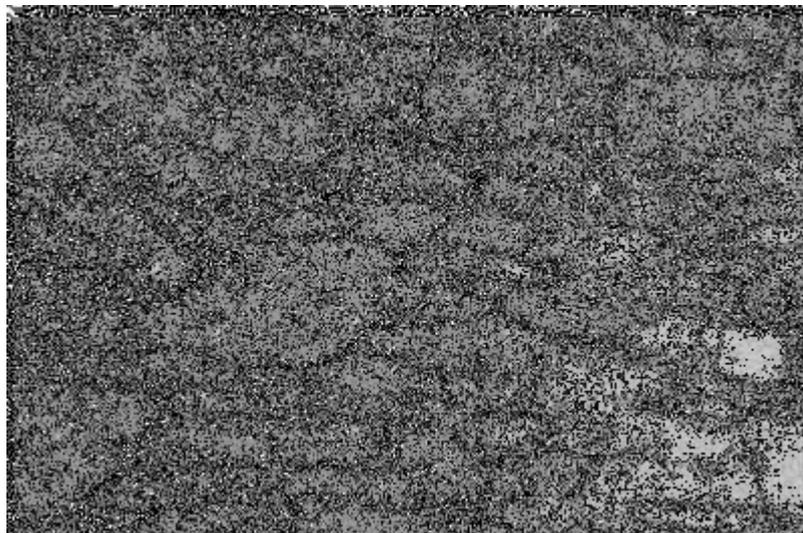


Figure V.11: Micrographie optique de la zone affectée thermiquement pour 3000 cycles.
G x 200

3) la zone fondue

Nous n'avons pas constaté de précipitations et pas de changement dans la morphologie de cette zone pendant le cyclage thermique. La zone fondue garde son caractère aciculaire durant les 3000 cycles. Les figures V.12, V.13 et V.14 présentent la structure de cette zone en microscopie optique pour 1000, 2000 et 3000 cycles respectivement et la figure V.15 pour 3000 cycles avec un grossissement de x 1500.

