## RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE





# Département Génie des matériaux

# Mémoire de projet de fin d'études

#### Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

Optimisation des paramètres de soudage par friction rotative de l'acier inoxydable duplex 2205 avec l'acier HSLA X52

## MENZOU Anis & ABDOUN Sarah

# Sous la direction de **Pr. LARIBI Merzak** ENP et **Dr. CHENITI Billel** CRTI

Présenté et soutenu publiquement le  $\left(24/06/2024\right)$ 

#### Composition du jury :

Président :	Pr. MESRATI Nadir	ENP
Examinateur :	Dr. ABADLI Kamel	ENP
Examinatrice :	Dr. MERMOUL Soumia	ENP

## RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE





# Département Génie des matériaux

# Mémoire de projet de fin d'études

#### Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

Optimisation des paramètres de soudage par friction rotative de l'acier inoxydable duplex 2205 avec l'acier HSLA X52

## MENZOU Anis & ABDOUN Sarah

# Sous la direction de **Pr. LARIBI Merzak** ENP et **Dr. CHENITI Billel** CRTI

Présenté et soutenu publiquement le  $\left(24/06/2024\right)$ 

#### Composition du jury :

Président :	Pr. MESRATI Nadir	ENP
Examinateur :	Dr. ABADLI Kamel	ENP
Examinatrice :	Dr. MERMOUL Soumia	ENP



في هذه الدراسة، تم لحام الفولاذ المقاوم للصدأ المزدوج 2205 مع الفولاذ عالي المقاومة منخفض نسبة الكربون X52 بواسطة اللحام بالاحتكاك الدوراني المباشر . تم إجراء تحليل شامل لنتائج اختبارات الشد باستخدام مجموعات متنوعة من المعايير، وفقًا لخطة التجربة المركبة ذات الوجه المركزي. أجريت الفحوصات الشعاعية وفحوصات الموجات فوق الصوتية، والفحص المجهري، واختبارات الصلابة، وتحليل التكوين باستخدام مقياس الطيف بالأشعة السينية المشتنة للطاقة وتحليل جوانب الكس باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح . أظهرت النتائج أن الإجهاد الأقصى البالغ 622,217 ميجا باسكال تم الحصول عليه بضغط المتحاك قدره 100 ميجا باسكال، ووقت احتكاك قدره 4 ثوان، وسرعة دوران تبلغ 2000 دورة في الدقيقة. كشفت الفحوصات الشعاعية وفحوصات الموجات فوق الصوتية عن عيوب في الربط في معظم الاختبارات، باستثناء تلك التي أجريت بضغط احتكاك المراحب الموجات فوق الصوتية عن عيوب في الربط في معظم الاختبارات، باستثناء تلك التي أجريت بضغط

الكلمات المفتاحية: تحسين، اللحام بالاحتكاك الدوراني، الفولاذ المقاوم للصدأ المزدوج 2205، الفولاذ عالي المقاومة منخفض نسبة الكربون X52.

### Abstract

In this study, duplex stainless steel 2205 was welded to HSLA X52 steel using continuous drive friction welding (CDFW). An in-depth analysis of tensile test results was conducted using various parameter combinations, according to the face-centered composite design. Radiographic and ultrasonic inspections, microstructural examination, hardness tests, EDS composition analysis, and fracture surface analysis with SEM were performed. The results showed that the maximum stress of 622,217 MPa was achieved with a friction pressure of 100 MPa, a friction time of 4 s, and a rotational speed of 2000 rpm. Radiographic and ultrasonic inspections revealed bonding defects in most tests, except for those conducted with a friction pressure of 50/100 MPa, a rotational speed of 2000/3000 rpm, and a friction time of 4/8 s.

**Keywords :** Optmization, Rotary friction welding, Duplex stainless steel 2205, HSLA steel X52.

# Résumé

Dans cette étude, l'acier inoxydable duplex 2205 a été soudé à l'acier HSLA X52 par friction rotative à entraînement direct (CDFW). Une analyse approfondie des résultats des essais de traction a été réalisée en utilisant diverses combinaisons de paramètres, conformément au plan d'expérience composite à face centrée. Des contrôles radiographiques et ultrasonores, un examen microstructural, des essais de dureté, une analyse de la composition avec l'EDS et une analyse des faciès de rupture avec le (MEB) ont été effectués. Les résultats ont montré que la contrainte maximale de 622,217 MPa a été obtenue avec une pression de friction de 100 MPa, un temps de friction de 4 s et une vitesse de rotation de 2000 tr/min. Les contrôles radiographiques et ultrasonores ont révélé des défauts de manque de collage pour la majorité des essais, à l'exception de ceux réalisés avec une pression de friction de 50/100 (MPa), une vitesse de rotation de 2000/3000 (tr/min) et un temps de friction de 4/8 (s).

**Mots clés :**Optimisation, Soudage par friction rotative, Acier inoxydable duplex 2205, Acier HSLA X52.

# Remerciements

Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde gratitude à Monsieur **Billel CHENITI** pour avoir proposé le thème de ce mémoire, et pour son orientation précieuse, son aide constante et sa patience inestimable tout au long de ce projet.

Nous souhaitons également remercier chaleureusement toutes les personnes qui ont contribué à la réussite de ce travail. Merci à Monsieur **Nafaa NACERED-DINE**, Monsieur **Rafik HALIMI**, Monsieur **DRAI Redouane**, Monsieur **Maamer HAKEM**, et Monsieur **Brahim BELKESSA**, ainsi que Monsieur **Seif El Islam LEBOUACHRA** pour leur soutien et leurs conseils avisés.

Nous remercions sincèrement tous les ingénieurs du laboratoire, qu'ils soient du département développement mécanique et des matériaux, corrosion, contrôle ultrasonore ou des essais mécaniques, pour leur aide précieuse et leur soutien constant. Leur expertise et leur collaboration ont été essentielles pour la réalisation de ce projet.

Un grand merci également aux techniciens du centre de recherche en technologie industrielle pour leur assistance et leur travail formidable. Leur contribution a été cruciale pour la progression de ce mémoire. Nous tenons particulièrement à remercier Monsieur **KHERBOUCHE Sofiane**, gérant de l'entreprise FIRM KHERBOUCHE Industrie, et ses techniciens pour leur aide précieuse.

Nous tenons également à exprimer notre reconnaissance à Monsieur LARIBI Merzak, encadrant à l'École Nationale Polytechnique, pour ses conseils avisés et son accompagnement tout au long de ce travail. Nous sommes également honorés que Madame Soumia MERMOUL, Monsieur Kamel ABADLI, et Monsieur Nadir MESRATI aient accepté de faire partie du jury de ce mémoire.

Enfin, nous tenons à remercier tout particulièrement Monsieur Ammar Jabbar Hassan pour son aide précieuse dans la réalisation des soudures. Son expertise et son engagement ont été d'une grande valeur pour ce projet.

ABDOUN Sarah et MENZOU Anis .

# Table des matières

Li	ste d	les tab	leaux		
Ta	able	des fig	ures		
Li	ste d	les acr	onymes		
In	trod	uction	général	e	11
Ι	Ρ	artie	e bibli	ographique	
1	Gér	néralite	és sur le	s aciers	14
	1.1	Introd	luction .		14
	1.2	Génér	alités sur	les aciers inoxydables duplex	14
		1.2.1	Système	e Fe-Cr et Fe – Ni	14
			1.2.1.1	Système Fe – Cr	14
			1.2.1.2	Système Fe - Ni	16
		1.2.2	Diagran	nmes de corrélation des différents éléments	17
		1.2.3	Les diffé	érentes classes des aciers inoxydables	18
		1.2.4	Les acie	rs inoxydables duplex	19
			1.2.4.1	Définition	19
			1.2.4.2	Les formes des aciers inoxydables duplex	19
			1.2.4.3	Classification des aciers inoxydables duplex	20
			1.2.4.4	Composition chimique	20
			1.2.4.5	Propriétés physiques	21
			1.2.4.6	Propriétés mécaniques	21
			1.2.4.7	Microstructure des aciers duplex	22
	1.3	Génér	alités sur	les aciers HSLA	23

		1.3.1	Les aciers HSLA	23
		1.3.2	Effet d'ajout des éléments	23
		1.3.3	Propriétés des aciers HSLA	23
		1.3.4	Microstructure des aciers HSLA	24
<b>2</b>	Sou	dage à	l'état solide et plan d'expérience	26
	2.1	Introd	luction	26
	2.2	Le sou	Idage par friction rotative	26
		2.2.1	Les paramètres du soudage par friction rotative	27
		2.2.2	Caractéristique microstructurales et macroscopiques des joints $\ .\ .\ .$ .	28
		2.2.3	Avantages et inconvénients	29
		2.2.4	Exemples d'application	30
	2.3	Les pl	ans d'expériences	32
		2.3.1	Méthodologie des plans d'expérience	33
	2.4	Les ty	pes de plan d'expérience	34
		2.4.1	Plans factoriels	34
		2.4.2	Plan composite centré	35
		2.4.3	Plans Box-Behnken	35

# II Partie expérimentale

3	Mat	Matériels et méthodes 3					
	3.1	Introd	uction	38			
	3.2	Matéri	aux utilisés	38			
	3.3	Choix	du plan d'expérience	41			
	3.4	Le pro	cessus de soudage	42			
	3.5	Techni	ques d'inspection de caractérisation	44			
		3.5.1	Inspection radiographique	44			
		3.5.2	Inspection ultrasonore	45			
		3.5.3	Essai de traction	46			
		3.5.4	Essai de dureté	47			
		3.5.5	Le microscope optique	47			

		3.5.6 Le microscope électronique à balayage	48
4	Rés	ultats et discussions	49
	4.1	Introduction	49
	4.2	Optimisation des paramètres	49
	4.3	Inspection radiographique	54
	4.4	Inspection ultrasonore	56
	4.5	Étude microsructurale	58
		4.5.1 Microsructure des métaux de base	58
		4.5.2 Microstructure des joints soudés	59
	4.6	Analyse de la diffusion des éléments	62
	4.7	Comportement mécanique	63
		4.7.1 Essai de dureté	63
		4.7.2 Analyse des faciès de rupture	64
Co	onclu	sion générale	66
Bi	bliog	raphie	67

# Liste des tableaux

1.1	Les différentes classes des aciers inoxydables	18
1.2	Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 2205	20
1.3	Propriétés physiques d'un acier inoxydable duplex 2205	21
1.4	Propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex 2205	21
3.1	Composition chimique des métaux de base	40
3.2	Facteurs et niveaux expérimentaux	41
3.3	Valeurs réelles et codées	41
4.1	Longueur des éprouvettes après les soudage	50
4.2	Propriétés mécanique des métaux de base	51
4.3	Résultats des essais de traction	53

# Table des figures

1.1	Diagramme Fe-Cr	15
1.2	Diagramme Fe-Ni	16
1.3	Influence du nickel sur la boucle $\gamma$ du diagramme Fr-Cr $........$	16
1.4	Diagramme Schaeffler-Delong	17
1.5	Étape de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205 $\ .$	19
1.6	Microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205 laminé à différents grossisse- ments (ferrite en sombre, austénite en clair) : a) Microstructure à faible grossis- sement, b) Microstructure à fort grossissement	22
1.7	Microstructure type de l'acier inoxydable duplex 2205 moulé (ferrite en sombre, austénite en clair)	22
1.8	Image par microscopie optique de a) Ferrite +Perlite b) Ferrite +Bainite c) Bainite +Martensite	24
2.1	(a) Schéma du processus de soudage (RFW), (b) cycle de soudage en continue (CDFW), (c) cycle de soudage en inertie (IFW)	27
2.2	(i) Zone de contact; (ii) Zone entièrement plastifiée; (iii) Zone partiellement déformée; (iv) Zone non déformée	28
2.3	Exemple d'application du procédé RFW	31
2.4	Plan composite pour deux facteurs	35
2.5	Plan Box-Behnken pour trois facteurs.	36
3.1	Étape de préparation des échantillons a) Segment du métal de base découpé à partir d'un tube pipelines, b,c) Chariotage des segments, d) Matériaux prêt pour le soudage.	39
3.2	Spectrométrie de fluorescence X	39
3.3	Matériels utilisés pour l'attaque électrolytique	40
3.4	Machine de soudage par friction rotative à entraı̂nement direct	43
3.5	Échantillons préparés pour l'inspection radiographique	44
3.6	a) Le négatoscope, b) Le scanner	44

