

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département métallurgie

Laboratoire GSM de l'ENP

Mémoire de projet de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

Caractérisation microstructurale et mécanique de la soudure de l'acier inoxydable super duplex A790

Réalisé par : -Remzi BOUNAB

-Bilel FILALI

Sous la direction de Mme Nadia KECHOUD

Présenté et soutenu publiquement le (21/06/2016)

Composition du Jury :

Président	M .Mohamed Lamine DJEGHLAL,	Professeur	ENP Alger.
Rapporteur/ Promoteur	Mme. Nadia KECHOUD,	Maitre-assistant	ENP Alger.
Examineur	M. Mabrouk BOUABDELLAH,	Professeur	ENP Alger.
	M. Abdelmadjid KASSER,	Maitre-conférence	ENP Alger.

ENP 2016

Dédicace

Je dédie ce mémoire à ma
famille et mes amis qui m'ont soutenu
tout au long de mon parcours.

Bilel

Je dédie ce travail à toute
personne qui m'a soutenue, mes parents
ma famille et mes amis

Remzi

Remerciements

Louange à *Allah* Le Tout Puissant, pour nous avoir donné le courage et la patience nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Nous tenons à remercier *Mlle. GUENDOUI* et *M. HIMEUR* qui ont bien voulu nous proposer ce thème de recherche, encadrer les travaux y afférents menés au niveau de l'entreprise GTP.

Nous tenons également à remercier *Mme. KECHOUD Nadia*, notre promoteur pour son acceptation d'encadrer ce travail, ses encouragements, son suivi attentif et ses précieux conseils.

Nous remercions également *M. AZZAZ* et *M. ZERGOUG* pour nous avoir permis la réalisation de l'analyse DRX et le MEB au sein des laboratoires de l'USTHB, ainsi que *M. KABBA* qui nous a aidés à réaliser l'attaque électrolytique au sein de CRTI.

Que le président de jury *M. DJEGHLAL Mohamed Lamine* trouve ici nos remerciements pour nous avoir fait l'honneur de présider notre jury.

Que les membres du jury *M. BOUABDELLAH Mabrouk* et *M. KASSER Abdelmadjid* trouvent ici également l'expression de notre profonde gratitude pour avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons enfin à remercier toutes les personnes qui nous ont aidés, de près ou de loin, à réaliser notre travail.

Remzi et Bilel

ملخص:

يتمثل هذا العمل في تشخيص البنية التجزيئية والتشخيص الميكانيكي لتلحيم المعدن الأمتأكسد السوبردوبلاكس 2507. يكمن التشخيص البنيوي في توضيح البنية الاستينوفيريتية في مختلف مناطق اللحام. أما التشخيص الميكانيكي فيتمثل في إجراء عدة اختبارات هي: الصلابة، الشدة، الطي ومقاومة الانتصار.

الكلمات المفتاحية: المعادن الأمتأكسدة، الدوبلاكس، التلحيم، طريقة TIG

Abstract :

This work consists of a mechanical and microstructural characterization of the welding of super duplex 2507 steel with a filler metal ER2594. The structural characterization is intended to highlight the structure at different zones of the weld, as to the mechanical characterization we carried out, it allows to reveal the mechanical behavior. Our work started with an optical microscope observation of the microstructures at the BM, the HAZ and W. Then we realized various mechanical tests (hardness, micro-hardness, resilience and bending). Others complementary tests allowed us to better do our work (diffraction X-ray microanalysis of the composition by EDS).

Key words : Duplex stainless steel 2507, Welding, TIG.

Résumé :

Ce travail consiste en une caractérisation microstructurale et mécanique du soudage de l'acier super duplex 2507 avec un métal d'apport ER2594. La caractérisation structurale a pour but de mettre en évidence la structure au niveau des différentes zones de la soudure, quant à la caractérisation mécanique que nous avons réalisée elle permet de révéler le comportement mécanique.

Nous avons tout d'abord procédé à l'observation au microscope optique des microstructures au niveau du MB, la ZAT et la ZF, pour effectuer ensuite différents essais mécaniques comme la dureté, la micro-dureté, la résilience et le pliage. Des essais complémentaires, la diffraction des rayons X et la microanalyse par EDS, nous ont permis d'affiner un peu plus notre étude .

Mots clés : Aciers inoxydables duplex 2507, Soudage, TIG, austéno-ferritique.

Table des matières

Liste des tableaux.....	8
Liste des figures.....	9
Introduction générale.....	11
Présentation de l'entreprise.....	13
CHAPITRE 1 : Généralités sur les aciers inoxydables.	
1.1.Introduction.....	15
1.2.Historique.....	15
1.3.Les systèmes d'alliage.....	16
1.3.1. Variété allotropique du Fer pur.....	16
1.3.2. Diagramme Fer-Chrome.....	17
1.3.3. Diagramme Fer-Nickel	19
1.3.4. Diagramme Fer-Chrome-Carbone.....	19
1.3.5. Diagramme Fer-Chrome-Nickel.....	20
1.4.Influence des éléments d'alliage.....	22
1.5.Principaux constituants des aciers inoxydables.....	23
1.6.Classification des aciers inoxydables.....	24
1.6.1. Les aciers inoxydables ferritiques.....	24
1.6.2. Les aciers inoxydables austénitiques.....	24
1.6.3. Les aciers inoxydables martensitiques.....	24
1.6.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (DUPLEX).....	25
1.6.5. Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation.....	25
CHAPITRE 2 : Les aciers inoxydables duplex.	
2.1.Introduction.....	26
2.2.Etat structural.....	27
2.2.1. Evolution structurale.....	28
2.2.2. Partage des éléments d'alliage.....	29
2.2.3. Equilibre à haute température	31
2.2.4. Précipitation de phase secondaire.....	32
• Les carbures.....	32
• Les nitrures.....	33
• La phase Chi χ	34
• La phase R.....	35
• La phase π	35
• Phase sigma σ	35
2.3.Propriétés des duplex.....	36
2.3.1. Propriété mécanique.....	36
2.3.2. Les propriétés physiques.....	37
2.4.Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex.....	37
2.4.1. Soudabilité.....	37
2.4.2. Evolution de la structure dans la ZAT.....	38
2.4.3. Solidification de la zone fondue (ZF) et formation de l'austénite.....	40
2.4.3.1. Etude du bain de fusion.....	40

2.4.3.2.	Cristallographie de la solidification.....	40
2.4.3.3.	Microstructure de la zone fondue.....	42
2.4.4.	Cycle thermique.....	42

CHAPITRE 3 : Matériaux et procédures expérimentales.