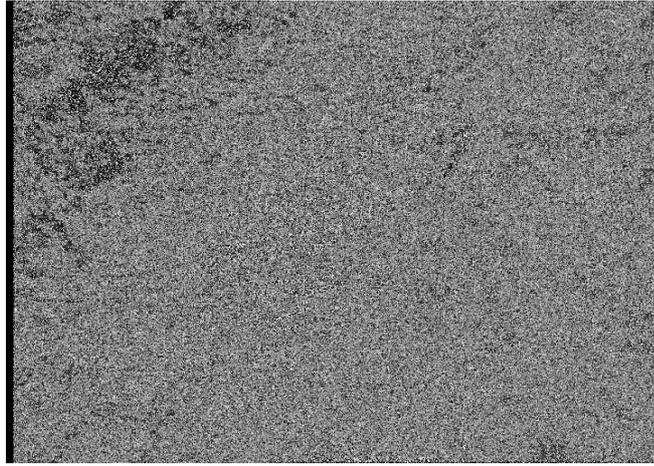


Figure V.12: Micrographie optique de la zone fondue pour 1000 cycles. G x 200

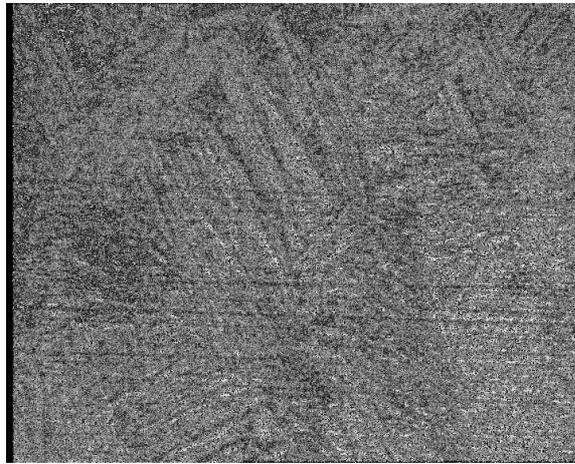


Figure V.13: Micrographie optique de la zone fondue pour 2000 cycles. G x 200

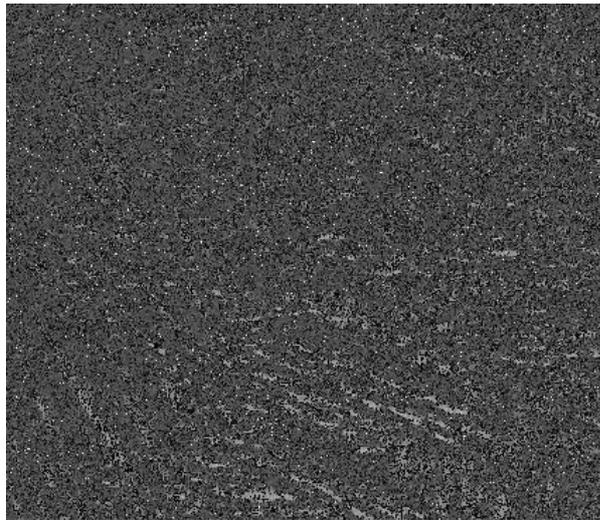


Figure V.14: Micrographie optique de la zone fondue pour 3000 cycles. G x 200

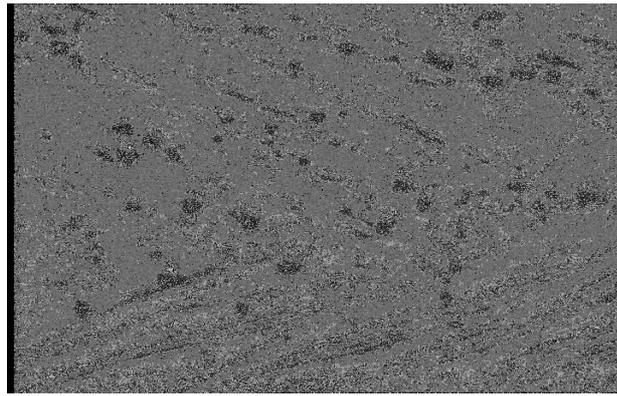


Figure V.15: Micrographie optique de la zone fondue pour 3000 cycles. G x 1500

V.3 Comportement électrochimique des soudures

V.3.1 Comportement des soudures duplex

Echantillon	0 cycles	100 cycles	1000 cycles	2500 cycles	3000 cycles
E corr. (V)	-0.046	-0.045	-0.075	-0.082	-0.102
I corr. (A/cm ²)	10 ⁻⁸	1.8 10 ⁻⁸	1.6 10 ⁻⁷	3.6 10 ⁻⁷	8.4 10 ⁻⁷
V corr.	5.81 10 ⁻¹⁴	9.32 10 ⁻¹⁴	8.29 10 ⁻¹³	1.86 10 ⁻¹²	4.53 10 ⁻¹²

Tableau V.1 : E corr. , des échantillons d'acier duplex.

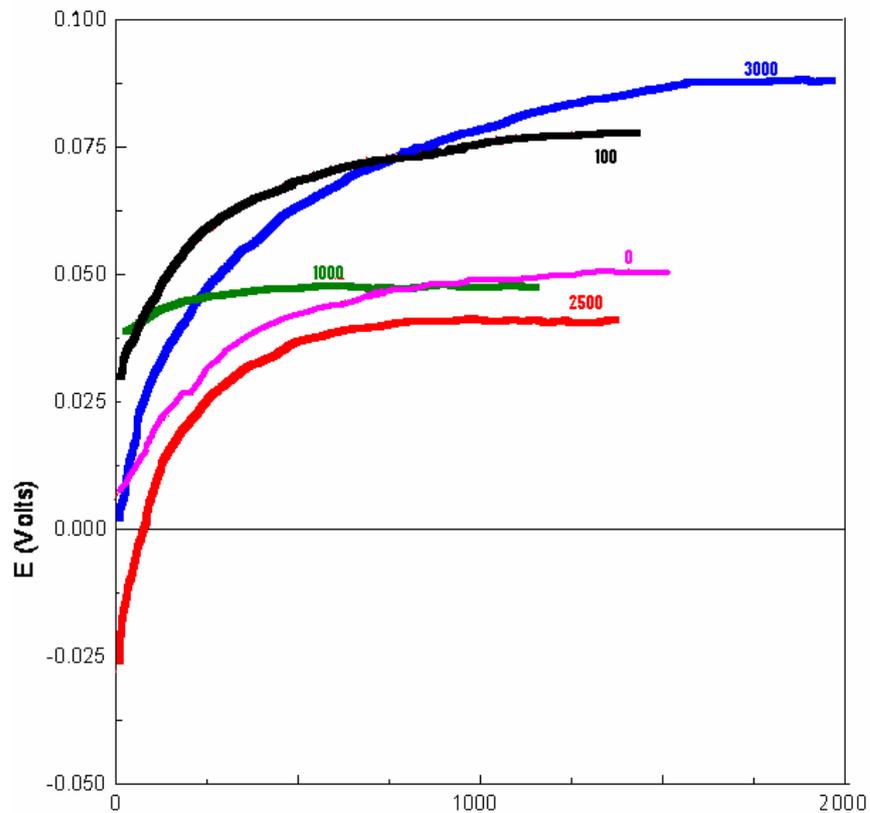


Figure V.1 Courbes E = F(t)