3.7	Matériel et paramètres utiliser pour le contrôle a) Oscilloscope, Générateur d'im- pulsions électriques, b) Palpeur , c) Les paramètres utilisés par le générateur d'impulsions électriques	45
3.8	Éprouvettes de traction	46
3.9	Machine de traction (MTS Criterion model 45, 100 KN)	46
3.10	Machine de dureté (INNOVATEST NEMESIS 9000)	47
3.11	Microscope optique (NIKON ECLIPSE LV100ND)	47
3.12	Microscope électronique à balayage (Zeiss Gemini 300)	48
4.1	Macrographie optique des deux aciers soudés	50
4.2	Échantillons après soudage	51
4.3	Courbe contrainte-Déformation des métaux de base	51
4.4	Courbes contrainte déformation pour l'ensemble des essais	52
4.5	Clichés radiographique des joints soudés	55
4.6	Visualisation de la Propagation des ondes ultrasonores dans nos échantillons Soudés	57
4.7	(a) Microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205, (b) Microstructure de l'acier HSLA X52	58
4.8	Macrographie des joints soudés, a) Joint optimal, b) joint déficient	59
4.9	Micrographies optiques du coté de l'acier duplex 2205, a) Les différentes zones observées ,b) Zone de contact ou zone de la recristallisation dynamique sévère (ZRD), c) Zone entièrement déformée (ZD) et partiellement déformée (ZPD), d) Zone affectée thermiquement uniquement.	60
4.10	Micrographies optiques du coté de l'acier X52, b) Zone de contact, c) Zone affectée therom-mécaniquement, d) Zone affectée thermiquement	61
4.11	Analyse EDS à différentes zones de l'interface	62
4.12	Profil de dureté des joints 2 et 7	63
4.13	Échantillon fracturé	64
4.14	a,b) Faciès de ruptures de l'échantillon fracturé avec différents grossissements c) Partie ductile avec fort grossissement d) Partie fragile avec fort grossissement	65

# Liste des acronymes

- $\mathbf{HSLA}$  : High strength low alloy
- **HLE** : Haute limite d'élasticité
- CC : Cubique centré
- **CFC** : Cubique a face centré
- $\mathbf{CDFW}$  : Soudage par friction à entraı̂nement direct
- IFW : Soudage par friction à entraînement par inertie
- $\mathbf{RFW}$ : Soudage par friction rotative
- LFW : Soudage par friction linéaire
- $\mathbf{FSW}$  : Soudage par friction malaxage
- $\mathbf{TMAZ}$  : Zone thermomécaniquement affectée
- TAZ : Zone thermiquement affectée
- **DOE** : Design of Experiments
- **ASTM** : American Society for Testing and Materials
- **KOH** : Hydroxyde de potassium
- **NaOH** : Hydroxyde de sodium
- **Rm** : Résistance à la traction
- Re : La limite d'élasticité
- **MEB** : Microscope électronique à balayage
- **EDS** : Energy dispersive spectroscopy
- **ZRD** : Zone de recristallisation dynamique sévère
- $\mathbf{Z}\mathbf{D}$  : Zone entièrement déformée
- $\mathbf{ZPD}$  : Zone partiellement déformée

# Introduction générale

Le soudage hétérogène, également connu sous le nom de soudage dissemblable, est une technique d'assemblage couramment utilisée dans diverses industries d'ingénierie. Cette méthode est essentielle lorsque des transitions spécifiques dans les propriétés mécaniques ou les conditions de performance en service sont requises. Parmi les combinaisons courantes, on trouve l'assemblage d'acier inoxydable avec de l'acier au carbone ou faiblement allié. Cependant, le soudage de matériaux dissemblables présente des défis plus complexes que celui des matériaux similaires (soudage homogène). Cela est dû à plusieurs facteurs, notamment les différences de composition chimique et les propriétés physiques et mécaniques des matériaux soudés. Ces différences compliquent le choix du métal d'apport, qui doit être compatible avec les deux métaux de base à assembler. En effet, lors du soudage de matériaux différents, la présence d'éléments carburigènes (comme le chrome et le molybdène) dans le bain de fusion et la migration du carbone peuvent entraîner la formation de phases intermétalliques. Ce mécanisme est souvent associé à une diminution de la résistance du matériau et à une augmentation de la dureté dans la zone adjacente à la ligne de fusion.

Le soudage par friction, en revanche, est un procédé d'assemblage à l'état solide qui permet de joindre différents métaux sans les faire fondre. Ce processus consiste à déplacer un composant par rapport à un autre sous pression, générant ainsi de la chaleur aux surfaces de contact. Le joint subit un travail à chaud, formant une soudure homogène, intégrale et de haute qualité. Le soudage par friction est une méthode viable pour surmonter les difficultés rencontrées lors de l'assemblage de matériaux dissemblables avec des procédés conventionnels nécessitant l'utilisation de métaux d'apport et de postes à souder. Parmi ses avantages, on compte l'absence de fusion, une haute reproductibilité, un temps de production court et une faible consommation d'énergie.

Dans ce projet, nous avons choisi de travailler avec le couple acier inoxydable duplex 2205 et acier faiblement allié à haute limite élastique X52, une combinaison couramment utilisée dans l'industrie pétrolière pour créer des jonctions, appelées "piquages", entre un tube en acier faiblement allié (HSLA) et un collecteur en acier inoxydable duplex. L'objectif de ce travail est de déterminer les paramètres optimaux du soudage par friction rotative pour augmenter la résistance mécanique de la liaison.

Ce mémoire est constitué de deux parties :

#### Partie 1 :

#### Chapitre 1 : Généralités sur les aciers

Dans ce chapitre, nous aborderons les deux familles d'aciers : les aciers inoxydables, en particulier les aciers inoxydables duplex, et les aciers faiblement alliés à haute limite d'élasticité leurs propriétés et microstructures.

#### Chapitre 2 : Soudage à l'état solide et plan d'expérience

Dans ce chapitre, nous présenterons les techniques d'assemblage de matériaux à l'état solide ainsi que les différentes variantes de cette méthode, avec un accent particulier sur le procédé de soudage par friction rotative utilisé dans ce projet. Enfin, nous expliquerons le concept des plans d'expérience et leur rôle dans l'organisation, la réduction du nombre d'essais.

#### Partie 2 :

#### Chapitre 3 : Matériels et méthodes

Ce chapitre détaillera les techniques expérimentales employées : la caractérisation et la préparation des métaux de base, le choix du plan d'expérience, la présentation de la machine et la réalisation du soudage, ainsi que les différentes techniques de caractérisation et de contrôle destructif et non destructif.

#### Chapitre 4 : Résultats et discussions

Ce chapitre présente les résultats de notre travail. Nous commencerons par les résultats des essais de traction réalisés selon différentes combinaisons de paramètres, conformément au plan d'expérience choisi. Ensuite, une analyse approfondie des résultats sera effectuée pour identifier les paramètres optimaux. Pour comprendre l'évolution microscopique des deux aciers, une étude microscopique a été réalisée sur l'essai optimal. Les cycles thermiques des joints soudés ont été examinés, et un profil de concentration a été effectué avec l'EDS pour comprendre le mécanisme de liaison. Enfin, des contrôles non destructifs par radiographie et par ultrasons ont été réalisés sur l'ensemble des joints, et des essais de dureté ainsi qu'une analyse des faciès de rupture avec le MEB ont été menés pour comprendre le comportement mécanique.

Ce mémoire sera clôturé par une conclusion générale et des perspectives.

# Première partie Partie bibliographique

# Chapitre 1

# Généralités sur les aciers

#### **1.1** Introduction

Dans ce chapitre, nous explorerons deux catégories d'aciers : les aciers inoxydables, notamment les aciers inoxydables duplex, ainsi que les aciers faiblement alliés à haute limite d'élasticité, en détaillant leurs propriétés mécaniques, physiques et microstructurales.

#### **1.2** Généralités sur les aciers inoxydables duplex

L'acier inoxydable joue un rôle important dans de nombreux secteurs industriels en raison de ses caractéristiques uniques. Pour être qualifié d'inoxydable, ce matériau doit résister à divers éléments chimiques agressifs, à la corrosion (notamment en milieu aqueux et en présence d'humidité), aux taches, à la rouille, aux piqûres et à l'oxydation à chaud . Ces propriétés en font un choix privilégié pour les équipements industriels soumis à des contraintes mécaniques, chimiques et thermiques extrêmes. Les aciers inoxydables sont définis par leur teneur en chrome, qui doit être supérieure à 10,5%, en carbone inférieure à 1,2%, et éventuellement par la présence d'autres éléments d'alliage . Par exemple, l'ajout de nickel peut améliorer les propriétés mécaniques, comme la ductilité permettant au matériau de se déformer sans se rompre. Le molybdène ou le titane est utilisé pour stabiliser l'alliage, tandis que l'incorporation de vanadium et de tungstène, souvent combinée à une augmentation de la teneur en chrome, vise à renforcer la résistance aux hautes températures [1–3].

#### 1.2.1 Système Fe-Cr et Fe – Ni

#### 1.2.1.1 Système Fe – Cr

Le système fer-chrome (voir la figure 1.1) présente des comportements distincts en fonction de la concentration en chrome et des températures, influençant les transformations de phases et les propriétés des alliages.

Le fer pur existe sous deux formes allotropiques principales : le fer  $\alpha$  à structure cubique centrée (CC) jusqu'à 910 °C, et le fer  $\gamma$  à structure cubique à faces centrées (CFC) entre 910 °C et 1400 °C, au-dessus duquel il se transforme en fer  $\delta$ , également de structure CC .

L'incorporation de chrome modifie considérablement ces transformations en favorisant la formation de la phase ferritique  $\alpha$  [2], ce qui influe sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Fe-Cr. D'autre part, les éléments gammagènes tels que le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt et le manganèse favorisent la formation de l'austénite  $\gamma$ .

À des teneurs en chrome inférieures à 13%, les alliages peuvent être austénisés totalement ou partiellement, permettant la transformation  $\alpha \to \gamma$  par chauffage ou refroidissement. En revanche, des teneurs en chrome supérieures à 13% stabilisent la phase ferritique à toutes les températures, empêchant la formation de martensite par trempe. Ces alliages ferritiques, bien que résistants à la corrosion, peuvent développer une phase intermétallique dure et fragile appelée phase sigma ( $\sigma$ ) entre 600 et 880 °C, contenant 45 à 50% de chrome [3].



FIGURE 1.1 – Diagramme Fe-Cr [1].

#### 1.2.1.2 Système Fe - Ni

Le nickel joue un rôle différent du chrome dans les alliages ferreux. Contrairement au chrome, qui réduit la zone où la phase  $\gamma$  peut exister, le nickel augmente cette zone(voir la figure 1.3). En effet, le nickel est un élément gammagène, ce qui signifie qu'il favorise la formation de la phase austénitique [4]. Sa structure cubique à faces centrées est similaire à celle de la phase  $\gamma$ , ce qui explique pourquoi il agit de manière similaire au carbone et à l'azote en élargissant la zone des alliages fer-nickel où la phase  $\gamma$  peut exister [1].



FIGURE 1.2 – Diagramme Fe-Ni [1].



FIGURE 1.3 – Influence du nickel sur la boucle  $\gamma$  du diagramme Fr-Cr [1].

### 1.2.2 Diagrammes de corrélation des différents éléments

Le diagramme de Schaeffler-Delong est utilisé pour comprendre comment les éléments d'alliage affectent la structure des aciers inoxydables (voir la figure 1.4 ) [5]. Il divise les éléments en ceux qui favorisent la formation de ferrite et ceux qui favorisent l'austénite. En utilisant des équivalents en chrome et en nickel [2], il permet de calculer l'effet combiné des éléments d'alliage sur la formation de ces phases. Le diagramme de DeLong, une partie du Schaeffler-Delong, ajoute la prise en compte de l'azote pour estimer la quantité de ferrite à température ambiante [1]. Cette approche aide à prédire la structure des aciers inoxydables et est utilisée pour les matériaux soudés ainsi que pour ceux laminés et traités thermiquement [2].

Chrome equivalent =  $\%Cr + 1.5 \times \%Si + \%Mo$ 

N

Nickel equivalent =  $\% Ni + 30 \times (\% C + \% N) + 0.5 \times (\% Mn + \% Cu + \% Co)$ 



FIGURE 1.4 – Diagramme Schaeffler-Delong [2].

### 1.2.3 Les différentes classes des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables se divisent en quatre grandes familles selon leur structure : les martensitiques (structure quadratique), les ferritiques (structure cubique centrée), les austénitiques (structure cubique à face centrée) et les austéno-ferritiques (duplex). Cette structure est déterminée par le rapport entre les fractions massiques des éléments alphagènes (Cr, Mo) et des éléments gamagènes (Ni, C, N) [6].

Steel category	C (wt%)	Cr (wt%)	Ni (wt%)	Mo (wt%)	Others
Martensitic	>0.10	11-14	0-1	-	V
Ferritic	< 0.08	12-19	0-5	< 5	Ti
Ferritic-austenitic (duplex)	< 0.05	18-27	4-7	1-4	N, W
Austenitic	< 0.08	16-30	8-35	0-7	N, Cu, Ti, Nb

TABLE 1.1 – Les différentes classes des aciers inoxydables [2].