3.1.	Matériaux utilisés.....	45
3.1.1.	Métal de base.....	45
3.1.2.	Métal d'apport.....	46
3.2.	Le soudage.....	46
3.2.1.	Description du procédé de soudage(GTAW)	46
3.2.2.	L'Opération de soudage.....	47
3.3.	Méthode de prélèvement des échantillons.....	48
3.4.	Examen métallographique au microscope optique.....	49
3.4.1.	Préparation des échantillons.....	50
3.4.2.	Estimation du taux de ferrite.....	50
3.4.2.1.	Méthodes des diagrammes.....	50
3.4.2.1.1.	Diagrammes utilisés.....	50
3.4.2.1.2.	Taux de dilution.....	53
3.4.2.1.3.	Calcul des équivalents chrome et équivalents nickel.....	53
3.4.2.1.4.	Détermination des points figuratifs.....	54
3.4.2.2.	Traitement d'image.....	55
3.4.2.3.	Ferritscopie.....	56
3.5.	Caractérisation mécaniques.....	56
3.5.1.	Dureté.....	57
3.5.2.	Micro-dureté.....	58
3.5.3.	Traction.....	59
3.5.4.	Pliage.....	60
3.5.5.	Résilience.....	60
3.6.	Autres caractérisation.....	62
3.6.1.	Diffraction aux rayons X.....	62
3.6.2.	Microscope électronique à balayage et microanalyse de la composition par EDS.....	63

CHAPITRE 4 : Résultats et interprétations.

4.1.	Examen métallographique.....	65
4.1.1.	Macrographie.....	65
4.1.2.	Micrographie	66
4.1.2.1.	Attaque chimique.....	66
4.1.2.2.	Attaque électrolytique.....	68
4.1.3.	Estimation du taux de ferrite	69
4.1.3.1.	Métal de base et zone affectée thermiquement.....	69
4.1.4.1.	Zone fondue.....	71
4.2.	Caractérisations mécaniques.....	73
4.2.1.	Dureté.....	74
4.2.2.	Micro-dureté.....	76
4.2.3.	Traction.....	77

4.2.4. Pliage.....	77
4.2.5. Résilience.....	78
4.3. Autres caractérisations.....	79
4.3.1. Analyse par diffraction des rayons X.....	79
4.3.2. Microanalyse par EDS.....	80
Conclusion générale.....	82
Bibliographie.....	84
Annexe.....	86
- Annexe A : Phases secondaires.....	86
- Annexe B : Métal de base.....	87
- Annexe C : Métal d'apport.....	89
- Annexe D : Soudage.....	90

Liste des tableaux

CHAPITRE II : Les aciers inoxydables duplex.

<i>Tableau 2.1. Comparatif des propriétés mécaniques des principales familles des aciers inoxydables</i>	36
<i>Tableau 2.2. Comparatif des propriétés physiques des principales familles des aciers inoxydables</i>	37

CHAPITRE III : Matériaux et procédures expérimentales.

<i>Tableau 3.1. Composition chimique du métal étudié</i>	45
<i>Tableau 3.2. Propriétés mécaniques</i>	45
<i>Tableau 3.3. Propriétés physiques</i>	45
<i>Tableau 3.4. Composition chimique du métal d'apport</i>	46
<i>Tableau 3.5. Paramètres de soudage</i>	48
<i>Tableau 3.6. Formules des Cr_{eq} et Ni_{eq}</i>	54
<i>Tableau 3.7. Conditions de travail de l'essai de dureté</i>	58
<i>Tableau 3.8. Dimensions des éprouvettes de traction</i>	59

CHAPITRE IV : Résultats et interprétations.

<i>Tableau 4.1. Taux de ferrite mesurer par traitement d'image dans le MB et la ZAT</i>	70
<i>Tableau 4.2. Taux de ferrite mesurer par ferritoscopie dans le MB et la ZAT</i>	70
<i>Tableau 4.3. Valeurs des équivalent chrome et nickel</i>	72
<i>Tableau 4.4. Taux de ferrite mesurer par traitement d'image</i>	73
<i>Tableau 4.5. Taux de ferrite mesurer par ferritoscopie</i>	73
<i>Tableau 4.6. Valeurs de dureté dans les différentes zones</i>	74
<i>Tableau 4.7. valeurs moyennes de la dureté sur les deux lignes de points</i>	74
<i>Tableau 4.8. Résultats de l'essai de traction monotone</i>	77
<i>Tableau 4.9. Résultats de l'essai de pliage</i>	77
<i>Tableau 4.10. Résultats de l'essai de résilience</i>	78
<i>Tableau 4.11. Composition chimique des phases</i>	81

Liste des figures

CHAPITRE 1 : Généralités sur les aciers inoxydables.

Figure 1.1. Domaines d'existence des phases -Fer pur-.....	16
Figure 1.2. Diagramme Fe-C.....	17
Figure 1.3. Boucle γ du diagramme Fe-Cr pour des alliages contenant environ 0.004% carbone et 0.002% azote.....	18
Figure 1.4. Diagramme Fe-Ni.....	19
Figure 1.5. (a) Diagramme ternaire Fe-Cr-C à trois dimension, (b) Projection sur le plan (T-%Cr) pour des teneurs croissantes du Carbone.....	20
Figure 1.6. Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour des valeurs croissantes en nickel.....	21
Figure 1.7. Influence du nickel sur la structure à l'équilibre d'un acier à 8% Cr et à bas carbone (C<0.1%).....	21
Figure 1.8. Influence de la teneur en chrome sur les courbes anodiques des aciers inoxydables.....	22

CHAPITRE 2 : Les aciers inoxydables duplex.

Figure 2.1. Diagramme de Schaeffle.....	27
Figure 2.2. Evolution de la microstructure d'un acier inoxydable DUPLEX coulé durant laminage.....	28
Figure 2.3. Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 68% Fe.....	28
Figure 2.4. L'Evolution du coefficient de partage K en fonction de la température.....	30
Figure 2.5. Diffusion de l'azote en fonction des autres éléments d'alliage.....	30
Figure 2.6. Effet de l'Azote sur le diagramme Fe-Cr-Ni a 68% de fer.....	31
Figure 2.7. Diagramme TTT, précipitation possible dans les aciers inoxydables duplex.....	32
Figure 2.8. Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite formation des carbures.....	33
Figure 2.9. Image obtenue par MEB, surface polie d'un acier super duplex 2207 vieilli pendant 10 min à 850°C.....	34
Figure 2.10. Image obtenue par microscope électronique à transmission d'un acier soudé 22Cr-8Ni-3Mo après vieillissement de 24h à 600°C.....	35
Figure 2.11. Différentes régions de la ZAT et microstructure au voisinage de la zone fondue.....	38
Figure 2.12. Cycle thermique d'un duplex obtenu près de la ligne de fusion dans la zone affectée thermiquement.....	39
Figure 2.13. Représentation schématique du bain de fusion. (a) Schéma en 3D (b) Schéma en 2D.....	40
Figure 2.14. Solidification épitaxiale.....	41
Figure 2.15. Croissance épi-axiale et sélective pour une trajectoire de solidification T.....	41
Figure 2.16. Courbes des cycles thermiques de soudage.....	43
Figure 2.17. Variation de la température en fonction de la distance x.....	44

CHAPITRE 3 : Matériaux et procédures expérimentales.