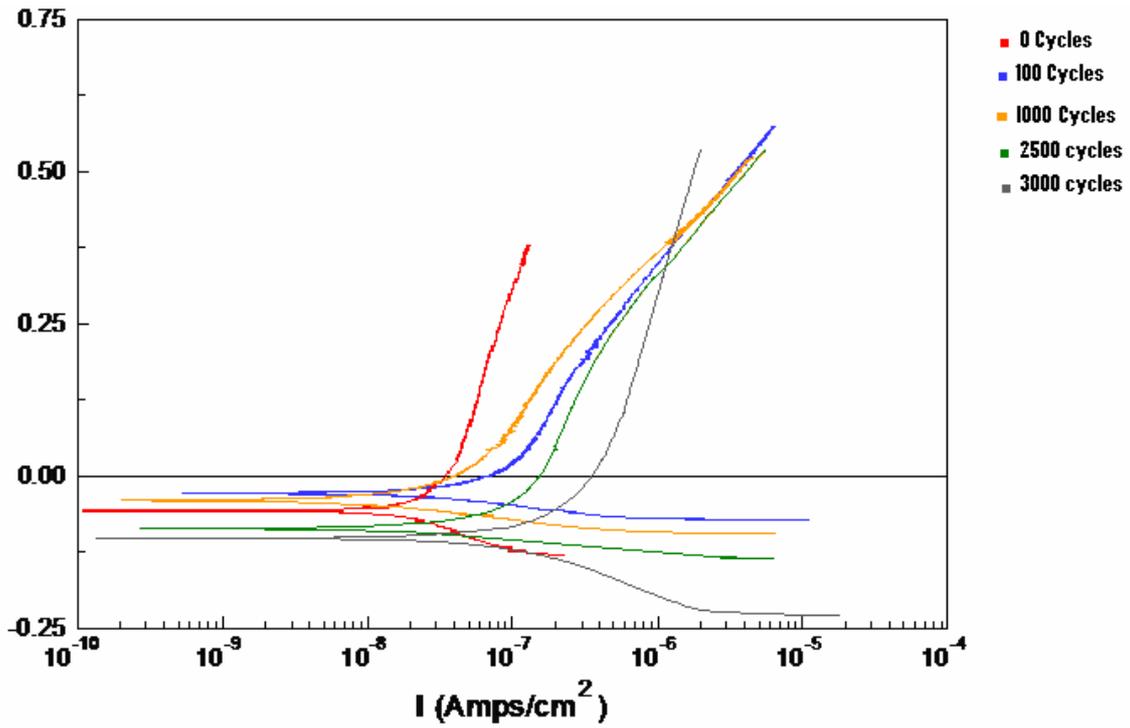


Figure V.2 : E en fonction de log i

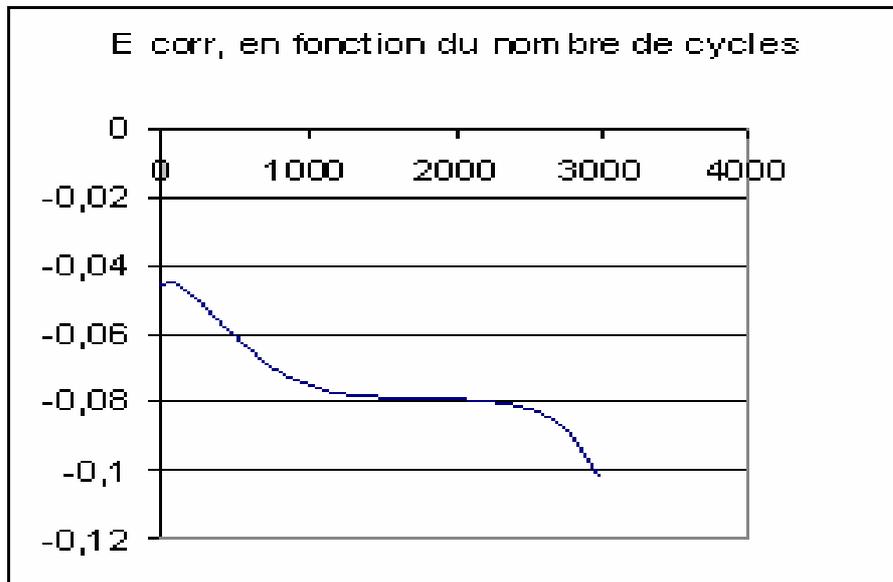


Figure V.3 E corr. en fonction du nombre des cycles

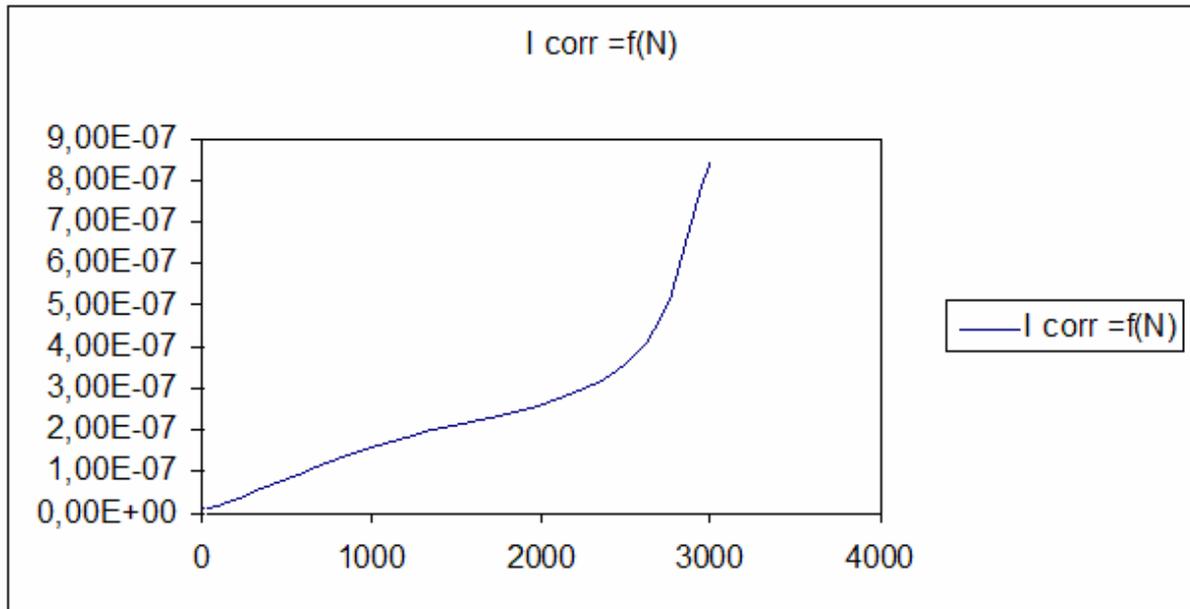


Figure V.4 I corr. en fonction du nombre des cycles

D'après le tableau V.1 et les figures V.3 et V.4 , on constate que :

- I corr. augmente faiblement de 10^{-8} à $8.4 \cdot 10^{-7}$ donc il existe une faible attaque sur le métal.
- Le nombre de cycles augmente le E corr. diminue de -0.046 à -0.102
- Plus le nombre de cycles est élevé l'attaque de corrosion est élevée.

Donc , on peut dire que , l'attaque de la soudure duplex par NaCl 3% est une attaque faible , ou la vitesse de corrosion augmente avec le nombre de cycles thermiques subit , c'est-à-dire , la vitesse de corrosion augmente avec l'état de fissuration de la soudure.

V.3.2 Comportement des soudures austénitiques

Le tableau V.2 nous présente E corr. pour les échantillons de l'acier austénitique

Echantillon	J1	H1	B1	C1	E1
E corr. (V)	-0.205	-0.229	-0.243	-0.265	-0.284
I corr. (A/cm ²)	2.574 10^{-7}	2.981 10^{-7}	1.16 10^{-6}	1.24 10^{-6}	1.36 10^{-6}
V corr.	1.333 10^{-12}	1.544 10^{-12}	6.010 10^{-12}	6.42 10^{-12}	7.04 10^{-12}