- Aciers Martensitiques : les aciers martensitiques se distinguent par leur grande résistance mécanique, qui augmente avec la teneur en carbone  $(0,1 \ge 1)\%$ . Ils contiennent généralement (12 et 18)% de chrome et jusqu'à 6% de nickel [2]. Leur structure est obtenue par traitement thermique de trempe martensitique suivi de revenu, ce qui améliore leur résistance à la traction, leur limite d'élasticité et leur dureté. Cependant, ces aciers ont une ductilité limitée et une résistance à la corrosion plus au moins bonne [7].

- Aciers Austénitiques : les aciers austénitiques sont la famille la plus importante des aciers inoxydables. Ils contiennent du chrome (16 à 35)% et du nickel (7 à 26)%, avec une teneur en carbone inférieure à 0,12% [2]. Ces aciers sont connus pour leur excellente ductilité, résistance aux chocs, et absence de magnétisme. Le nickel améliore leur résistance à la corrosion générale et l'usinabilité. Ils sont également résistants à la corrosion même à haute température. Les aciers austénitiques, tels que le 304, sont largement utilisés dans les industries chimiques, alimentaires, pharmaceutiques, automobiles et papetières.

- Aciers Ferritiques : les aciers ferritiques contiennent de (12 à 30)% de chrome et moins de 0,1% de carbone, ce qui ne permet pas la trempe martensitique [7]. Leur structure est cubique centrée, et ils possèdent une bonne limite d'élasticité , une bonne ductilité et une déformabilité. La résistance à la corrosion des aciers ferritiques est supérieure à celle des martensitiques de composition analogue, surtout avec l'addition de molybdène hight. Cependant, leur résistance à haute température est inférieure à celle des austénitiques [1].

- Les aciers duplex : les aciers duplex combinent les propriétés des aciers austénitiques et ferritiques. Ils contiennent entre 22 et 27% de chrome et 4 à 8% de nickel, avec des additions de molybdène, de cuivre et d'azote pour améliorer la résistance à la corrosion généralisée et localisée [8]. Leur structure mixte leur confère une haute limite d'élasticité et une bonne ductilité, tout en évitant la fragilité des ferritiques. Les aciers duplex sont souvent utilisés dans les applications nécessitant une résistance mécanique élevée et une excellente résistance à la corrosion, comme dans les industries pétrochimiques et maritimes.

### 1.2.4 Les aciers inoxydables duplex

#### 1.2.4.1 Définition

L'acier inoxydable duplex est un alliage métallique exceptionnellement polyvalent et robuste, caractérisé par une structure unique composée à la fois d'austénite et de ferrite [9]. Cette combinaison de phases lui confère des propriétés remarquables, alliant une résistance élevée à la corrosion, une ductilité et une ténacité supérieures [10]. Ces aciers sont largement utilisés dans divers secteurs industriels en raison de leur fiabilité, de leur durabilité et de leur capacité à résister à des environnements corrosifs, ce qui en fait un choix privilégié pour de nombreuses applications exigeantes.

#### 1.2.4.2 Les formes des aciers inoxydables duplex

Il existe deux variétés d'aciers inoxydables duplex :

#### Aciers inoxydables duplex moulés :

Dans ces aciers, la proportion de ferrite est généralement minoritaire, ne dépassant rarement 30 %. Après le moulage, ils subissent un traitement thermique d'homogénéisation à environ 1 100 °C pendant plusieurs heures, suivi d'une trempe à l'eau [11].

#### Aciers inoxydables duplex laminés :

Ces aciers sont produits par moulage, écrouissage à chaud, puis remis en solution et trempés à l'eau. Parfois, le matériau est soumis à un laminage à froid ultérieur (voir la figure 1.5). En général, les aciers laminés présentent des proportions équivalentes de ferrite et d'austénite [11].



FIGURE 1.5 – Étape de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205 [11].

#### 1.2.4.3 Classification des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex se divisent en plusieurs sous-groupes en fonction de leur composition et de leurs propriétés spécifiques, offrant ainsi une gamme variée de nuances adaptées à différents besoins industriels.

-Le premier sous-groupe, représenté par le grade 2304, se distingue par sa faible teneur en carbone et sa haute teneur en azote, offrant une résistance et une résistance à la corrosion sous contrainte supérieures au type 316L ou 317L, tout en étant facilement soudable [7].

-Le deuxième sous-groupe comprend des grades comme le 2205, qui combinent résistance à la corrosion, facilité de fabrication et économie, surpassant le Type 316 en résistance à la corrosion sous contrainte [7].

-Le troisième sous-groupe, comprenant des nuances duplex 25Cr telles que le Ferralum 255, utilise des niveaux élevés de chrome pour une meilleure résistance à la corrosion locale , bien qu'elles ne soient pas recommandées pour des applications en eau de mer sans traitement thermique approprié en raison de la précipitation accélérée des phases dommageables [7].

-Le quatrième sous-groupe, le plus allié des aciers inoxydables duplex, se compose d'alliages appelés parfois super aciers inoxydables duplex, offrant la meilleure résistance à la corrosion de tous les grades duplex, ainsi qu'une résistance supérieure à celle des autres aciers inoxydables de haute performance. Cependant, leur fabrication nécessite des procédures encore plus strictes en raison de leurs fortes teneurs en alliages [7].

#### 1.2.4.4 Composition chimique

Les aciers inoxydables duplex sont généralement constitués d'environ autant de ferrite que d'austénite, bien que la production commerciale actuelle favorise légèrement l'austénite pour une meilleure résilience et des caractéristiques de traitement améliorées [8]. Les interactions entre les principaux éléments d'alliage, notamment le chrome, le molybdène, l'azote et le nickel, sont complexes et doivent être soigneusement contrôlées pour obtenir une structure duplex stable. Il est essentiel d'atteindre le bon équilibre de ces éléments pour garantir que l'acier réagisse de manière optimale au traitement et à la fabrication. Cela nécessite une expertise et des procédures de contrôle de qualité rigoureuses pour garantir que les aciers inoxydables duplex répondent aux exigences de performance et de durabilité attendues dans diverses applications industrielles.

TABLE $1.2$ –	Composition	chimique de l'acier	inoxydable duplex 2205	[8].
---------------	-------------	---------------------	------------------------	------

élément	$\mathbf{Cr}$	Ni	Mo	Ν	С
%	22-23	4.5-6.5	3-3.5	0.14-0.20	0.03

#### 1.2.4.5 Propriétés physiques

Les aciers inoxydables duplex se démarquent par leurs caractéristiques uniques et recherchées. Leur conductivité thermique supérieure à celle des aciers austénitiques [8], conjuguée à une résistance mécanique accrue, permet l'utilisation de parois plus fines dans diverses applications, telles que les cuves sous pression et les tubulures, offrant ainsi des avantages économiques et de performance. De plus, ces aciers présentent des coefficients de dilatation thermique bas, similaires à ceux des aciers au carbone [8], ce qui les rend adaptés aux conditions de cycles thermiques, améliorant ainsi leur durabilité et leur fiabilité. Enfin, avec environ 50% de ferrite, les aciers inoxydables duplex conservent un certain degré de magnétisme.

Propriété	2205
Densité $(g/cm^3)$	7.80
Chaleur spécifique (J/kg K)	502
Résistivité électrique $(\mu \Omega \cdot m)$	0.8
Module de Young (GPa)	200
Module élastique en tension (GPa)	200
Coefficient de dilatation $(10^{-6}/\text{K})$	13
Conductivité thermique (W/mK)	16

TABLE 1.3 – Propriétés physiques d'un acier inoxydable duplex 2205 [8].

#### 1.2.4.6 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables duplex se distinguent par leurs excellentes propriétés mécaniques, résultant de leur structure à deux phases, de leur composition chimique et de leurs traitements thermiques ajustables. Ils offrent une combinaison unique de résistance à la traction élevée et de bonne ductilité [7]. Cette résistance peut être améliorée en augmentant les niveaux de carbone, d'azote et de ferrite, jusqu'à un certain point. Ces aciers présentent également une forte capacité à se durcir lorsqu'ils sont travaillés, ce qui les rend adaptés à des applications nécessitant une résistance à l'abrasion. De plus, ils conservent une excellente résilience même à des températures très basses, ce qui élargit leur plage d'utilisation [12]. En ce qui concerne la résistance à la fatigue et à la corrosion-fatigue, les aciers inoxydables duplex sont souvent équivalents, voire supérieurs, aux aciers austénitiques. Cependant, il est crucial de choisir un alliage avec une résistance à la corrosion adéquate, surtout en cas de teneur élevée en ferrite [12], qui peut accélérer la propagation des fissures.

Le tableau 1.4 résume les caractéristiques mécaniques d'un acier inoxy dable duplex et plus précisément le 2205 :

TABLE 1.4 – Propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex 2205 [2].

élément	Rp0.2 (MPa)	Rp1.0 (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
2205	500	590	770	36

#### 1.2.4.7 Microstructure des aciers duplex

Les aciers inoxydables duplex se distinguent par leur structure à deux phases, composée d'environ 50 % en volume d'îlots d'austénite CFC entremêlés dans des grains de ferrite CC. Les produits coulés et forgés affichent des fractions volumiques de ferrite et d'austénite à peu près équivalentes. Pour les composants forgés, une texture de laminage est obtenue par travail à chaud, suivie d'une solution d'écrouissage et de trempe. L'équilibre de phase optimal varie d'un fabricant à l'autre, mais en général, on s'attend à une plage de 45% à 60% d'austénite, avec les deux phases se présentant sous forme de lattes allongées dans la direction de laminage [12,13]. Cette structure est obtenue grâce au contrôle simultané de la composition chimique et de la température de recuit.



FIGURE 1.6 – Microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205 laminé à différents grossissements (ferrite en sombre, austénite en clair) : a) Microstructure à faible grossissement, b) Microstructure à fort grossissement [13]

Les aciers obtenus par moulage statique présentent une structure de solidification grossière avec des grains basaltiques en peau de moule et des grains équiaxes au cœur. En revanche, les aciers obtenus par centrifugation ne montrent que des grains basaltiques. Dans ces grains, la phase ferritique présente une orientation cristallographique homogène, tout comme les lattes d'austénite à l'intérieur de chaque grain ferritique. Une micrographie d'acier moulé révèle une bipercolation des deux phases, ferrite et austénite, indiquant que la ferrite agit comme une éponge dont les cavités sont remplies d'austénite, et inversement [11,14].



FIGURE 1.7 – Microstructure type de l'acier inoxydable duplex 2205 moulé (ferrite en sombre, austénite en clair) [14].

# 1.3 Généralités sur les aciers HSLA

### 1.3.1 Les aciers HSLA

Les aciers à haute résistance et faible alliage (HSLA), tels que l'API X52, sont des matériaux clés dans l'industrie, offrant une combinaison unique de légèreté et de robustesse. Leur composition chimique est minutieusement équilibrée pour garantir des performances optimales, en éliminant les éléments indésirables et en dosant avec précision les éléments alliés. Cette approche permet de créer une structure ferrito-perlitique ou ferrito-bainitique, renforcée par précipitation, qui confère aux aciers HSLA leurs caractéristiques mécaniques exceptionnelles. Ces aciers tirent leur performance de cinq familles d'éléments d'alliage : les éléments gammagènes, les éléments alphagènes, les graphitisants, les carburigènes et les désoxydants [15]. Les aciers HSLA représentent une avancée majeure dans le domaine des matériaux, offrant des performances mécaniques exceptionnelles tout en permettant une réduction significative du poids des structures. Ils sont donc particulièrement adaptés aux applications exigeantes [16], telles que le transport de pétrole brut et de gaz naturel sur de longues distances et sous haute pression, où la légèreté et la résistance sont essentielles.

### 1.3.2 Effet d'ajout des éléments

Dans les aciers à haute limite élastique (HSLA), certains éléments jouent des rôles spécifiques :

Les éléments gammagènes, comme le nickel (Ni), le manganèse (Mn) et l'azote (N), favorisent la formation de la phase gamma (austénite) dans l'acier. Ils sont souvent ajoutés pour améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique des aciers HSLA.

Les éléments alphagènes, comme le chrome (Cr), le tungstène (W) et le molybdène (Mo), favorisent la formation de la phase alpha (ferrite) dans l'acier. Ils sont utiles pour améliorer la résistance à la corrosion et la résistance à la chaleur de l'acier.

Les éléments graphitisants, comme le silicium (Si) et le carbone (C), favorisent la formation de graphite dans l'acier. Ils sont souvent ajoutés pour améliorer la résistance à l'usure et la conductivité thermique de l'acier [17].