Figure 3.1. Principe de soudage à l'arc électrique avec une électrode réfractaire (GTAW).....	47
Figure 3.2. Représentation schématique de l'opération de soudage.....	47
Figure 3.3. Schéma du mode de prélèvement de l'échantillon.....	49
Figure 3.4. Principe du microscope optique piloté par ordinateur.....	49
Figure 3.5. Diagramme de Schaeffler.....	51
Figure 3.6. Diagramme de DeLong.....	52
Figure 3.7. Diagramme de WRC 1992.....	52
Figure 3.8. Calcul du taux de dilution.....	53
Figure 3.9. Mesurer les aires pour le calculer le taux de dilution.....	53

Figure 3.10. Programme Excel permettant l'exploitation du diagramme de Schaeffler.....	55
Figure 3.11. Schéma du prélèvement des micrographies pour le traitement d'image.....	55
Figure 3.12. Image traitée par « IMAGE J ».....	56
Figure 3.13. Feritscope.....	56
Figure 3.14. Représentation schématique des points de dureté.....	57
Figure 3.15. Schéma de principe d'un essai de Vickers.....	57
Figure 3.16. Schéma représentatif des profils de micro-dureté.....	58
Figure 3.17. Géométrie d'éprouvettes de traction plate à section rectangulaire.....	59
Figure 3.18. Principe essai de pliage : (a) endroit (b) envers.....	60
Figure 3.19. Schéma d'une éprouvette de résilience, Charpy en V.....	61
Figure 3.20. Représentation du mouton-pendule rotatif et des hauteurs à prendre en compte pour le calcul de l'énergie absorbée.....	62
Figure 3.21. Diffraction des rayons X selon Bragg.....	62
Figure 3.22. Crystal match impact.....	63
Figure 3.23. Interaction d'un faisceau d'électrons primaire avec l'échantillon.....	64

CHAPITRE 4 : Résultats et interprétations.

Figure 4.1. Macrographie du profil du joint soudé.....	65
Figure 4.2. Microstructure du joint soudé–attaque chimique- (X500).....	66
Figure 4.3. microstructure du métal de base –attaque chimique- (X500).....	67
Figure 4.4. Microstructure de la ZAT surchauffée (ZAT1).....	67
Figure 4.5. Microstructure de la ZAT recuite (ZAT2).....	67
Figure 4.6. Microstructure de la zone fondue –attaque chimique- (X500).....	68
Figure 4.7. Métal de base.....	69
Figure 4.8. ZAT.....	69
Figure 4.9. zone fondue.....	70
Figure 4.10. Taux de ferrite dans le métal de base et dans la ZAT obtenu par «IMAGE J».....	71
Figure 4.11. Taux de ferrite dans le métal de base et dans la ZAT obtenue par la méthode magnétique.....	71
Figure 4.12. Diagramme de Schaeffler.....	72
Figure 4.13. Taux de ferrite dans la zone fondue.....	73
Figure 4.14. Représentation schématique des points de dureté.....	74
Figure 4.15. Les valeurs moyennes de la dureté des deux lignes.....	75
Figure 4.16. Représentation schématique des profils de micro-dureté.....	76
Figure 4.17. Evolution de la micro-dureté en fonction de la distance x	76
Figure 4.18. Energie absorbée lors de l'essai de résilience.....	78
Figure 4.19. Spectre de diffraction obtenu dans le cordon de soudure.....	80
Figure 4.20. Spectres d'analyse de la composition chimique dans la zone fondue (a) austénite γ , (b) ferrite α et (c) sigma σ	81

Introduction générale

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques « duplex » sont des alliages biphasés à base d'acier constitués d'environ 50% d'austénite γ et 50% de ferrite δ . Leur utilisation est en expansion permanente. De nos jours, ils sont largement répandus dans l'industrie grâce à leurs propriétés mécaniques et leur grande résistance à la corrosion dans de nombreux domaines combinant des milieux agressifs et des sollicitations mécaniques élevées. Leur composition a progressivement évolué, notamment avec l'apparition d'alliage avec des teneurs en azote plus élevées conférant au matériau plus de stabilité et de résistance à la corrosion par piqûres.

On estime aujourd'hui que 60 à 80% de la production mondiale de l'acier est destinée à la fabrication des produits soudés. Le soudage est utilisé dans différents secteurs de l'industrie et en particulier dans le domaine pétrolier, pour le raccordement des tuyauteries destinées au transport des fluides inflammables tels que le gaz ou le pétrole.

Nous nous proposons donc d'étudier ces assemblages par le biais d'une caractérisation microstructurale et mécanique d'un joint de soudure réalisé en acier austéno-ferritique, de type **ASTM A790**, en position G5 avec un métal d'apport **ER2594** par le procédé de soudage **GTAW** (TIG). Le dit joint de soudure a été réalisé au niveau du **GTP** où nous avons également réalisé une partie de nos investigations.

Pour ce faire nous avons procédé à :

- La caractérisation structurale qui a consisté en l'observation au microscope optique des microstructures au niveau du métal de base (MB), de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone fondue (ZF), cette caractérisation a été suivie de l'estimation du taux de ferrite dans ces zones et ce par différentes méthodes (traitement d'image, ferritoscopie et diagramme de Schaeffler).
- La caractérisation mécanique, qui a englobé différentes essais : dureté, micro-dureté, traction, pliage et résilience.
- D'autres méthodes de caractérisations comme l'analyse par diffraction des rayons X et la microanalyse par EDS.

Notre présent mémoire est composé de deux parties :

- La première partie, consacrée à l'étude bibliographique, est constituée de deux chapitres dans lesquels nous présentons les aciers inoxydables de façon générale : diagrammes binaire et ternaire, l'influence des éléments d'alliage et un aperçu sur les familles des aciers inoxydables. Ensuite dans le second chapitre, nous avons abordé les aciers inoxydables duplex de façon plus détaillée : évolution de la structure, les propriétés mécaniques et physiques et la métallurgie de soudage.
- La deuxième partie, qui concerne l'approche expérimentale, est constituée également de deux chapitres. Dans le premier chapitre, nous exposons le matériau étudié ainsi que les

différentes méthodes de caractérisations expérimentales que nous avons réalisées. Dans le second chapitre nous regroupons les résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

Notre travail s'achève par une conclusion générale où nous reprendrons l'ensemble de nos constatations.

Présentation générale

GTP est une entreprise de grande envergure spécialisée dans la construction en tous corps de métiers, de Grands Ensembles Industriels et de Canalisations dans, principalement, les domaines Oil&Gas et Energy.

Sa présence sur le marché depuis maintenant plus de 40 années, lui a permis de développer un large portefeuille d'activités et d'accumuler un savoir-faire, une expertise et des capacités qui l'ont hissé au statut d'Entreprise Leader.

GTP a collaboré avec les grands constructeurs internationaux (General Contractors) dans la réalisation de la majorité des installations dont dispose Sonatrach dans le secteur des Hydrocarbures.



Missions de GTP

- Construction de Grands Ensembles Industriels dans le domaine des hydrocarbures (Oil&Gas) et de l'énergie,
- Pose de Canalisations (Pipelines),
- Maintenance des Equipements et des Installations Industrielles,
- Engineering, Procurement et Contrôle de réalisation,
- Expertise et Contrôle dans le domaine du soudage.

Marchés

- Secteur hydrocarbures.
- Secteur Chimie et pétrochimie.
- Secteur Energie électrique.
- Secteur Agro-alimentaire.
- Secteur Matériaux de construction.