Tableau V.2 : E corr. des échantillons d'acier austénitique

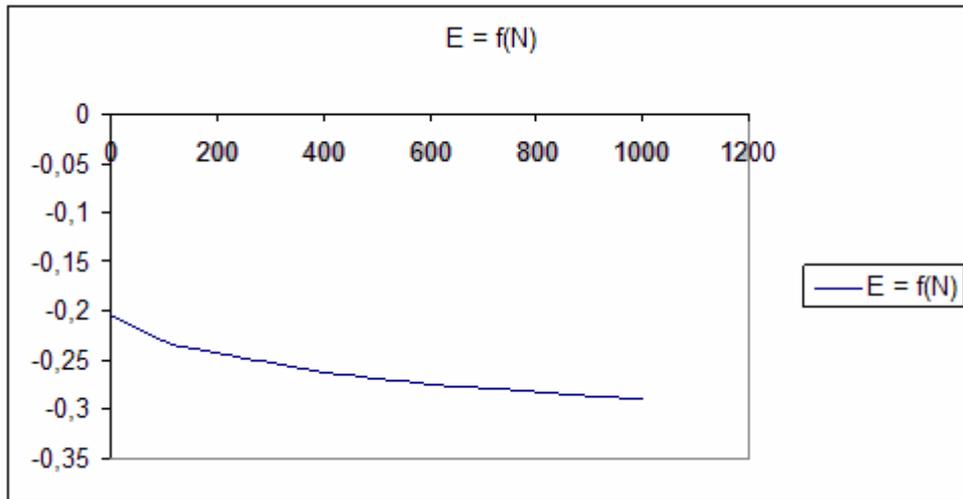


Figure V.5 E corr. en fonction de nombre des cycles.

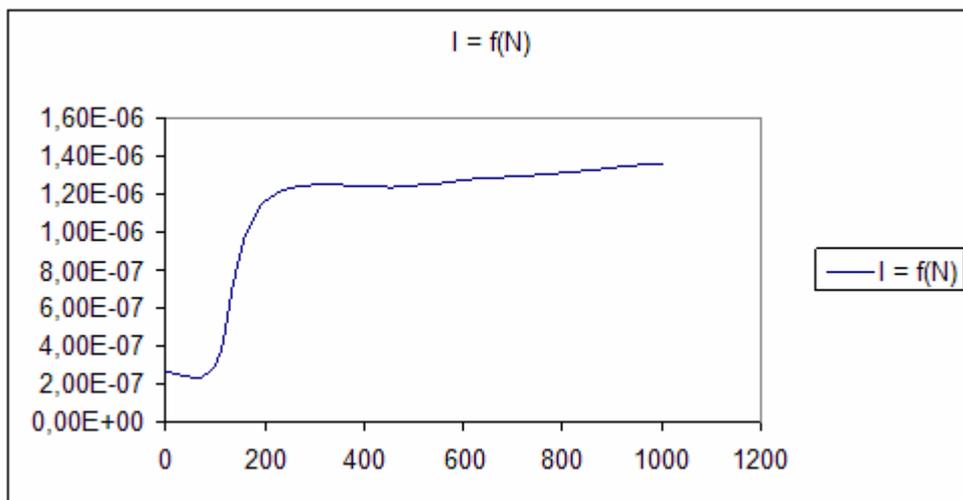


Figure V.6 E corr. en fonction de nombre des cycles.