Les éléments carburigènes, tels que le titane (Ti) et le vanadium (V), aident l'acier à absorber le carbone. Ils sont utiles pour améliorer la résistance à l'usure et la résistance mécanique de l'acier, tout en conférant une soudabilité favorable aux aciers HSLA [18].

Les éléments désoxydants, comme le manganèse (Mn) et le silicium (Si), aident à éliminer les oxydes de fer de l'acier pendant sa fabrication. Ils sont souvent ajoutés pour améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique de l'acier.

### 1.3.3 Propriétés des aciers HSLA

Les aciers à Haute Limite d'Élasticité (HLE), également connus sous le nom de High-Strength Low-Alloy (HSLA), sont des matériaux métalliques développés par l'industrie de la métallurgie et de la sidérurgie pour réduire les coûts des pipelines tout en offrant des propriétés mécaniques exceptionnelles.

Leur composition chimique, caractérisée par une faible teneur en carbone et des éléments d'alliage soigneusement sélectionnés, est essentielle pour garantir des performances optimales en termes de formabilité à froid, de profilage, de soudage et de revêtement. Leur durcissement par précipitation et l'affinement de la taille des grains permettent d'atteindre des niveaux élevés de résistance mécanique, ce qui permet de réduire l'épaisseur des pipelines et de réaliser des économies significatives [16]. La limites d'élasticité des aciers HSLA peut atteindre jusqu'à 550 MPa, voire plus dans certains cas en fonction des techniques de fabrication utilisées, telles que la normalisation, la trempe et le revenu, ainsi que le laminage thermomécanique. Les aciéristes ont la possibilité de varier les compositions chimiques pour obtenir les performances souhaitées [17]. Pour améliorer encore les performances, une approche consiste à développer des microstructures complexes où la phase principale est très résistante (martensite, bainite, ferrite à grains ultra fins) tandis que les phases secondaires (austénite résiduelle) restent ductiles.

### 1.3.4 Microstructure des aciers HSLA

Les aciers HSLA (High Strength Low Alloy) présentent des microstructures complexes en raison de leur composition alliée et des traitements thermiques appliqués, contrairement aux microstructures plus simples des aciers ferritiques classiques laminés à chaud. Les microstructures d'un acier pipeline peuvent être divisées essentiellement selon les phases fondamentales suivantes :

- Aciers ferrite-perlite.
- Aciers ferrite-bainite.
- Aciers bainite-martensite.



FIGURE 1.8 – Image par microscopie optique de a) Ferrite +Perlite b) Ferrite +Bainite c) Bainite +Martensite [17].

La figure 1.8 illustre des microstructures typiques des trois types d'acier pipeline. Les aciers X60, laminés et normalisés, présentent une microstructure caractérisée par la présence de ferrite et de perlite lamellaire, ainsi qu'une taille de grain de ferrite grossière [17]. En revanche, les aciers X70, laminés thermo-mécaniquement, présentent une microstructure plus uniforme avec des grains de ferrite plus fins. Pour l'acier X80, une microstructure extrêmement fine et uniforme est obtenue grâce à un refroidissement accéléré après le laminage thermomécanique, ce qui donne une microstructure ferrito-bainitique. Les propriétés améliorées de cet acier peuvent être attribuées à cette microstructure spécifique.

# Chapitre 2

# Soudage à l'état solide et plan d'expérience

### 2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons les notions fondamentales relatives au procédé de soudage à l'état solide, en mettant particulièrement l'accent sur le soudage par friction rotative. Nous discuterons également l'intérêt d'utiliser les plans d'expérience pour minimiser le nombre d'essais nécessaires à l'optimisation des paramètres de soudage.

### 2.2 Le soudage par friction rotative

Le soudage par friction rotative RFW est la méthode la plus ancienne et la plus courante où un composant est maintenu fixe tout en étant forcé de frotter contre une autre pièce en rotation sous une pression normale. En fonction de la manière dont l'énergie rotative est convertie en chaleur de friction, le RFW peut être divisé en deux grandes variantes : le soudage par friction à entraînement direct CDFW et le soudage par friction à à entraînement par inertie IFW.

D'après [19–21], le procédé CDFW est plus ancien que le procédé IFW, car il a été utilisé dès le début des années 1940, tandis que l'IFW a été développé dans les années 1960. Dans le CDFW, la pièce en rotation est attachée à une unité motorisée qui maintient une vitesse de rotation constante pendant tout le processus de soudage. Le processus se poursuit jusqu'à ce qu'une force de freinage soit appliquée, ou qu'il ralentisse naturellement à cause du frottement, puis une pression de forgeage est appliquée pour consolider le joint (voir la figure 2.1). Dans le cas de l'IFW, la pièce en rotation est connectée à un volant d'inertie qui est accéléré à une vitesse de rotation prédéterminée pour stocker l'énergie nécessaire. Le moteur d'entraînement est alors désengagé et les pièces sont rapprochées par une pression de friction, ce qui provoque le frottement des deux surfaces. L'énergie cinétique stockée dans le volant d'inertie en rotation est donc dissipée sous forme de chaleur par friction à l'interface de soudage, à mesure que la vitesse du volant d'inertie diminue. Une force de forgeage est appliquée avant que la rotation ne s'arrête. Il existe certains cas où l'IFW n'utilise pas l'application supplémentaire d'une force de forgeage, mais dans la majorité des applications, une étape de forgeage est nécessaire. Pour résumer les deux variantes, le RFW se compose de deux phases : une phase de friction où une pression de friction est appliquée pendant une durée déterminée selon le procédé utilisé, et une phase de forgeage qui consiste à consolider le joint soudé pendant une durée également précise.



FIGURE 2.1 – (a) Schéma du processus de soudage (RFW), (b) Cycle de soudage en continue (CDFW), (c) Cycle de soudage en inertie (IFW) [19].

### 2.2.1 Les paramètres du soudage par friction rotative

Les paramètres de procédé du CDFW et de l'IFW sont essentiellement les mêmes, à l'exception du mode de fourniture d'énergie. On distingue cinq paramètres principale : la pression de friction et de forgeage (MPa), le temps de friction et de forgeage (s), et la vitesse de rotation (tr/min) [19–22].

La pression de friction : c'est la pression appliquée par le membre stationnaire vers le membre en rotation. Elle est également appelée pression de chauffage et est calculée en divisant la charge appliquée par la surface de la section transversale du membre en rotation.

Le temps de friction : c'est la durée d'application de la pression de friction. Il est également appelé temps de chauffage. La machine permet de régler le temps car elle fonctionne sur un principe hydraulique.

La pression de forgeage : c'est la pression appliquée après la phase de friction, elle est calculée en divisant la charge appliquée par la surface de la section transversale du membre stationnaire.

Le temps de forgeage : c'est la durée d'application de la pression de forgeage.

Ces paramètres doivent être fixés au préalable en fonction de la dimension et les propriétés mécaniques des matériaux à souder. Cependant, dans la majorité des cas, les concepteurs réalisent plusieurs essais, puis vérifient à l'œil nu l'état de la soudure pour s'assurer qu'elle est exempte de défauts visibles [22].

#### 2.2.2 Caractéristique microstructurales et macroscopiques des joints

On distingue trois différentes zones dans un joint soudés par le procédé (RFW) (voir la figure 2.2) : la zone de contact, la zone thermomécaniquement affectée (TMAZ) et la zone thermiquement affectée (TAZ). La TMAZ se divise en deux sous-zones : une zone entièrement déformée, où le matériau subit une déformation plastique complète, et une zone partiellement déformée, avec une déformation plastique moins intense [20].



FIGURE 2.2 - i) Zone de contact; (ii) Zone entièrement plastifiée; (iii) Zone partiellement déformée; (iv) Zone non déformée [20].

#### Zone de contact (zone de déformation plastique sévère)

La zone de contact est celle qui est soumise à la température la plus élevée. Dans cette région, les métaux frottent les uns contre les autres, ce qui entraîne le transfert de fragments métalliques d'une surface de frottement à l'autre. La vitesse de rotation contrôle le taux de déformation. Le matériau subit une déformation plastique intense dans cette zone, ce qui résulte en une structure granulaire très fine due à la déformation sévère suivie d'une recristallisation complète [20].

#### Zone entièrement déformée (zone de recristallisation dynamique)

Le matériau est soumis à une quantité considérable de déformation plastique, mais ne participe pas au processus de frottement et de transfert de matériau. Dans cette région, la densité de dislocations augmente énormément et, en raison de la température suffisamment élevée, le matériau subit une recristallisation dynamique. Les grains dans cette zone sont fins et équiaxes [20].

#### Zone partiellement déformée

La microstructure devient plus grossière par rapport à la zone entièrement plastifiée, en raison de la réduction de la quantité de déformation et de la température [20].

#### Zone non déformée

Dans cette région, selon la température maximale atteinte, le matériau (par exemple, l'acier) peut subir une transformation de phase, mais aucune déformation plastique ne se produit. Une croissance des grains peut avoir lieu dans cette zone [20].

#### 2.2.3 Avantages et inconvénients

Comparés aux méthodes de soudage par fusion conventionnelles, les procédés de soudage à l'état solide présentent un certain nombre d'avantages significatifs et offrent une solution idéale pour de nombreux problèmes liés à l'assemblage de métaux dissemblables.

- Le procédé ne créé pas de bain de fusion, ce qui réduit considérablement les défauts de solidification tels que la fissuration à chaud, la porosité et la ségrégation.

- Le procédé ne nécessite pas de gaz de protection ou de métaux d'apport.

- Le procédé présente un degré de sécurité élevé puisqu'il n'implique pas la formation d'arc électrique, d'étincelles, ni la génération de fumées ou de gaz nocifs.

-Le procédé convient au soudage de métaux dissemblables (par exemple, alliages d'acier dissemblables, acier-aluminium, acier-cuivre, superalliage-acier, acier-céramique).

-Dans la plupart des joints, les zones affectées par la chaleur sont étroites, et la déformation intense localisée ainsi que les températures élevées entraînent la formation de microstructures recristallisées, conférant des propriétés de traction supérieures à celles du matériau de base.

- Le procédé permet l'auto-nettoyage grâce à l'action abrasive du mouvement relatif des pièces, éliminant continuellement les débris d'usure pendant les phases initiales du processus.

- Le processus est facilement automatisé et la durée de l'opération est très courte, de l'ordre de quelques secondes.

-Il n'est pas nécessaire que les opérateurs possèdent des compétences en soudage manuel et, comme tous les paramètres du processus sont définis avant le soudage, les erreurs de l'opérateur sont minimisées.

- Les besoins de l'installation (espace, électricité, fondations spéciales, etc.) sont minimes.

- Les procédés offrent une fiabilité et une répétabilité excellentes, ce qui réduit le temps et les coûts associés aux essais non destructifs.

Comme tous les autres procédés de soudage, le soudage par friction présente également des limites.

- Le RFW permet d'assembler que les composants axisymétriques, comme les tubes, les arbres et les disques, tandis que le LFW n'a pas cette limitation.

- Le soudage de pièces avec de grandes sections par CDFW est difficile en raison de la puissance limitée disponible du moteur , faisant de l'IFW l'option préférée.

-La chaleur générée à l'interface n'est pas uniforme. Cela entraîne une épaisseur non uniforme de la zone affectée thermiquement (ZAT), qui ne peut pas être la plus mince ou optimale en tous points de l'interface.

- Le soudage de structures à paroi mince, comme les tubes et les plaques, avec le RFW et le LFW respectivement, reste un défi.

- Il est nécessaire qu'au moins des composants soit plastiquement déformable. Un cermet est difficile à souder avec lui même, mais il est possible de souder avec un acier inoxydable par exemple.

- Comme le procédé forme un bourrelet, cela limite son application ou nécessite son élimination obligatoire.

#### 2.2.4 Exemples d'application

Les applications du soudage par friction couvrent un large éventail d'industries, allant de l'automobile et l'aérospatiale aux industries pétrolière et électrique. Ce procédé peut produire des composants allant des simples joints bout à bout d'arbres de transmission et de tuyaux de forage pétrolier à des composants d'avions complexes ou critiques [20].

Des exemples d'applications du soudage par friction incluent :

- Industrie automobile : Engrenages, soupapes de moteur, essieux, arbres de transmission.

- Industrie agricole : Tiges de piston hydrauliques, rouleaux de chenilles.

- Industrie aéronautique : Assemblage des pales de turbine aux disques, composants critiques d'avions.

- Industrie pétrolière : Tuyaux de forage pétrolier, composants de plateformes.

- Industrie électrique : Arbres de moteurs électriques dans les centrales électriques.

Chaque application bénéficie des avantages tels que la haute intégrité des joints, la réduction des défauts de soudure et la capacité d'assembler des matériaux dissemblables. La figure 4.10 illustre quelque exemple d'applications.