Activités

- Etudes, procurement, supervision, essais et mise en service d'installations industrielles.
- Génie civil et bâtiments industriels (terrassment massifs pour équipement).
- Génie mécanique (préfabrication et montage des structures métalliques, de tuyauterie, d'équipements statiques et dynamiques).
- Génie électrique (installation d'équipements électriques et d'instrumentation, étalonnage et montage des instruments).
- Canalisation (topographie, bardage de tubes, soudage et contrôle, tests hydrostatiques et protection cathodique).
- Soudage procédés SMAW, GTAW, GMAW, FCA, SAW.
- Contrôle (non destructif par rayons X, rayons Gamma et destructif par compression, traction, pliage, résilience et macrographie).
- Traitement thermique.
- Maintenance industrielle (intervention préventive et curative).

CHAPITRE 1 : GENERALITE SUR LES ACIERS INOXYDABLES

1. Généralités sur les aciers inoxydables

1.1. Introduction

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base d'acier, ils comportent une teneur massique en Chrome assez importante (supérieure à 10.5%), mais ne contiennent que peu de Carbone (moins de 1.2%) pour éviter la précipitation des carbures de Chrome. La présence d'un taux « élevé » de Chrome permet la formation d'une couche fine, invisible et adhérente à la surface du métal, cette couche passive, a la capacité de se former et de s'auto-régénérer au simple contact de l'oxygène. Du fait que l'Oxyde de Chrome formé sur la surface est insoluble et inerte, il établit un obstacle pour la progression de l'oxygène dans le métal et par conséquent apporte de la résistance à la corrosion. Cette couche se forme par la réaction du Chrome avec le dioxygène de l'air selon la réaction suivante : $4 \text{Cr} + 3 \text{O}_2 \rightarrow 2 \text{Cr}_2\text{O}_3$ [1,2].

Les aciers inoxydables ont des propriétés mécaniques et physiques très différentes de celles des aciers non alliés. En effet, ils sont ductiles, malléables, bons conducteurs de chaleur et d'électricité, et ont la particularité de conserver ces propriétés à basse et à haute température ce qui leurs a permis de s'imposer dans les environnements les plus agressifs et dans plusieurs domaines (industrie chimique/pétrochimique, agroalimentaire, pharmaceutique, automobile, transport, bâtiment ...). La structure de ces derniers est influencée principalement par leur composition chimique, éléments d'addition et leurs teneurs (tel que le Nickel, le Molybdène, le Titane ...etc.). Le Chrome et le Nickels caractérisent ces aciers, respectivement alpha-gène et gamma-gène le premier favorise la formation d'une structure « alpha » cubique centrée (ferrite) tandis que le second favorise la formation d'une structure « gamma » cubique à face centrée (austénite)[3].

D'autres éléments ont la même influence que le Chrome ou le Nickel ce qui a mené à introduire la notion de Cr équivalent et Ni équivalent :

$$\text{Cr}_{\text{éq}} = \% \text{Cr} + \% \text{Mo} + 1.5 * \% \text{Si} + 0.5 * \% \text{Nb}$$

$$\text{Ni}_{\text{éq}} = \% \text{Ni} + 30 * \% \text{C} + 0.5 * \% \text{Mn}$$

Les aciers inoxydables peuvent être classés selon plusieurs critères, la composition chimique (teneur des éléments alpha-gène ou gamma-gène), les principales propriétés d'utilisation (Résistance à la corrosion, résistance au fluage...etc.) et/ou la structure cristalline. Cependant, la classification la plus répandue reste celle fondée sur la structure cristalline et permet de classer les aciers inoxydables en quatre grandes familles : Les aciers inoxydables ferritiques, austénitiques, martensitiques, austénito-ferritiques (dits DUPLEX) et à durcissement par précipitation [4].

1.2. Historique

L'histoire des aciers inoxydables débute en 1821 quand le minéralogiste français BERTHIER rapporte que l'acier au Chrome présente une certaine résistance à la corrosion. D'abord en 1904, L. GUILLET puis A. POTREVIN publièrent des études relatives à la structure et aux propriétés des alliages Fe-Cr couvrant des nuances martensitique à 13% de

Chrome et ferritique a 17% de Chrome. Ensuite en 1909, L. GUILLET publia une étude sur les aciers au Cr-Ni (austénitique) complétant ainsi ses études précédentes et permit de classer ces alliages en fonction de leurs structures en définissant les trois grandes familles.

Mais ce n'est qu'à partir de 1911 que le terme acier inoxydable apparaît lorsque les allemands P. MONNARTZ et W. BORCHERS découvrent l'importance d'une teneur minimale de Chrome (10.5%) à partir de laquelle la résistance à la corrosion devient significative, ils sont aussi les premiers à publier des travaux détaillant l'effet du Molybdène sur la résistance à la corrosion des alliages Fe-Cr.

En 1912, à Sheffield en Angleterre alors que H. BEARLEY était chargé, par un fabricant d'armes, d'augmenter la durée de vie des canons d'armes à feu qui s'usaient trop rapidement. Pendant ses expériences BREARLEY élaborera différentes nuances de l'alliage Fe-Cr qui seraient résistantes à l'usure, en 1913 il élaborera un acier avec 12.8% de Chrome supposé être le premier acier inoxydable élaboré dans le monde.

En Suède, l'intérêt porté aux aciers inoxydables augmente à partir de 1914, le premier acier inoxydable a été produit en 1921 à Langshyttan par kloster AB, un acier de 15% Cr. La production d'acier inoxydable à Krefeld, en Allemagne, s'est faite le 17 octobre 1912.

Les aciers inoxydables duplex ont d'abord été développés à Avesta en 1930 visant deux propriétés, la résistance à la chaleur et à l'oxydation, composés de 26Cr-5 Ni - 1 Mo. Au cours des années 1970 les DUPLEX ont été maîtrisés avec l'addition du Nitrogène [5,6].

1.3. Les systèmes d'alliage

Avant d'entamer les différents diagrammes binaires (Fe-Cr et Fe-Ni) et ternaire (Fe-Cr-Ni) des aciers inoxydables, il faut d'abord citer brièvement les différentes phases existantes et les températures de transformation du fer pur car cela nous permettra de comprendre ce que nous allons étudier.

1.3.1. Variété allotropique du Fer pur

Le fer cristallise en deux réseaux cristallins, cubique centré (CC) et cubique à faces centrées (CFC), la *figure 1.1* montre les domaines d'existence des formes allotropiques citées.

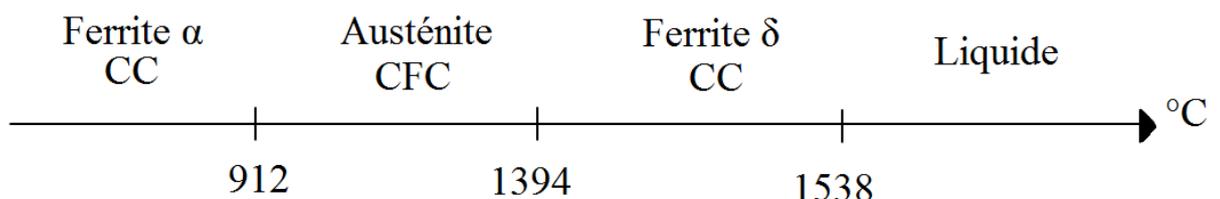


Figure 1.1. Domaines d'existence des phases -Fer pur-.