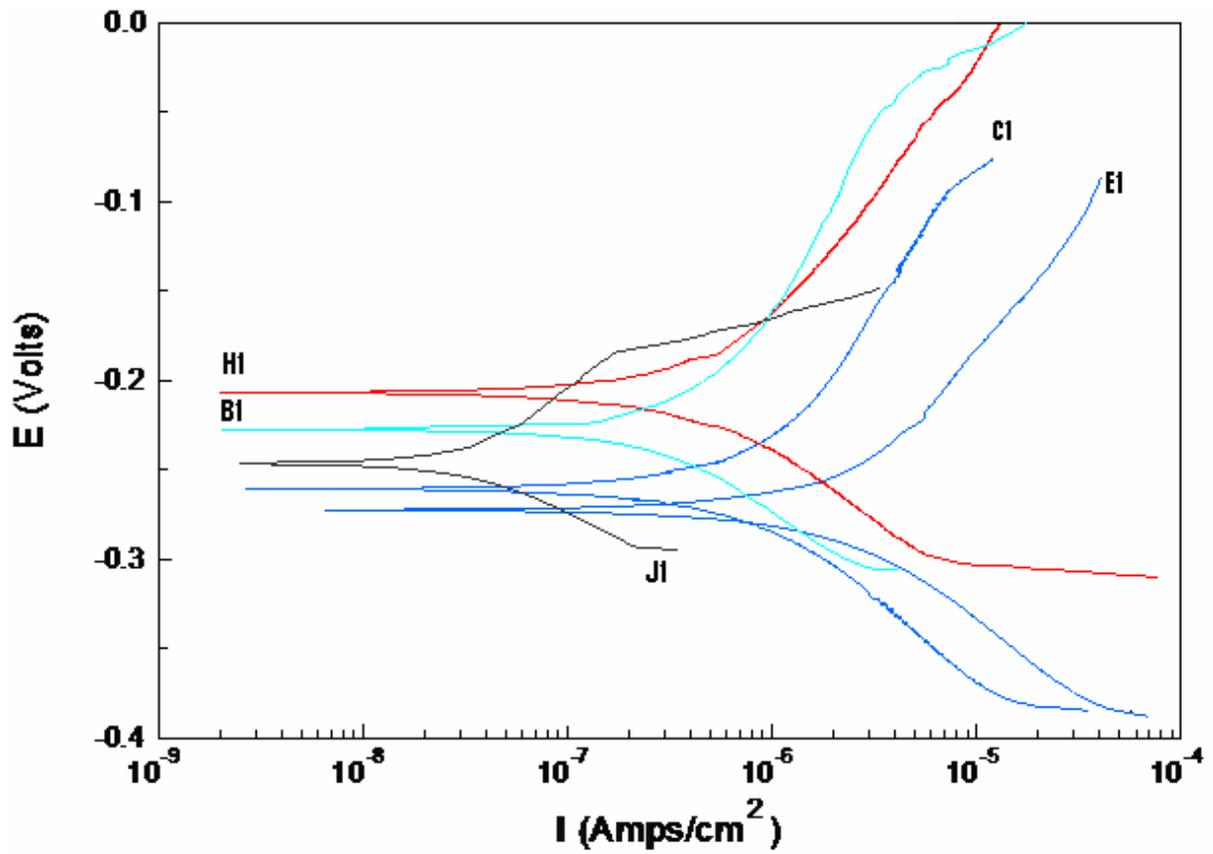


Figure V.7 courbes de polarisation des soudures austénitiques

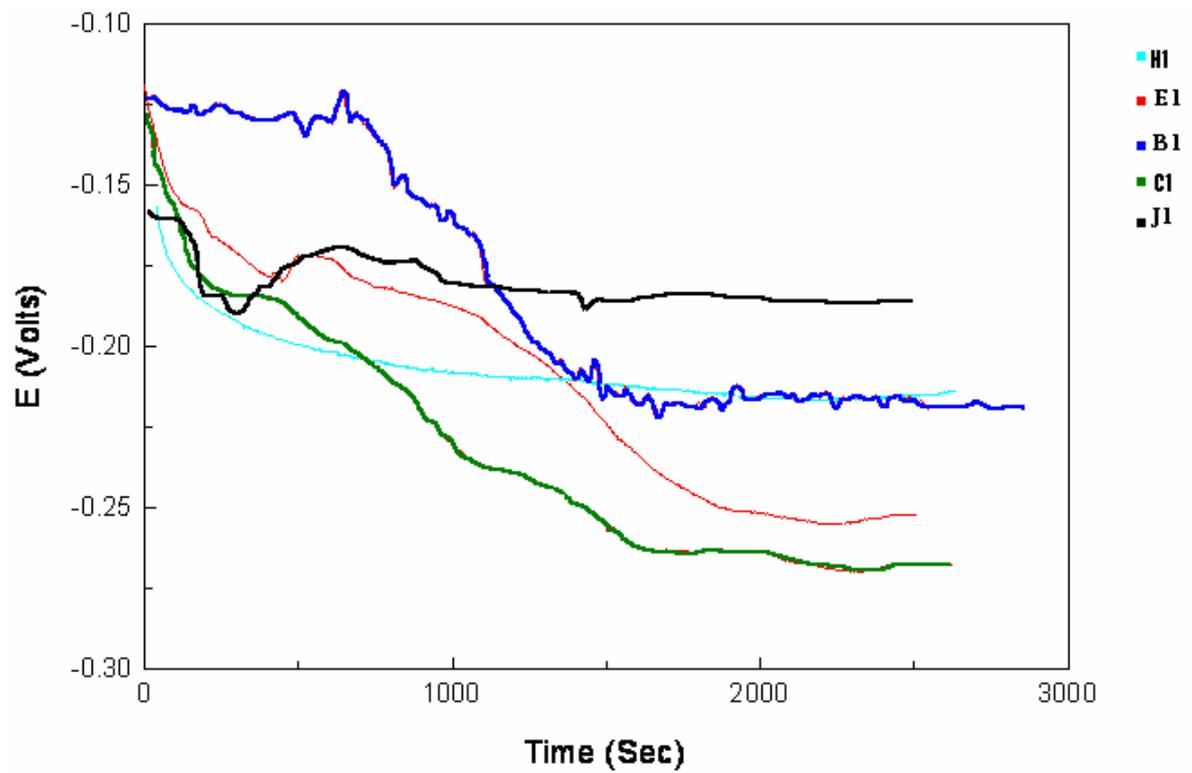


Figure V.8 courbes de potentiel en fonction du temps des soudures austénitiques

D'après le tableau V.2 et les figures V.5 et V.6, on peut conclure :

- E corr décroît avec le nombre de cycles subit par la soudure.
- I corr augmente avec le nombre de cycles.

D'où, on constate que la soudure a été attaquée par la corrosion, dans un milieu contenant 3% de NaCl, tel que, l'intensité de corrosion augmente avec le nombre de cycles thermiques subit. La vitesse de corrosion augmente avec le nombre de cycles thermiques, donc la corrosion augmente avec le taux de fissuration.

V.4 Conclusion

Des résultats obtenus, on arrive à dire que, les soudures duplex et austénitiques ont subi une attaque de corrosion, qui augmente avec le nombre de cycles thermiques effectués.

En comparant les résultats de la soudure duplex avec la soudure austénitique, on trouve que, la soudure duplex est plus résistante à la corrosion par rapport à la soudure austénitique.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objet de ce travail est d'étudier le comportement d'une soudure en acier inoxydable duplex et austénitique soumise à des conditions de fatigue thermique et de corrosion.

Vu la complexité des phénomènes de fatigue thermique et de corrosion, nous avons étudié dans une première approche le comportement de soudage en fatigue thermique, en suite en corrosion.

L'étude de la fatigue thermique est réalisée au laboratoire de département de métallurgie de l'école nationale polytechnique (ENP)

L'étude de la corrosion a été faite au laboratoire de l'électrochimie au niveau de l'école militaire polytechnique (EMP)

Les résultats obtenus montrent que :

- les soudures en acier inoxydable passent à un domaine de passivité dans un milieu de NaCl
- la corrosion augmente avec le nombre de cycles thermiques