FIGURE 2.3 – Exemple d'application du procédé $\operatorname{RFW}$ 

# 2.3 Les plans d'expériences

Dans le cadre de l'amélioration de produits ou de processus, l'exécution d'expériences est indispensable. Cependant, les expérimentations peuvent souvent s'avérer coûteuses et peu performantes, ce qui entraîne un volume important d'essais difficiles à réaliser et à interpréter. Cela a poussé de nombreux chercheurs à développer des techniques permettant de fournir un maximum d'informations avec un minimum d'essais. Ces techniques sont appelées les plans d'expériences (Design of Experiments, DOE). Leur rôle est d'organiser de manière optimale les essais au sein des projets de recherche scientifique ou des études industrielles.

Avant que les DOE et les analyses statistiques actuelles ne soient établies, l'expérimentateur avait deux méthodes pour mener son expérience. La première était basée sur le tâtonnement, ils choisissent un ensemble de conditions au hasard, testent, puis ajustent les paramètres en fonction des résultats. Cette méthode pouvait marcher si l'on avait une bonne connaissance du sujet, mais elle avait des faiblesses, comme le risque de rater une meilleure combinaison de conditions ou de ne pas trouver la meilleure solution. La deuxième méthode, appelée One-Factor-At-A-Time (OFAT), consistait à changer un seul facteur à la fois en gardant les autres constantes pour voir son effet. L'OFAT était facile à comprendre et à appliquer, mais ne permettait pas de voir comment les facteurs pouvaient interagir entre eux. Il faudrait donc, trouver une méthode qui permet de prendre en compte ces interactions, car dans certaine situation il se peut qu'un facteur dépend des niveaux des autres facteurs. Ce problème a été réglé par la mise point des expériences factorielles qui permettent de changer plusieurs facteurs en même temps. Cela permet de voir non seulement l'impact de chaque facteur mais aussi comment ils agissent ensemble, ce qui offre une vision plus complète et une utilisation plus judicieuse des données [23].

L'adoption des DOE s'est largement répandue à travers diverses industries, contribuant significativement au processus de prise de décisions pour le développement de nouveaux produits et l'amélioration des processus de fabrication. Néanmoins, la conduite d'expérimentations sans une méthodologie rigoureuse peut inévitablement conduire à des blocages, tels qu'un modèle non ajustable ou des résultats incohérents. D'où l'importance cruciale d'adopter une approche scientifique rigoureuse pour garantir l'obtention de résultats fiables et exploitables.

#### Les facteurs :

Un facteur désigne une variable contrôlable qui peut influencer la réponse observée dans une expérience, et qui se distingue par sa capacité à être modifiée sans difficulté. Cette caractéristique est essentielle pour les plans d'expérience où l'expérimentateur doit pouvoir ajuster les facteurs aux valeurs requises. Les facteurs peuvent être quantitatifs, exprimés par des valeurs numériques (comme la température ou la durée), ou qualitatifs, et ne pas avoir d'ordre naturel (comme la couleur ou le type de matériau). Un facteur peut avoir différents niveaux, par exemple, une température qui varie entre 20°C et 50°C est dite à 4 niveaux [24].

Pour standardiser chaque facteur dans un intervalle commun, éliminer les unités, faciliter leur comparaison et simplifier l'analyse mathématique. Les niveaux des facteurs xi sont transformés en variables codées. une variable codée prend la valeur -1 pour le minimum de xi et +1 pour son maximum. La conversion des variables initiales aux variables codées, et vice versa, est donnée par la relation (2.1) [25].

$$x = \frac{A - A_0}{P_{as}} \tag{2.1}$$

 $A_0$  représente le point central entre le niveau haut et le niveau bas des facteurs, tandis que  $P_{as}$  est égal à la moitié de la différence entre le niveau haut et le niveau bas.

#### Les réponses :

La réponse est la variable observée dans chaque expérience, qui peut être quantitative ou qualitative, et doit être représentative du système étudié. Il est possible d'observer plusieurs réponses de nature différentes pour les même combinaisons de facteurs [24].

#### Domaine d'étude :

On l'appelle aussi domaine expérimental. Il est délimité par les niveaux inférieurs et supérieurs des facteurs étudiés. Ces niveaux sont déterminés soit par la réalisation de multiples essais afin d'évaluer l'effet des variations des facteurs sur la réponse [22], soit en s'appuyant sur les données existantes dans la littérature [26].

### 2.3.1 Méthodologie des plans d'expérience

Les plans d'expériences sont un moyen de planification des expériences pour obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique. La méthodologie de travail avec les plans d'expériences comprend plusieurs étapes indispensables à suivre. Négliger l'une de ces étapes pourrait entraîner des résultats incohérents et difficiles à interpréter, car le modèle élaboré ne serait pas représentatif de la problématique étudiée. Voici quelques étapes pratiques générales et des lignes directrices pour planifier et réaliser une expérience de Plan d'Expériences (DOE) :

- Définir le problème à étudier et identifier les variables de réponse qui caractérisent le système concerné.

- Déterminer les facteurs et les niveaux : Cette étape implique la sélection des variables indépendantes (facteurs) et de leur domaine d'étude, qui sont susceptibles de provoquer un changement dans la variable de réponse.

- Définir le type de plan d'expérience qui sera utilisé pour conduire les expériences.

- Réaliser l'expérience en se basant sur la matrice de conception fournie par le plan d'expérience choisi.

- Analyse des résultats

- Vérification de la validité du modèle et des informations recueillies, en menant de nouvelles expériences basées sur les résultats analysés.

# 2.4 Les types de plan d'expérience

### 2.4.1 Plans factoriels

Une expérience impliquant  $k \geq 2$  facteurs F1, ..., Fk qui se présentent à S1, ..., S $(n \geq 2)$  niveaux est appelée une expérience factorielle, le nombre total de combinaisons est égal  $n^k$  [27].Par un plan factoriel, toutes les combinaisons possibles des niveaux des facteurs sont étudiées.S'il y a a niveaux du facteur A et b niveaux du facteur B, les plans factoriels couvrent toutes les combinaisons possibles des facteurs du système étudié [23].

Un plan factoriel peut être soit complet soit fractionnaire. Un plan factoriel complet englobe toutes les combinaisons possibles de niveaux pour tous les facteurs.Cependant sa taille devient importante lorsque le nombre de facteurs est élevé. Pour surmonter les problèmes liés à la taille, il est possible de concevoir un plan factoriel fractionnaire. Ces plans sont utiles lorsque la taille du plan est importante. Toutefois, la difficulté réside dans le choix des expériences constituant cette fraction du plan initial afin de conserver les meilleures combinaisons possibles [24].

Le plan factoriel complet à deux niveaux et k facteurs est particulièrement utile et facile à construire aux premiers stades des travaux expérimentaux, surtout lorsque le nombre de facteurs du système est inférieur ou égal à 4 [9]. Une raison de la popularité de n'avoir que deux niveaux par facteur est que cela permet l'investigation la plus économique de nombreuses variables. Par exemple, avec quatre facteurs, augmenter le nombre de niveaux de 2 à 3 augmente la taille du plan factoriel complet de  $2^4 = 16$  à  $3^4 = 81$ , soit 5 fois plus grand [28].

#### Intérêt d'ajouter des points aux centres du domaine

- L'intégration de points centraux autorise le personnel à travailler dans des conditions familières. Cela permet de surveiller la stabilité du processus en réalisant des essais périodiques [23].

- L'ajout des points centraux aide à mieux contrôler l'expérience et à prendre en compte les effets de la variabilité, car lorsque on a peu d'informations sur les résultats du processus, réaliser deux ou trois points centraux comme premières séquences de l'expérience peut être très utile.Ces séquences peuvent fournir une estimation préliminaire de la variabilité du processus [23].

-Les points centraux améliorent la réductibilité et la fiabilité du modèle, car ils offrent un moyen d'évaluer l'ajustement du modèle empirique et la forme de la surface de réponse [29].

### 2.4.2 Plan composite centré

Les plans composites sont particulièrement adaptés pour structurer de manière séquentielle une expérience. Initialement, l'étude utilise un plan factoriel, complet ou fractionnaire, enrichi par des points centraux. Ces expérimentations additionnelles impliquent l'ajout de points d'expérience placés sur les axes de coordonnées, à une distance  $\alpha$  du centre du domaine étudié avec de l'ajout de nouveaux points centraux pour affiner d'avantage le modèle. Ces points situés sur les axes sont désignés sous le terme de "points en étoile" [30]. Les plans composites se divisent en trois parties comme montré dans la figure 2.4 :



FIGURE 2.4 – Plan composite pour deux facteurs [30].

Les points factoriels sont en noir, les points étoiles sont en gris, les points centraux sont en blanc. le nombre total des points est donnée par la relation (2.2),  $2^k$  représente le nombre de point factoriel, 2k est le nombre de point en étoile,  $n_0$  est le nombre de point central.

$$.N = n_f + n_\alpha + n_0 = 2^k + 2k + n_0 \tag{2.2}$$

Pour un plan composite centré, on trouve 5 niveaux par facteur, mais uniquement 3 lorsque la valeur de  $\alpha = 1$ , le plan devient donc composite à face centré. Dans un système où il est difficile de varier les niveaux de chaque facteur, utiliser ce type de plan représente un gain de temps et de productivité.

### 2.4.3 Plans Box-Behnken

En 1960, Box et Behnken ont introduit des plans expérimentaux pour faciliter la modélisation de surfaces de réponse en utilisant des modèles polynomiaux de second degré. Ces plans, caractérisés par trois niveaux par facteur (-1, 0, +1), combinent des éléments de factoriels  $2^k$  avec des plans en blocs incomplets. Ce design permet non seulement une simplification de l'application et la flexibilité d'ajouter de nouveaux facteurs sans compromettre les résultats existants.

La structure de ces plans, pour trois facteurs, repose sur un cube, avec des points expérimentaux placés non pas aux sommets mais au centre des arêtes et milieu des faces. Cette disposition unique garantit que tous les points sont disposés avec une même distance par rapport au centre du domaine d'étude. L'avantage majeur de cette méthode est qu'elle évite de placer des points aux sommets du cube, où les combinaisons des niveaux de facteurs pourraient être trop

coûteuses ou impossibles à tester en raison de contraintes physiques. Cette caractéristique rend les plans de Box-Behnken particulièrement efficaces en termes de nombre de tests requis, offrant une économie substantielle tout en préservant la qualité et l'intégrité des données expérimentales [23,30]. La figure 2.5 montre la disposition des points dans un plan Box-Behnken.



FIGURE 2.5 – Plan Box-Behnken pour trois facteurs [23].

# Deuxième partie Partie expérimentale

# Chapitre 3

# Matériels et méthodes

#### **3.1** Introduction

Ce chapitre détaillera les techniques expérimentales employées. Tout d'abord, nous présenterons les métaux utilisés durant cette étude et les étapes de préparation des échantillons pour le soudage. Ensuite, nous introduirons la machine de soudage utilisée durant notre projet, ainsi que les différents facteurs à prendre en compte avant de procéder au soudage. La troisième partie sera consacrée au choix du plan d'expérience, en détaillant les différents paramètres mis en jeu et la réponse sélectionnée pour optimiser au mieux le soudage par friction rotative (RFW) des deux aciers choisis. Enfin, nous présenterons les techniques de caractérisation destructives et non destructives utilisées pour vérifier l'état des joints soudés.

#### 3.2 Matériaux utilisés

Les matérieux utilisées sont l'acier inoxydable duplex 2205 et d'acier faiblement allié à haute limite élastique X52 (HSLA X52).Ces deux aciers ont été prélevés à partir de segments de pipelines de diamètres D=20 cm (8 pouces) et d'épaisseur de 10 mm. Ces segments ont été ensuite usinés pour obtenir un diamètre de 9 mm, suivis d'un découpage sous refroidissement pour avoir une longueur de 50 mm (voir la figure 3.1).



FIGURE 3.1 – Étape de préparation des échantillons a) Segment du métal de base découpé à partir d'un tube pipelines, b,c) Chariotage des segments, d) Matériaux prêt pour le soudage.