- *Basse température jusqu'à 912°C : les atomes du fer sont arrangés dans un réseau cubique centré, cet arrangement est dit fer alpha (α).*
- *Température allant de 912 à 1394°C : le fer cristallise dans un réseau cubique à faces centrées que l'on appelle fer gamma (γ).*
- *Température allant de 1294°C au point de fusion (1538°C) : le fer cristallise dans un réseau cubique centré appelé fer delta (δ).*

Le chrome est un élément stabilisant de la ferrite tandis que le nickel stabilise l'austénite.

1.3.2. Diagramme Fer-Chrome

Le diagramme binaire à l'état d'équilibre Fe-Cr (*figure 1.2*) révèle que la phase (γ) existe dans un domaine appelé « boucle γ » tandis que le domaine de la phase α est beaucoup plus important. Cette différence est due à la structure cristallographique du chrome qui cristallise dans un réseau cubique centré favorisant la phase α (élément alpha-gène), ce qui est un phénomène classique d'isomorphisme.

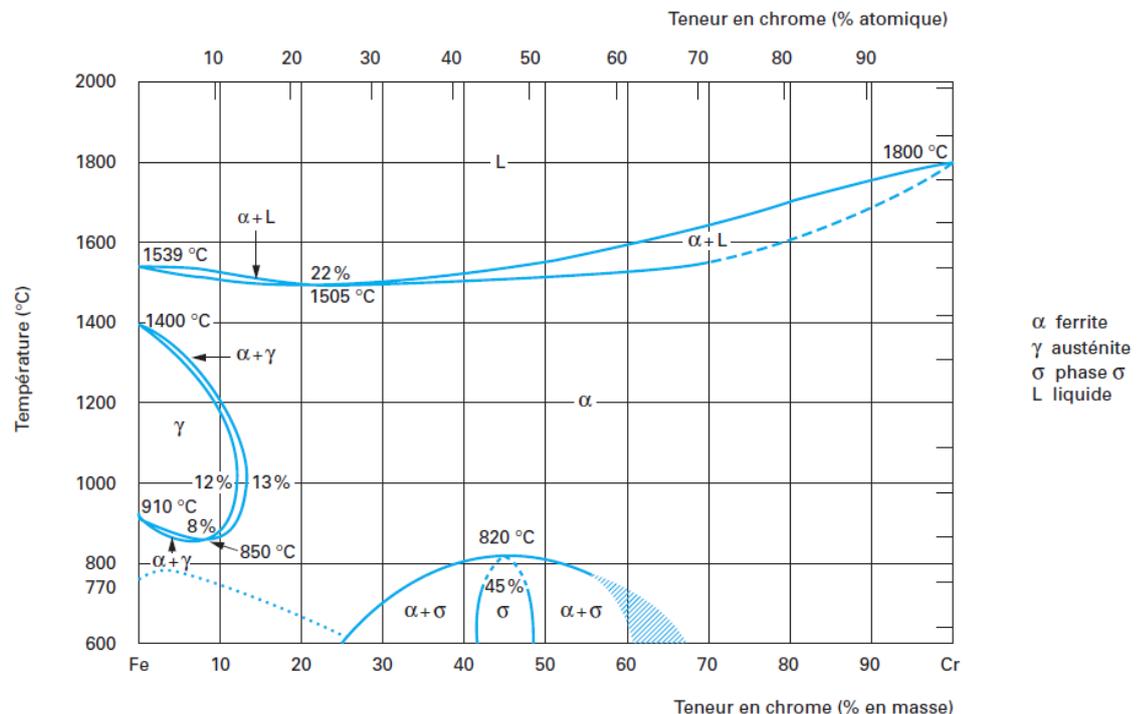


Figure 1.2. Diagramme Fe-C [10].

Suivant le diagramme binaire Fe-Cr on peut le partager en trois régions selon la teneur en chrome

- *Chrome < 10.5. Ces alliages peuvent être partiellement ou totalement austénitiques et donc subir au chauffage une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ et inversement au refroidissement lent ou rapide.*

- *Chrome > 11.5. Seul le domaine α existe. L'alliage ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (α)*
- *Chrome entre 10.5 et 11.5. Les deux phases α et γ coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\alpha+\gamma$.*

La boucle γ présentée sur la **Figure 1.3** montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ et inversement au refroidissement. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine α existe. L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase α). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases α et γ coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\alpha + \gamma$.

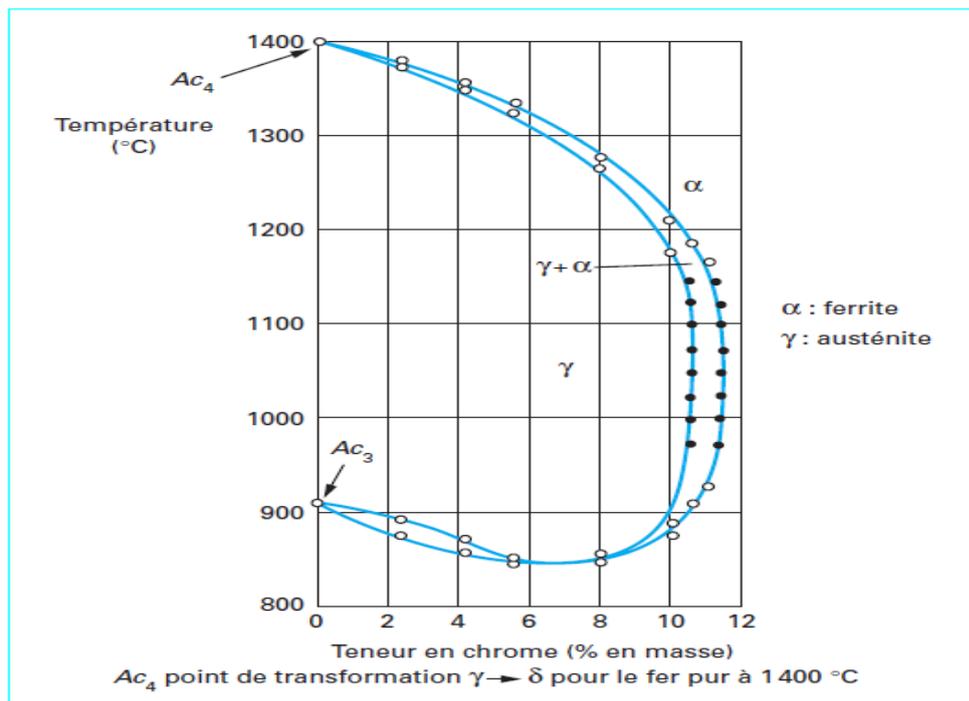


Figure 1.3. Boucle γ du diagramme Fe-Cr pour des alliages contenant environ 0.004% carbone et 0.002% azote [10].

Une phase intermétallique fragilisante dite « phase σ » peut aussi apparaître sous certaines conditions. Cette phase se développe à une température inférieure à 820 °C avec une teneur en chrome suffisante, supérieure à 25%. Les alliages à très haute teneur en chrome ($\text{Cr} > 30\%$) sont particulièrement sensibles à ce phénomène. Cependant, son domaine d'existence peut également être rencontré dans les aciers à 17 % de chrome ayant subi un long maintien en température entre 550 à 850 °C. Cette situation est rare et elle ne peut se présenter que lors du refroidissement de pièces moulées présentant une très grande inertie thermique ou lors du soudage multi-passe à l'arc d'assemblages de forte section [6,7].