- la corrosion est plus importante pour la soudure austénitique
- les vitesses de corrosion sont faibles.

Afin de mettre en évidence de façon rigoureuse le comportement des soudures nous proposons de continuer les travaux dans les domaines suivants :

- effet de nombre de cycles thermiques sur la vitesse de corrosion
- effet de la nature, de la concentration et de la température
- caractérisation micrographique de la corrosion

Références bibliographiques

- [01] **P.J.Cunat** Aciers inoxydables: Propriétés. Résistance à la corrosion, Techniques de l'ingénieur, M4541, Juin2000.
- [02] **P.J.Cunat** Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, Mars 2000
- [03] **P.Lefèvre, M.Poupard, L.Primot, Y.Vendeville, A.Vieu** Choix et mise en oeuvre des aciers inoxydables dans les industries agro-alimentaires et connexes, principes généraux (Vol 1), Publications CETIM, 1996.
- [04] **P.Lacombe, B.Baroux, G.Béranger** Les aciers inoxydables, Editions Physique, 1990.
- [05] **P.Gympel, N.Arlt** Les aciers inoxydables, Editeur Tec et Doc, Paris, 1990.
- [06] **A.Rabey** Les aciers spéciaux, SEMAS Paris-ed, 1978.
- [07] **V.Calonne** Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés: Influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 Juillet 2001.
- [08] **H.Uhlig** Corrosion et protection, Editions Dunod, Paris, 1970.
- [09] **K.Rehouma** Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé, Thèse de magister, ENP, Novembre 2002.
- [10] **J.Variot** Les aciers inoxydables austéno-ferritiques et la fabrication d'appareils en aciers austéno-ferritiques, METAUX Corrosion-Industrie, 20 Novembre 1984.
- [11] **W.Zhang** Probing Heat transfer, fluid flow and microstructural evolution during fusion welding of alloys, PhD thesis, The Pennsylvania State University, August 2004.
- [12] **A.Desestret, R.Mayoud** Les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Nouveaux développements fondés sur 50 ans d'expérience, Revue de Métallurgie - CIT, Avril 1984.