La composition chimique des métaux de base a été déterminée à l'aide de la spectrométrie de fluorescence X (voir la figure 3.2). Les pourcentages des éléments chimiques présents dans les aciers étudiés sont répertoriés dans le tableau 3.1 :



FIGURE 3.2 – Spectrométrie de fluorescence X

élément	Fe	$\mathbf{C}$	$\mathbf{Cr}$	Ni	Mn	Si	Cu	Со	$\mathbf{V}$	Mo	$\mathbf{W}$
2205	66.35	0.029	22.36	5.52	1.66	0.53	0.16	-	0.12	3.17	0.21
X52	98.12	0.14	0.07	-	1.22	0.29	0.05	0.06	0.08	-	0.11

TABLE 3.1 – Composition chimique des métaux de base

Afin de révéler la microstructure des deux aciers, une analyse métallographique a été effectuée.Deux petits segments ont été découpés dans les métaux de base puis enrobés avec une résine thermodurcissable. Les échantillons enrobés ont ensuite été polis avec des papiers de polissage SiC de granulométries 80, 180, 220, 320, 380, 500, 600, 800, 1000, 1200, 2000, 2400, 4000, et enfin avec de l'alumine de granulométries 0.5 et 0.03. Une fois le polissage terminé, une attaque chimique a été réalisée. L'acier X52 a été traité avec du nital à 0,2%, tandis que l'acier inoxydable 2205 a subi une attaque électrolytique avec du NaOH à 12 V.



FIGURE 3.3 – Matériels utilisés pour l'attaque électrolytique

Les caractéristiques mécaniques des deux métaux de base, ont été déterminées en effectuant deux essais : l'essai de dureté et l'essai de traction. Pour l'essai de dureté Vickers, une charge de 10 kgf a été appliquée pendant une durée de 10 secondes pour chaque mesure. L'essai de traction a été effectué à une vitesse de déformation de 1 mm/min sur des éprouvettes usinées conformément à la norme ASTM A 370 – 03a, comme montrer dans la figure 3.9 .Ces essais ont été réalisés à l'aide de machines de dureté (voir figure 3.10 )et de traction au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

# 3.3 Choix du plan d'expérience

Pour couvrir un large éventail de combinaisons de paramètres, nous avons choisi d'utiliser un plan d'expérience composite à face centrée. Après une recherche bibliographique approfondie, nous avons décidé de faire varier trois paramètres : la pression de friction, le temps de friction et la vitesse de rotation. La pression de forgeage et le temps de forgeage ont été maintenus constants durant toutes les opérations de soudage. Les niveaux de chaque paramètre ont été déterminés à l'avance en réalisant plusieurs essais, et l'état de la soudure a été vérifié visuellement pour s'assurer de l'absence de défauts visibles. Les paramètres fixés sont répertoriés dans le tableau suivant.

Paramètres	Unité	Notation	Notation Nive	
Vitesse de rotation	(Tr/min)	V	2000	3000
Pression de friction	(MPa)	Р	50	100
Temps de friction	(s)	Т	4	8

TABLE 3.2 – Facteurs et niveaux expérimentaux

Notre plan d'expérience comprend huit points factoriels, cinq points centraux et six points situés sur les faces du cube. Le tableau ci-dessous illustre toutes les combinaisons de paramètres utilisées dans cette étude.

	Valeurs réelles			Va	leurs codé	ées
N°	P (MPa)	V (Tr/min)	T(s)	Р	V	Т
1	50	2000	4	-1	-1	-1
2	100	2000	4	1	-1	-1
3	50	3000	4	-1	1	-1
4	100	3000	4	1	1	-1
5	0	2000	8	-1	-1	1
6	100	2000	8	1	-1	1
7	50	3000	8	-1	1	1
8	100	3000	8	1	1	1
9	50	2500	6	-1	0	0
10	100	2500	6	1	0	0
11	75	2000	6	0	-1	0
12	75	3000	6	0	1	0
13	75	2500	4	0	0	-1
14	75	2500	8	0	0	1
15	75	2500	6	0	0	0
16	75	2500	6	0	0	0

TABLE 3.3 – Valeurs réelles et codées

Nous avons choisi la contrainte maximale comme réponse pour notre plan d'expérience. Ce choix est largement justifié dans l'optimisation des paramètres de soudage par friction rotative, car la contrainte maximale est un indicateur clé de la qualité et de la robustesse de la soudure. Elle fournit une mesure directe de la capacité de la soudure à résister aux charges mécaniques. En optimisant cette réponse, nous visons à améliorer la résistance et la durabilité des soudures produites dans diverses applications industrielles. De plus, l'utilisation de la contrainte maximale comme critère d'optimisation est bien documentée dans la littérature scientifique. Cela facilite la comparaison de nos résultats avec ceux d'autres études et permet d'adopter des méthodologies éprouvées pour l'analyse et l'interprétation des données.

# 3.4 Le processus de soudage

Le soudage a été réalisé à l'aide d'une machine de soudage par friction rotative à entraînement direct CDFW. Cette machine est constituée de trois systèmes principaux (voir la figure 3.4) :

- Une partie rotative, composée d'un mandrin lié à un moteur électrique, équipée d'un système de freinage permettant d'arrêter brusquement la pièce rotative.

- Une partie fixe, attachée à un système hydraulique, pour appliquer une pression durant le processus de soudage.

- Un système électronique, ou automate, utilisé pour insérer les paramètres de soudage.

Pour réaliser le soudage avec cette machine, on fixe les deux pièces à souder. Dans notre cas, l'acier duplex 2205 a été fixé à la partie fixe, tandis que l'acier HSLA X52 a été attaché à la partie rotative. Une fois les deux pièces fixées, elles sont rapprochées l'une de l'autre pour s'assurer qu'elles sont alignées sur le même axe. Ensuite, les paramètres de soudage sont insérés dans le système numérique, et le processus est démarré en appuyant sur le bouton "start".



FIGURE 3.4 – Machine de soudage par friction rotative à entraı̂nement direct

# 3.5 Techniques d'inspection de caractérisation

### 3.5.1 Inspection radiographique

La radiographie est une technique de contrôle non destructif qui utilise des rayonnements électromagnétiques (dans cette étude on utilisé les rayons  $\gamma$ ) pour obtenir des images de la densité de matière d'un objet. Cette méthode permet de détecter les défauts internes sans endommager le matériau. L'image radiographique est capturée par divers types de détecteurs : un film argentique, un écran photo-stimulable à mémoire réutilisable ou un ensemble de détecteurs numériques. Afin que le bourrelet ne gêne pas l'analyse, nous avons décidé de l'éliminer par usinage avec un chariotage, comme montré dans la figure 3.5.



FIGURE 3.5 – Échantillons préparés pour l'inspection radiographique

Pour notre étude, la radiographie a été réalisée au centre d'expertise de Bousmail (EPF CSC EXPERTISE SPA), en utilisant un rayonnement  $\gamma$  produit par l'Iridium 192. Afin d'assurer une inspection complète, des prises de vue ont été effectuées à trois positions différentes, chacune à 120° d'intervalle. Le film radiographique a ensuite été analysé sur un négatoscope (voir la figure 3.6 (a)), équipé d'une source de lumière intense, puis numérisé avec un scanner Epson Perfection V850 Pro (voir la figure 3.6 (b)) à une résolution de 2400 dpi.



FIGURE 3.6 – a) Le négatoscope, b) Le scanner

### 3.5.2 Inspection ultrasonore

Le contrôle par ultrasons repose sur la propagation d'ondes acoustiques produite par un matériau piézoélectrique qu'on appelle un palpeur à travers le matériau à inspecter. Les ondes sont partiellement réfléchies par les discontinuités internes et captées encore une fois avec le palpeur. Ce procédé permet non seulement de détecter les défauts mais aussi d'en évaluer la taille et la position. Dans notre cas, nous avons opté pour des ultrasons par contact en mode réflexion, où le palpeur est en contact direct avec la surface de notre échantillon (voir la figure 4.6 (b)).



FIGURE 3.7 – Matériel et paramètres utiliser pour le contrôle a) Oscilloscope, Générateur d'impulsions électriques, b) Palpeur , c) Les paramètres utilisés par le générateur d'impulsions électriques

#### 3.5.3 Essai de traction

Les essais de traction visent à déterminer les propriétés mécaniques des soudures, telles que la résistance maximale, la limite élasticité, le module de Young et l'allongement à la rupture. Pour ce faire, des éprouvettes de traction ont été usinées à partir des échantillons soudés, conformément à la norme ASTM A 370 – 03a (voir la figure 3.8).



FIGURE 3.8 – Éprouvettes de traction

Les essais ont été réalisés au CRTI à la température ambiante, avec une machine de traction (voir figure 3.9). La vitesse de déformation a été maintenue constante durant tout les essais effectués.



FIGURE 3.9 – Machine de traction (MTS Criterion model 45, 100 KN)

#### 3.5.4 Essai de dureté

L'essai de dureté Vickers avec une force de pénetration de 10 Kgf pendant 10 s a été réalisé au (CRTI) avec une machine de dureté (voir la figure 3.10). L'essai a couvert un échantillon allant de l'acier X52, en passant par le jonction, jusqu'à l'acier inoxydable 2205, avec des mesures prises tous les 0.5 mm.



FIGURE 3.10 – Machine de dureté (INNOVATEST NEMESIS 9000)

#### 3.5.5 Le microscope optique

Nous avons utilisé un microscope optique (voir figure 3.11), accompagné d'un appareil photo et d'un ordinateur, pour observer et capturer les structures des échantillons à différents grossissements, allant de x50 à x1500.



FIGURE 3.11 – Microscope optique (NIKON ECLIPSE LV100ND)

### 3.5.6 Le microscope électronique à balayage

Le MEB (Microscope Électronique à Balayage) est un apperiel essentiel pour l'analyse microscopique, chimique et cristallographique des matériaux. Il offre des images à haute résolution, ce qui a été crucial pour examiner nos échantillons fracturés au niveau du CRTI (voir figure (3.12). Une analyse EDS associée au MEB a été réalisé pour tracer le profil de concentration à l'interface des deux aciers. L'échantillon a été soigneusement poli et traité chimiquement, puis recouvert d'un film conducteur pour permettre la circulation du courant électrique dans l'échantillon, car la résine utilisée n'était pas conductrice.



FIGURE 3.12 – Microscope électronique à balayage (Zeiss Gemini 300)

# Chapitre 4

# Résultats et discussions

#### 4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons les résultats des essais de traction réalisés avec différentes combinaisons de paramètres, conformément au plan d'expérience sélectionné. Pour identifier les paramètres optimaux, une analyse approfondie a été menée sur l'ensemble des résultats des tests de traction, puis le soudage a été répété en utilisant ces paramètres. Afin de renforcer notre hypothèse, la combinaison de paramètres ayant donné le résultat le plus faible a également été réévaluée. Une étude microscopique utilisant un microscope optique a été réalisée sur les échantillons optimaux afin de comprendre l'évolution de la microstructure des deux aciers. De plus, un profil de concentration avec l'EDS associé au MEB à l'interface du joint a été établi sur le joint optimal pour comprendre le mécanisme de liaison principal régissant le soudage par friction rotative. Un contrôle non destructif par radiographie a été effectué sur l'ensemble des joints et discuté pour justifier les résultats obtenus lors des essais de traction. Enfin, pour comprendre le comportement mécanique des joints soudés, un essai de dureté et une analyse des faciès de rupture avec le MEB ont été réalisés.

### 4.2 Optimisation des paramètres

La figure 4.1 présente les macrographies optiques des joints soudés. Une différence de forme du bourrelet est observée : l'acier 2205 présente un bourrelet plus symétrique et plus volumineux que l'acier X52. Cette différence est due aux variations de leurs propriétés mécaniques à haute température, l'acier 2205 se déforme plastiquement plus facilement que l'acier X52 à haute température [31,32]. Le volume du bourrelet formé est corrélé à la valeur des trois paramètres utilisés : plus leurs valeurs sont élevées, plus le volume du bourrelet est important [33]. Un temps de friction prolongé entraîne une augmentation du volume chauffé dans l'acier HSLA X52. Un temps de friction élevé permis à l'énergie thermique de se propager le long de la direction axiale de l'acier HSLA X52. Dans le cas de l'acier inoxydable 2205, la propagation thermique due à la friction est significativement limitée en raison de sa conductivité thermique relativement faible comparée à celle de l'acier HSLA X52.



FIGURE 4.1 – Macrographie optique des deux aciers soudés

Le tableau 4.1 présente la longueur des éprouvettes après le soudage.L'essai 8 a montré une diminution notable de longueur, conséquence des paramètres élevés appliqués. La pression de friction joue un rôle crucial dans cette réduction. Une vitesse de rotation élevée et une durée de friction prolongée augmentent la température à l'interface des deux aciers, ce qui facilite leur déformation plastique.