1.3.3. Diagramme Fer-Nickel

Le rôle du nickel dans le fer est opposé à celui du chrome. Il élargit et encourage le domaine austénitique pour des raisons d'isomorphisme, car c'est un élément gamma-gène qui cristallise dans un réseau cubique à faces centrées. Le diagramme Fe-Ni (*Figure 1.4*) montre qu'aux fortes teneurs en nickel les alliages sont de phase austénitique à la température ambiante, mais aux faibles teneurs en nickel (inférieur à 5%) ils existent en phase ferritique. Cela dit, pour des teneurs intermédiaires les alliages Fe-Ni se transforment depuis le domaine austénitique γ en $\alpha+\gamma$ durant un refroidissement lent [7, 9].

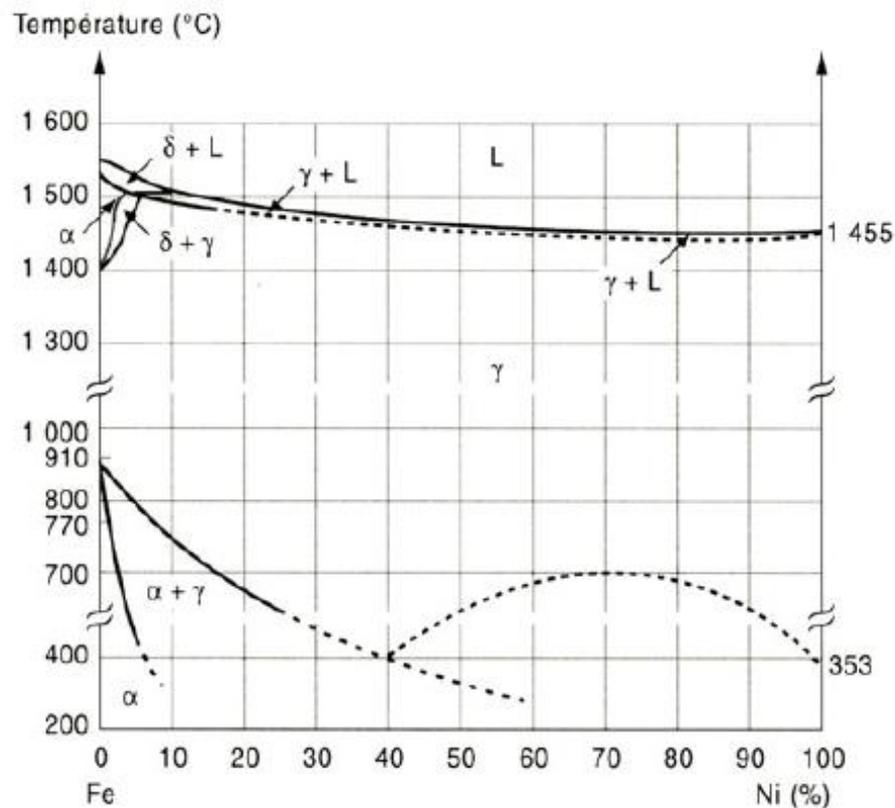


Figure 1.4. Diagramme Fe-Ni [7].

1.3.4. Diagramme Fer-Chrome-Carbone

Le diagramme ternaire Fe-Cr-C (*Figure 1.5. (a)*) schématise le comportement du domaine austénitique. En ajoutant du carbone à l'alliage Fe-Cr, on constate que le domaine d'existence de la phase γ s'élargit en température et en concentration. Par projection du diagramme ternaire sur le plan T-%Cr (*Figure 1.5. (b)*), on voit clairement que plus la teneur en carbone est élevée plus la boucle γ est étendue. Ainsi, par exemple, pour un alliage Fe-Cr à 17% en Chrome, entièrement ferritique, on peut avoir l'apparition de la phase γ entre les deux températures T1 et T2 par ajout d'une quantité suffisante de carbone[8,9].

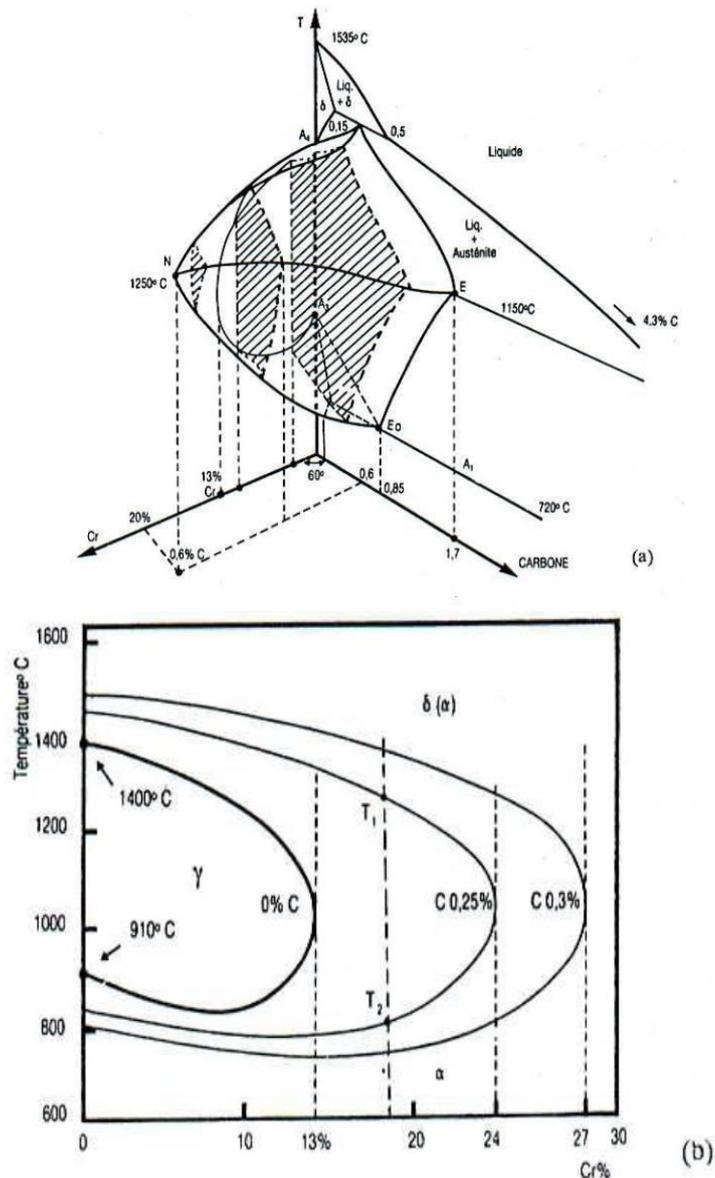


Figure 1.5. (a) Diagramme ternaire Fe-Cr-C à trois dimension, (b) Projection sur le plan (T-%Cr) pour des teneurs croissantes du Carbone [8].

1.3.5. Diagramme Fer-Chrome-Nickel

Le nickel cristallise dans un réseau cubique à faces centrées. De ce fait il favorise la phase γ . La **Figure 1.6** représente une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni et montre le déplacement de la boucle γ vers des teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur du nickel.