[13] F.Iacoviello, M.Boniardi, G.M.La Vecchia

Fatigue crack propagation in austeno-ferritic duplex stainless steel 22Cr5Ni, *International Journal of Fatigue*, pp 957-963, 1999.

[14] R.N.Gunn Duplex Stainless Steel, Microstructure, properties and applications, 2000.

[15] Collection ATS-OTUA Propriétés d'emploi des aciers, conseils pour le soudage des aciers inoxydables, 1992.

[16] R.Legouic Précis de soudage brasage et techniques connexes, Editions Eyrolles, Paris 1982.

[17] H.Granjon Bases métallurgiques du soudage, Editions Eyrolles, 1989.

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

[19] L.Depradeux Simulation numérique du soudage- acier 316L, Validité sur cas tests de complexité croissante, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 01 Mars 2004.

[20] M. COLOMBIE et coll. « Matériaux métalliques ». DUNOD. Paris 2000.

[21] P. LEFEVRE, M. POUPARD, L. PRIMOT, Y. VEDEVILLE et A. VIEU. « Choix et mise en œuvre des aciers inoxydables dans les industries agroalimentaires et connexes ». 2^{ème} édition. CETIM. Paris. 1996.

[22] : P. LACOMBE, G. BERANGER. « Conséquences sur les traitements thermiques », dans les aciers inoxydables, P. LACOMBE, B. BARROUX, G. BERANGER, Editions de physique, les Ulis, 1990.

[23] : J. BARRALIS, G. MADER. « Précis de métallurgie », élaboration, structures-propriétés et normalisation. NATHAN. 5^{ème} édition. Paris. 1990.

[24] : GUY DAVID. « Les aciers inoxydables » : propriétés, mise en œuvre, emploi et norme, techniques et documentation. Paris. 1990.

[25] : Technique de l'ingénieur. Aciers inoxydables M4540.

[26] : J. C. BAVAY. « Les aciers inoxydables ferritiques à hautes teneurs en Cr et Mo », dans les aciers inoxydables, P. LACOMBE, B. BARROUX, G. BERAGER, Editions de physique,

Les Ulis, 2000.

[27] : Technique de l'ingénieur. Aciers inoxydables M320.3-2.

[28] **P-J Cunat** Aciers inoxydables: Mise en oeuvre, Techniques de l'ingénieur, M4542, Septembre 2000.

[29] **F.Delattre** Le soudage des aciers inoxydables, Editions Dunod, Paris, 1965.

[30] **A.P.Lambert** Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions de soudage, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 03 Mai 2001.

[31] **J. F. Lancaster.** Metallurgy of Welding, fourth edition. Allen and Unwin Ltd, 40 Museum Street, London WC1A 1LU, UK, 1987.

[32] **R.Baus, W.Chapeau Baus** Application du soudage aux constructions, Editions Eyrolles, Paris, 1979.

[33] **A.Gregori, J-O.Nilsson** Decomposition of ferrite in commercial superduplex stainless steel welds metals: microstructural transformations above 700°C, Metallurgical and Materials Transactions, Volume 33A, April 2002.

[34] **I. Petronius, M. Bamberger** Microstructure and properties following welding of duplex stainless steel using coated electrodes, Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 6 No. 2 79, 2001.

[35] **S. S. M. Tavares, V. F. Terra, J. M. Pardal, M. P. Cindra Fonseca**

Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steel UNS S31803, Journal of Materials Science, pp 145–154, 2005.

[36] **T. A. Palmer, J. W. Elmer, and Joe Wong**

In situ observations of ferrite-austenite transformations in duplex stainless steel weldments using synchrotron radiation, Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 7 N° 3 ,pp 159-171, 2002.

[37] **R.Kacar** Effect of solidification mode and morphology of microstructure on the hydrogen content of duplex stainless steel weld metal, Materials & Design, 2004.

[38] **P.J.Cunat** Aciers inoxydables: Fabrication, Techniques de l'ingénieur, M4543, Décembre 2000.

[39] **BY v. v. d. Mee, H. Meelker and R. v. d. Schelde** How to Control Hydrogen Level in (Super) Duplex Stainless Steel Weldments Using the GTAW or GMAW Process, Welding research Supplement , January 1999.

[40] **V.Maillot, A.Fissolo, S.Dagallaix, G.Degallaix**

Obtentions et observations de réseaux de fissuration par fatigue thermique, XVème Congrès Français de Mécanique, Nancy, 3-7 Septembre 2001.