Essai	L (mm)	Essai	L (mm)
1	99.12	9	94.9
2	92.5	10	88.5
3	96.29	11	93.15
4	92.05	12	92.5
5	93.1	13	96.4
6	86.5	14	89.4
7	91.7	15	93.3
8	84.2	16	93.95

TABLE 4.1 – Longueur des éprouvettes après les soudage



FIGURE 4.2 – Échantillons après soudage

La figure 4.3 illustre les courbes contraintes déformation des deux métaux de base et le tableau 4.2 résume les résultats des essais de traction et de dureté :

TABLE 4.2 – Propriétés mécanique des métaux de base

Élément	Rm (MPa)	Re (MPa)	A%	HV/10
2205	734	545	42%	254
$\mathbf{X52}$	624	535	25%	218



FIGURE 4.3 – Courbe contrainte-Déformation des métaux de base

Après le soudage des deux aciers, les éprouvettes de traction ont été usinées conformément à la norme ASTM A 370 – 03a et les essais de traction ont été réalisés. Les courbes de contrainte-déformation obtenues pour chaque éprouvette sont illustrées dans la figure 4.4. Les valeurs de la limite élastique  $Re_{0.2\%}$  et de la contrainte maximale  $R_m$  sont présentées dans le tableau 4.2.



FIGURE 4.4 – Courbes contrainte déformation pour l'ensemble des essais

N°	P (MPa)	V (Tr/min)	T (s)	Rm (MPa)	Re <sub>0.2%</sub> (MPa)
1	50	2000	4	551.46	544.643
2	100	2000	4	622.217	537.904
3	50	3000	4	539.065	518.537
4	100	3000	4	545.085	410.184
5	50	2000	8	547.863	501.74
6	100	2000	8	559.472	484.72
7	50	3000	8	306.53	131.456
8	100	3000	8	490.78	450.54
9	50	2500	6	552.52	501.49
10	100	2500	6	592.345	509.72
11	50	2500	6	518.459	133.92
12	100	2500	6	485.703	123.019
13	75	2500	8	562.017	180.679
14	75	2500	8	540.526	497.622
15	75	2500	6	568.374	529.888
16	75	2500	6	562.962	514.472

TABLE 4.3 – Résultats des essais de traction

L'analyse des valeurs de la contrainte maximale  $R_m$  révèle une tendance significative : une augmentation de la pression de friction entraı̂ne un durcissement. Cependant, une augmentation de la vitesse de rotation et du temps de friction conduit à une déformation plastique . Cette tendance est observée de manière cohérente à travers l'ensemble des essais réalisés et en accord avec des études antérieures sur le soudage RFW de l'acier inoxydable duplex 2205 avec les aciers faiblement alliés [34].

La deuxième éprouvette a montré la valeur de  $R_m$  la plus élevée, atteignant 622,217 MPa, valeur proche de celle de l'acier HSLA X52. La limite élastique mesurée est également très proche de celle de l'acier HSLA. Par conséquent, on qualifie cet essai comme optimal en raison de ses caractéristiques mécaniques similaires au métal de base. En revanche, le 7 ème essai a produit la plus faible valeur de Rm=306,53 MPa et une faible limite élastique Re=131,456 MPa, attribuées à une faible pression de friction et à des vitesses de rotation et temps de friction élevés.

Caligulu et Ugur [33], rapportent que l'augmentation de la température de liaison due à l'augmentation de la vitesse de rotation et du temps de friction favorise la croissance des composés intermétalliques fragiles, ce qui affecte négativement la résistance de la liaison.

Mercan et Özdemir [34], rapportent qu'il existe une forte corrélation entre la ZAT (zone affectée thermiquement) et la résistance de la liaison. La ZAT est adoucie par la chaleur de friction créée par la vitesse de rotation et le temps de friction, ce qui entraîne une résistance à la traction inférieure à celle des deux métaux de base. De plus, un temps de friction élevé élargit la ZAT, ce qui réduit encore davantage la résistance par rapport aux métaux de base. Pour notre situation, la différence entre le 2 ème et 7ème essais réside dans la la vitesse de rotation et le temps de friction, pour le 7ème essai les deux paramètres vitesse et temps était supérieure à celle du

2ème essai. Pour la pression de friction, celle du deuxième essai était la plus élevée, ce qui a potentiellement renforcé la liaison métallurgique entre les deux aciers en générant une quantité importante de déformation plastique.

Pour confirmer cette hypothèse, les essais 2 et 7 ont été répétés. Les résultats des répétitions ont montré des valeurs proches, avec Rm atteignant respectivement 624,667 MPa pour le 2ème essai et 314,47 MPa pour le 7ème. Par conséquent, notre hypothèse est validée : une faible vitesse de rotation, un temps de friction réduit et une pression de friction élevée augmentent la contrainte maximale.

# 4.3 Inspection radiographique

La figure 4.5 présente les résultats contrôle radiographique sur l'ensemble des joints soudés. Chaque éprouvette a été exposée aux rayonnements à des intervalles de 120° afin de couvrir l'intégralité du joint.





FIGURE 4.5 – Clichés radiographique des joints soudés

L'analyse des clichés révèle que la majorité des échantillons présentent des défauts de manque de collage ou d'adhérence, à l'exception des essais 1 et 8. Ces derniers ont été soudés avec les paramètres les plus faibles et les plus élevés, respectivement. Cependant, l'échantillon 8 a montré une faible valeur pour la contrainte maximale. Cela peut s'expliquer par l'augmentation de l'étendue de la zone affectée thermiquement (ZAT) en raison de la température élevée générée par les vitesses de rotation et les temps de friction élevés, ce qui a conduit à l'adoucissement de cette zone. De plus, l'augmentation de la température à l'interface des deux aciers permet aux deux métaux de base de se déformer de manière plus significative, rendant cette région plus ductile et empêchant le manque de collage.

L'échantillon 2 présente des défauts mais sa valeur de résistance maximale (Rm) indique une bonne résistance.Deux explications sont possibles pour cette situation. Premièrement, la ZAT est étroite et n'a pas subi d'adoucissement. Deuxièmement, étant donné que les éprouvettes n'ont pas encore été usinées pour l'essai de traction, les défauts pourraient être éliminés lors de l'usinage.Cela est peut être le cas avec les essais qui ont donné une bonne résistance mécanique.

# 4.4 Inspection ultrasonore

Pour confirmer les observations radiographiques, des tests ultrasonores ont été effectués. Nous avons choisi de présenter quelques graphes dans les figures 4.6.



8



FIGURE 4.6 – Visualisation de la Propagation des ondes ultrason<br/>ores dans nos échantillons Soudés  $% \mathcal{O}(\mathcal{O})$ 

Voici une explication des résultats obtenus :

- Pique N°1 : Il s'agit du premier pic à gauche, correspondant au début de l'excitation du matériau. L'onde ultrasonore se propage le long de l'échantillon.

- Pique N°2 : Représente la réflexion de l'onde à la fin du premier matériau. Cette interprétation est confirmée en calculant la distance de propagation, qui correspond à la longueur d'un seul matériau.

- Pique N°3 : Indique la présence d'un défaut. La taille du pic permet de déterminer si le défaut est grand ou petit.

- Pique N°4 : Représente le début du deuxième matériau. Les petits pics présents juste après sont dus au diamètre du palpeur, qui est presque le même que celui de l'échantillon. En se propageant, le faisceau s'agrandit et crée des sollicitations à l'extérieur du matériau.

- Pique N°5 : Représente la fin du matériau, confirmée par la longueur totale de l'échantillon.

# 4.5 Étude microsructurale

#### 4.5.1 Microsructure des métaux de base

La microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205 montrée dans la figure 4.7.a présente une structure laminée biphasée austéno-ferritique, résultant du laminage à chaud lors de la fabrication des pipes. Aucune forme de précipité n'a été observée. La ferrite représente 59,7% de la structure, tandis que l'austénite en constitue 40,3%. Par ailleurs, l'acier HSLA X52, se caractérise par une structure biphasée composée de ferrite et de bainite (voir la figure 4.7.b). Les lignes de couleur sombre sont dues au laminage à chaud lors de la fabrication des tubes.



FIGURE 4.7 – (a) Microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205, (b) Microstructure de l'acier HSLA X52.

### 4.5.2 Microstructure des joints soudés

La figure 4.8 présente une macrographie optique des joints optimaux et déficients. De plus, de petits fragments de l'acier 2205 adhèrent à l'interface du bourrelet de l'acier X52. Cela explique le manque de collage visible sur la figure 4.8.a, puisque ces petits fragments se sont détachés de la zone de contact et ont fini sur le bourrelet de l'acier X52.



FIGURE 4.8 – Macrographie des joints soudés, a) Joint optimal, b) joint déficient

Les joints soudés par friction rotative se composent de trois zone principal, la zone de contact, la zone thermomécaniquement affectée (ZATM), la zone thermiquement affectée (ZAT) et le métal de base (MB). La ZATM se divise en deux sous-zones : une zone entièrement déformée (ZD), où le matériau subit une déformation plastique complète (ZPD), et une zone partiellement déformée [35–37]. La figure 4.9 présente la microscopie optique du joint optimal du coté de l'acier 2205 où ces différentes zones sont clairement visibles.



FIGURE 4.9 – Micrographies optiques du coté de l'acier duplex 2205, a) Les différentes zones observées ,b) Zone de contact ou zone de la recristallisation dynamique sévère (ZRD), c) Zone entièrement déformée (ZD) et partiellement déformée (ZPD), d) Zone affectée thermiquement uniquement.

La structure ferrite + austénite du métal de base est distribuée longitudinalement le long du tube, formant un motif en bandes. La zone de contact, ou ZRD, montre une structure de grains austénite/ferrite très fins et equiaxiale, parallèles à l'interface due à recristallisation dynamique complète de la structure. L'austénite d'origine est complètement dissoute puis précipite à nouveau sur les joint de grain de la ferrite [38]. Cette structure est due à la déformation plastique sévère et à la température élevée à l'interface, causées par la vitesse de rotation et la pression de friction élevées [20].

Dans la ZATM, présente une structure déformée thermomécaniquement qu'on peut décomposé en deux différentes zones. La zone déformée (ZD) présente une structure entièrement déformée similaire à celle de la ZRD, mais avec des grains légèrement plus grands en raison de la déformation plastique et d'une température moins élevée que dans la ZRD. La zone partiellement déformée (ZPD) a subi une déformation plastique moindre, avec une structure de grains plus grande par rapport à la zone ZD et s'orientant dans la direction de la déformation. Enfin, la zone affectée thermiquement présente une structure inchangé mais l'égerement plus grossière que le métal de base à cause de croissances des grains férritique [20].

En outre, la figure (4.10) (a) illustre la micrographie optique de la région de l'acier X52. On y distingue les trois zones, la zone de contact ZC , la zone affectée thermomécaniquement ZATM et la zone affectée thermiquement ZAT. Ces trois zones présentent des microstructures distinctes en termes de forme, de taille et d'orientation. La ZATM est constituée de grains réorientés et déformés en raison de la déformation plastique et de la température élevée. La zone de contact affiche une structure affinée grâce à une recristallisation dynamique sévère, tandis que la ZAT se caractérise par une structure uniforme composée de grains de taille et de forme homogènes.



FIGURE 4.10 – Micrographies optiques du coté de l'acier X52, b) Zone de contact, c) Zone affectée therom-mécaniquement, d) Zone affectée thermiquement

# 4.6 Analyse de la diffusion des éléments

L'inter-diffusion des éléments est identifiée comme le mécanisme principal de liaison dans le processus de soudage par friction rotative [39]. Afin de quantifier l'étendue de cette diffusion élémentaire, une analyse EDS couplée au MEB a été réalisée sur la surface de liaison du joint optimal. Dans cette analyse, nous nous concentrerons uniquement sur les éléments Cr, Ni et Mo, car leur concentration dans chaque acier les rend susceptibles de se diffuser à l'interface des deux aciers.

La figure 4.11 illustre l'inter-diffusion des éléments Cr, Ni et Mo entre les deux aciers. Les résultats de l'analyse révèlent un gradient de concentration significatif pour les éléments Cr,Ni et Mo, allant de l'acier 2205 vers l'acier X52 sur longueur de quelque microns. En raison de la diffusion, on observe une réduction progressive du Cr, Ni et Mo du côté 2205 adjacent à l'interface, et une augmentation du Cr, Ni et Mo du côté X52. Ce phénomène est conforme aux principes de la diffusion, où les éléments migrent de la zone à haute concentration vers la zone à faible concentration sous l'effet de la température. Dans le cas du soudage par friction rotative, la chaleur est générée par la vitesse de rotation et le temps de friction amplifie l'étendue de la diffusion des éléments [40].