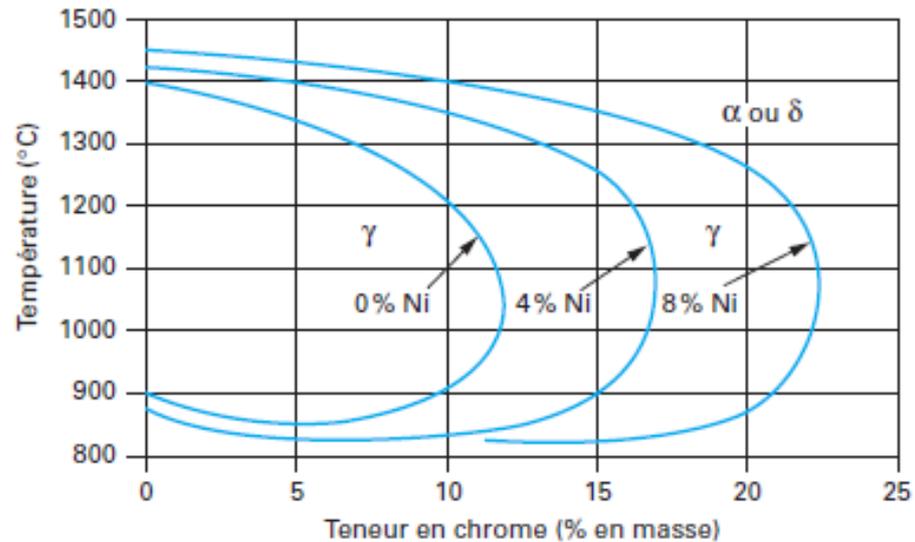


Figure 1.6. Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour des valeurs croissantes en Nickel [10].

La **Figure 1.7** représente le diagramme des phases d'un acier à basse teneur en carbone ($C < 0.1\%$), contenant 18% de chrome. En fonction de la teneur en nickel, on remarque que si le taux du nickel est inférieur à 2% l'alliage est ferritique dans tout l'intervalle de température. Au-delà de 2% une structure biphasée apparaît, dite austéno-ferritique ($\alpha + \gamma$). Si le taux de nickel dépasse 4% le domaine de la phase gamma s'étend de la température de fusion jusqu'à 500°C pour des teneurs en nickel allant de 8 à 10% [6].

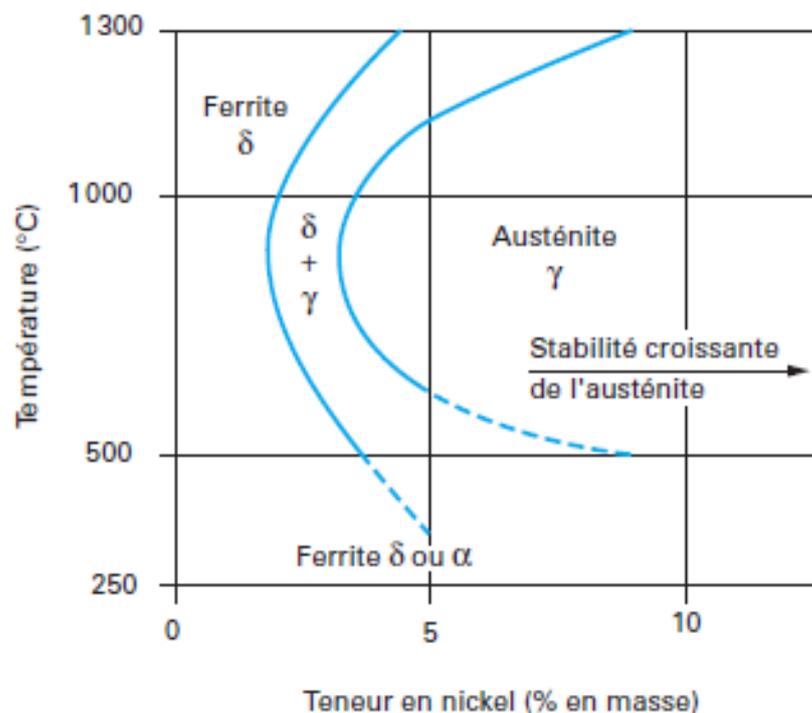


Figure 1.7. Influence du nickel sur la structure à l'équilibre d'un acier à 8% Cr et à bas carbone ($C < 0.1\%$) [10].

1.4. Influence des éléments d'alliage

Les principaux éléments qui ont une influence sur les propriétés et la structure des aciers inoxydables sont divisés en deux groupes : les éléments alpha-gènes, qui favorisent la ferrite (Cr, Mo, Si, Ti, Nb, V et W), et les éléments gamma-gène qui favorisent l'austénite (Ni, C, N, Mn).

Le chrome élément alpha-gène, à l'origine du phénomène de passivation, améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion. Il forme avec le carbone des carbures qui réduisent la ductilité et la ténacité du matériau. Cependant, à partir d'une certaine teneur, le chrome peut affecter défavorablement les propriétés mécaniques, l'usinabilité et la soudabilité par la formation d'intermétallique, à cet effet, il est préférable d'ajouter d'autres éléments pour améliorer la résistance à la corrosion. La **Figure 1.8** montre que plus la teneur en chrome est importante plus le domaine de passivation s'élargit [2, 3, 10].

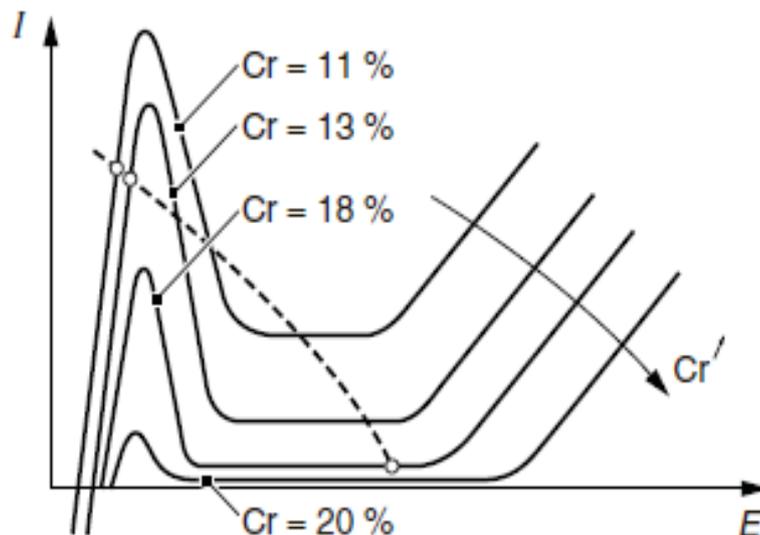


Figure 1.8. Influence de la teneur en chrome sur les courbes anodiques des aciers inoxydables [1].

Le molybdène est un alpha-gène. Il stabilise la couche passive et favorise la repassivation, ce qui améliore la résistance à la corrosion uniforme et en milieu agressif, en particulier ceux qui sont acides. Il réagit avec le carbone, en formant des carbures plus fins et plus stables que le chrome. Il est particulièrement efficace pour améliorer la résistance à la corrosion par piqure et crevasse [2, 3, 10].

Le carbone est fortement gamma-gène. Pour les aciers inoxydables, il améliore la résistance à haute température, la dureté et l'usinabilité. En réagissant avec le chrome, il favorise la corrosion inter-granulaire par la formation du Cr_{23}C_6 [2, 3, 10].