FIGURE 4.11 – Analyse EDS à différentes zones de l'interface

# 4.7 Comportement mécanique

### 4.7.1 Essai de dureté

La figure 4.12 présente l'évolution de la dureté le long de l'axe perpendiculaire à l'interface des deux joints soudés, optimal et déficient, correspondant respectivement aux éprouvettes 2 et 7. Une dureté élevée de 290 HV/10 pour l'échantillon 2 et de 270 HV/10 pour l'échantillon 7 est observée à l'interface de l'acier inoxydable duplex 2205. Cette augmentation de la dureté est attribuée à une déformation plastique intense dans cette zone, entraînant une recristallisation dynamique accrue et une microstructure à grains fins [41]. En revanche, une faible dureté de 183,7 HV/10 pour l'échantillon 2 et de 173,9 HV/10 pour l'échantillon 7 est relevée , potentiellement due au faible déformation plastique et l'adoucissement de cette zone à cause de la vitesse de rotation et le temps de friction élevées. .Dans une étude menée par ,Mercan et Özdemir [34],Il a été rapporté que l'utilisation d'une pression de friction élevée augmente la dureté en raison de la déformation plastique induite par cette pression. Cela correspond à notre situation, car en comparant les valeurs de pression de friction utilisées dans les essais 2 et 7, celle de l'essai 2 était la plus élevée. La réduction de dureté dans cette zone peut être expliquée par la coalescence des grains à cause de l'adoucissement de la zone affectée thermiquement qui est bien visible dans la microstructure de ZAT.



FIGURE 4.12 – Profil de dureté des joints 2 et 7

### 4.7.2 Analyse des faciès de rupture

Nous avons réalisé une étude fractographique afin de comprendre les mécanismes de rupture et d'identifier les causes des défaillances. Pour cela, nous avons sélectionné un échantillon présentant une des meilleures résistances à la rupture (échantillon 6). Dans tous nos essais, y compris celui-ci, la fracture s'est produite au niveau de la jonction (Figue 4.13).



FIGURE 4.13 – Échantillon fracturé

En observant l'échantillon 6, on voit des signes de rupture ductile, comme des cupules et des cuspides, ainsi que des signes de rupture fragile, comme des surfaces lisses et planes. Cette combinaison indique une rupture mixte, où certaines parties du matériau se sont déformées plastiquement avant de se rompre, tandis que d'autres se sont rompues brusquement sans déformation notable.

Plusieurs facteurs peuvent expliquer cette observation :

#### - Défauts dans le Matériau

Les défauts présents dans certaines zones peuvent avoir initié une rupture fragile. Une fois commencée, la fissure s'est propagée de manière ductile dans d'autres zones, qui se sont alors déformées avant de se rompre.

#### - Variation de la Taille des Grains

Des variations de température peuvent avoir causé des différences dans la taille des grains. Les zones à grains fins se déforment plus facilement (ductile), tandis que les zones à grains grossiers se rompent plus facilement (fragile).



FIGURE 4.14 – a,b)Faciès de ruptures de l'échantillon fracturé avec différents grossissements c) Partie ductile avec fort grossissement d)Partie fragile avec fort grossissement

# Conclusion générale

Dans cette étude, l'acier inoxydable duplex a été soudé avec succès à l'acier faiblement allié HSLA X52 en utilisant le soudage par friction rotative. Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Les paramètres utilisés influencent la variation de la contrainte maximale : la pression de friction est proportionnelle à la contrainte maximale, tandis que la vitesse de rotation et le temps de friction sont inversement proportionnels.

-Les paramètres optimaux identifiés sont : une pression de friction de 100 MPa et de forgeage de 100 MPa, un temps de friction de 4 secondes et de forgeage de 4 secondes, ainsi qu'une vitesse de rotation de 2000 tr/min.

- Les examens radiographiques et ultrasonores ont révélé des défauts dus à des manques de collage pour la majorité des échantillons, à l'exception de ceux qui ont été soudés avec les valeurs les plus élevées et les plus faibles respectivement pour chaque paramètre.

- L'augmentation de la vitesse de rotation et du temps de friction accroît la zone chauffée de l'acier X52, ce qui augmente l'étendue de la zone affectée thermiquement (ZAT), provoquant un impact négatif sur la résistance de la liaison, puisque cette zone a subi un adoucissement lors du soudage.

- La valeur la plus élevée de dureté est observée à l'interface de l'acier 2205 en raison de la structure très fine résultant de la recristallisation dynamique sévère dans cette zone. En revanche, la valeur la plus faible est observée dans la zone affectée thermiquement de l'acier X52, en raison de l'adoucissement que cette zone a subi.

- Les interfaces des deux aciers ont subi une évolution microstructurale important et l'analyse EDS montre un gradient de diffusion significatif pour les éléments Cr, Ni et Mo dans différentes zones de l'interface.

#### Perspectives

- Il est recommandé, de faire plusieurs testes avec les mêmes paramètres pour surveiller la stabilité du processus et d'éliminer les résultats non cohérents.

- Il est préférable d'utiliser un diamètre supérieure à 9 mm pour faciliter l'opération de soudage.

- Il est essentiel que la machine utilisée soit équipée d'un système qui élimine les vibrations afin d'assurer une axialité parfaite.

-Afin de sélectionner les domaines de travail de chaque paramètre, il est recommandé de commencer par la vitesse de rotation la plus faible avec la pression friction la plus élevée. Si cette combinaison fonctionne, les autres fonctionneront également.

# Bibliographie

- [1] M. Colombié. Matériaux métalliques 2ème édition. Matériaux. Dunod, 2008.
- [2] B. Leffler. Stainless steels and their properties, 2005.
- [3] John C Lippold and Damian J Kotecki. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. John Wiley & Sons, 2005.
- [4] MAM Ahssi, MA Erden, M Acarer, and H Çuğ. The effect of nickel on the microstructure, mechanical properties and corrosion properties of niobium-vanadium microalloyed powder metallurgy steels. *Materials*, 13(18) :pp.4021, 2020.
- [5] Angelo Fernando Padilha and Paulo Rangel Ríos. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 42(4) :pp. 325–327, January 2002.
- [6] Jean-Louis Crolet. Métaux et alliages passivables : Règles de choix et emplois types. *Techniques de l'ingénieur*, (M153), 2000.
- [7] W. Kovach. *High Performance Stainless Steel*.
- [8] Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. 3rd edition, 2014.
- [9] M. Patel, SK Dutta, and AB Lelé. L'acier inoxydable duplex ses propriétés et applications. Journal de l'acier inoxydable, 15(2) :pp. 45–52, Février 2003.
- [10] Iris Alvarez-Armas and Suzanne Degallaix-Moreuil. Duplex Stainless Steels. ISTE Ltd and John Wiley & Sons, Inc., London and Hoboken, NJ, 2009.
- [11] Virginie Calonne. Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austeno-ferritiques moulés : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai. Theses, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, July 2001.
- [12] R.N. Gunn. Duplex Stainless Steel, Microstructure, Properties and Applications. 2000.
- [13] Daniela Ramminger Pissanti, Adriano Scheid, Luis Fernando Kanan, Giovani Dalpiaz, and Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski. Pipeline girth friction welding of the uns s32205 duplex stainless steel. *Materials Design*, 162 :pp. 198–209, 2019.
- [14] João Matias, Sérgio Tavares, Juan Pardal, and Ruan Ribeiro. Embrittlement and corrosion decay of a cast duplex stainless steel. *Materials Research*, 20, 07 2017.
- [15] Brahim Belkessa. Contribution à l'étude de la cohésion du joint de soudure hétérogène entre un acier DUPLEX et un acier HSLA. PhD thesis, USTHB, Faculté de Génie Mécanique et Génie des Procédés (FGMGP), Alger, Algérie, juillet 2017. Thèse de doctorat en Sciences des Matériaux.
- [16] Ning Li, Wilasinee Kingkam, Ziming Bao, and Cheng Zhi Zhao. Effect of alloying elements on mechanical properties of low alloy high strength steel. *Materials Science Forum*, 1007 :pp. 41–49, 2020.
- [17] Dipesh Kumar Mishra. Thermo-mechanical processing of api-x60 grade pipe line steel. Master in technology, National Institute of Technology Rourkela, 05 2014.
- [18] Yongchang Liu, Lei Shi, Chen Xi Liu, Chaulage Yu, Zesheng Yan, and Huijun Li. Effect of staged quenching on microstructures and mechanical properties of hsla steel. *Materials Science and Engineering*: A, 675 :pp. 371–378, 2016.
- [19] Wenya Li, Achilles Vairis, Michael Preuss, and Tiejun Ma. Linear and rotary friction welding review. *International Materials Reviews*, 61(2) :pp. 71–100, 2016.

- [20] Mehran Maalekian. Friction welding critical assessment of literature. Science and Technology of Welding Joining, 12 :pp. 738–759, 11 2007.
- [21] H. Zuhailawati M. B. Uday, M. N. Ahmad Fauzi and A. B. Ismail. Advances in friction welding process : a review. *Science and Technology of Welding and Joining*, 15(7) :pp. 534–558, 2010.
- [22] R. Paventhan, P.R. Lakshminarayanan, and V. Balasubramanian. Optimization of friction welding process parameters for joining carbon steel and stainless steel. *Journal of Iron* and Steel Research, International, 19(1):pp. 66–71, 2012.
- [23] D.C. Montgomery. Design and Analysis of Experiments. John Wiley & Sons, Incorporated, 2017.
- [24] W. Tinsson. *Plans d'expérience : constructions et analyses statistiques*. Mathématiques et Applications. Springer, 2010.
- [25] J. Goupy. Introduction aux plans d'expériences. Technique et ingénierie. Dunod, 2001.
- [26] Jelena Djuris, Svetlana Ibric, and Zorica Djuric. 3 experimental design application and interpretation in pharmaceutical technology. In Jelena Djuris, editor, *Computer-Aided Applications in Pharmaceutical Technology*, Woodhead Publishing Series in Biomedicine, pages pp. 31–56. Woodhead Publishing, 2013.
- [27] Rahul Mukerjee and Chi-Fang Wu. A modern theory of factorial designs. 01 2006.
- [28] Robert Mee. A Comprehensive Guide to Factorial Two-Level Experimentation. 01 2009.
- [29] Norman R. Draper and Dennis K.J. Lin. 11 response surface designs. In Design and Analysis of Experiments, volume 13 of Handbook of Statistics, pages pp. 343–375. Elsevier, 1996.
- [30] J. Goupy and L. Creighton. Introduction aux plans d'expériences. L'Usine nouvelle. Série conception. Dunod, 2006.
- [31] J.M. Cabrera, A. Mateo, L. Llanes, J.M. Prado, and M. Anglada. Hot deformation of duplex stainless steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 143-144 :pp.321–325, 2003. Proceedings of the International Conference on the Advanced Materials Processing Technology, 2001.
- [32] Chengzhi Zhao, Wilasinee Kingkam, Li Ning, Hexin Zhang, and Zhiming Li. Effect of deformation temperature on the microstructure and mechanical properties of high-strength low-alloy steel during hot compression. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(8) :pp. 4129–4139, aug 2018.
- [33] Ugur Caligulu, M. Yalcinoz, N. Kati, Zulkuf Balalan, and Serkan Islak. The effects of rotation speed and friction time for joining of aisi 4340—2205 steels by friction welding, 08 2015.
- [34] Serdar Mercan and Niyazi Ozdemir. Weldability characteristics of friction-welded aisi 2205 to aisi 1020 steels. *Welding in the World*, 61, 02 2017.
- [35] N. Rajesh Jesudoss Hynes and P. Shenbaga Velu. Effect of rotational speed on ti-6al-4v-aa 6061 friction welded joints. *Journal of Manufacturing Processes*, 32 :pp.288–297, 2018.
- [36] N. Özdemir. Investigation of the mechanical properties of friction-welded joints between aisi 304l and aisi 4340 steel as a function rotational speed. *Materials Letters*, 59(19) :pp. 2504–2509, 2005.
- [37] Furkan Sarsilmaz, Ihsan Kirik, and Serkan Bati. Microstructure and mechanical properties of armor 500/aisi2205 steel joint by friction welding. *Journal of Manufacturing Processes*, 28 :pp.131–136, 08 2017.
- [38] Shuxin Zhang, Faqin Xie, Xiangqing Wu, Jinheng Luo, Weiwei Li, and Xi Yan. The microstructure evolution and mechanical properties of rotary friction welded duplex stainless steel pipe. *Materials*, 16(9), 2023.
- [39] Youcef Belkahla, Azzeddine Mazouzi, Seif El Islam Lebouachera, Ammar Jabbar Hassan, Martin Fides, Pavol Hvizdos, Billel Cheniti, and D. Miroud. Rotary friction welded c45

to 16 nicr6 steel rods : statistical optimization coupled to mechanical and microstructure approaches. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 116 : pp.1–14, 10 2021.

- [40] Xianyong Zhu, Yuexiang Fan, Liangwen Xie, Xiong Xiao, Peng Wang, Song Yang, and Cheng Jiang. Effect of rotation speed on microstructure and mechanical properties of continuous drive friction welded dissimilar joints of 6061-t6 al and copper. *Metals*, 12 :pp. 1173, 07 2022.
- [41] Niyazi Ozdemir. Investigation of the mechanical properties of friction-welded joints between aisi 304l and aisi 4340 steel as a function rotational speed. *Materials Letters*, 59 :pp. 2504–2509, 08 2005.