L'azote, gamma-gène, favorise et stabilise l'austénite, améliore l'usinabilité et la résistance à la corrosion par piqûres. Il retarde la formation du composé intermétallique Cr-Mo dans les aciers austéno-ferritiques et endurecit l'acier [2, 3, 10].

Le nickel, gamma-gène, en quantité suffisante stabilise la phase austénitique, améliore les propriétés mécaniques et l'usinabilité et enfin favorise la repassivation. En augmentant la teneur du nickel jusqu'à 10%, on aura une diminution de la résistance à la corrosion sous tension, mais au-delà de ce taux, il y a restauration de cette propriété. A 30% de Ni, cette même résistance est atteinte [2, 3, 10].

Le manganèse est un gamma-gène. En petite quantité et en l'associant au nickel, il nous évite l'utilisation d'une grande quantité de nickel seul. Cependant, le remplacement total du Ni par le Mn n'est pas pratique. Une grande quantité de manganèse engendre de bonnes propriétés mécaniques. Il réagit avec les sulfures pour former des sulfures de manganèse dont la morphologie peut avoir des effets positifs sur la résistance à la corrosion, en particulier celle par piqûres [2, 3, 10].

1.5. Principaux constituants des aciers inoxydables

Les éléments constituant les aciers inoxydables se divisent en deux parties : la matrice et les constituants mineurs, qui eux sont divisés en deux : phases interstitielles et phases intermétalliques [1, 11].

La Matrice qui peut être ferritique ou austénitique. Les transformations allotropiques du fer entraînent la structure finale des aciers inoxydables, en tenant compte des effets stabilisateurs des éléments d'additions des phases α ou γ (alpha-gène ou gamma-gène).

Les phases interstitielles sont à base de chrome et d'un élément interstitiel. Le chrome est un élément carburigène. De ce fait il se joint au Carbone formant ainsi des carbures de type Cr_{23}C_6 . D'autres éléments interstitiels peuvent se substituer au carbone, comme le bore qui forme avec le chrome un carbo-borure de type $\text{Cr}_{23}(\text{B},\text{C})_6$. Ces carbures peuvent favoriser la corrosion inter-granulaire et par piqûre.

D'autres carbures de chrome peuvent se former comme celui de formule générale M_7C_6 (hexagonal ou orthorhombique) ou/et de formule M_6C (CFC) ainsi que des nitrures du type CrN et Cr_2N .

Les phases intermétalliques les plus fréquentes sont :

- La phase sigma (σ) de formule (FeCr) .
- La phase de Laves (R) de formule (Fe_2Mo)
- La phase Chi (χ) de formule $(\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10})$

On peut aussi rencontrer d'autres phases intermétalliques comme (Ni_3Nb) , (Ni_3Ti) . La précipitation des phases intermétalliques est un phénomène indésirable qui peut causer l'appauvrissement de la matrice en éléments d'alliages, aussi elles peuvent réduire la ténacité, la ductilité et la résistance à la corrosion (Voir annexe A).

1.6. Classification des aciers inoxydables

Dans l'industrie il existe plus de deux milles compositions chimiques d'acier inoxydable chacune avec ses propres propriétés. Généralement ils sont classés selon leurs structures en 04 grandes familles. Cette classification est basée sur la composition chimique et les traitements thermiques appliqués comme suit [2, 11].

1.6.1. Les aciers inoxydables ferritiques

Comme leur nom l'indique, ils ont une structure ferritique (cubique centré), comme celle du fer à température ambiante, ils ont la même structure à toute température sous réserve de ne pas traverser la boucle γ . Ils contiennent entre 10.5% à 30% de chrome et selon les propriétés recherchées d'autres éléments sont ajoutés. Contrairement aux austénitiques ils sont ferromagnétiques jusqu'à leurs point de Curie (environ 750°C), ils ont une bonne ductilité et une résistance à haute température relativement faible comparées à celle des austénitiques. Avant 1960, et à cause des moyens de l'époque des difficultés étaient rencontrées durant le soudage et l'usinage des ferritiques ce qui limitait leur utilisation. Mais avec les progrès en matière de procédés d'élaboration le taux de carbone et du nickel ont été réduits, le coût a diminué et la fabrication s'est développée et leurs applications se sont intensifiées.

1.6.2. Les aciers inoxydables austénitiques

Structure cubique à faces centrées, c'est la structure de l'acier à haute température (entre 910 et 1410°C). Pour la maintenir à la température ambiante l'ajout, d'éléments gamma-gène (Ni, Mn, N) est nécessaire. Ils font baisser la température de la transformation martensitique. Les aciers inoxydables austénitiques contiennent entre 16 à 26% de chrome et jusqu'à 35% de nickel, ils sont amagnétiques, et ont d'excellente propriétés cryogéniques et une bonne rigidité à haute température. D'autres éléments peuvent être ajoutés pour des propriétés particulières. La nuance 18-8 est de loin la plus répandue des aciers inoxydables, le taux de chrome (18%) garantie une résistance à la corrosion, le taux de nickel (8%) en plus de maintenir l'austénite, réduit la corrosion dans plusieurs environnements.

1.6.3. Les aciers inoxydables martensitiques

Sont des alliages à base de fer et de chrome dont la structure quadratique hybride est obtenue par un refroidissement rapide de l'austénite stable (situé à l'intérieur de la boucle γ). Ils contiennent un taux de chrome allant de 10.5% à 18% et un taux de carbone pouvant dépasser les 1.2%, ils sont ferromagnétiques et durcissent par traitement thermique. L'ajout du nickel (jusqu'à 6%) à ces alliages permet l'amélioration de la résistance à la corrosion et la dureté, tandis que l'usinage est amélioré par l'ajout de soufre ou de silicium.

1.6.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (DUPLEX)

Ils présentent une structure biphasée ($\alpha+\gamma$) obtenue par refroidissement à l'ambiante par hypertrempe de l'alliage situé dans le domaine ($\alpha+\gamma$), où l'austénite et la ferrite sont de proportion proche (équilibre des éléments alpha-gènes et gamma-gènes). Ces aciers ont des propriétés de résistance à la corrosion comparables à celles des aciers austénitiques de composition similaire. Cependant ils ont une meilleure résistance à la traction et à la corrosion sous tension. Ils sont intéressants dans la mesure où ils combinent les propriétés des deux phases, de plus, ils représentent la meilleure solution lorsqu'un compromis entre la résistance à la corrosion (particulièrement sous tension) et la dureté est nécessaire. On s'y intéresse aussi dans le cas de la superplasticité, s'agissant d'une déformation plastique à haute température qui se caractérise par un allongement pouvant dépasser les 1000% au cours d'un essai de traction.

1.6.5. Les aciers inoxydables à durcissement par précipitation

Ils sont une famille d'aciers inoxydables, souvent de matrice martensitique (parfois austénitique), contenant en plus d'un taux de chrome compris entre 15 et 17%, des éléments qui ont la particularité de durcir par précipitation tel que le cuivre, aluminium ou le titane et dont les propriétés mécaniques sont obtenues par un traitement de durcissement à partir de précipité (Ni_3Al , Ni_3Ti , Ni_3Cu).

CHAPITRE 2 : LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

2. Les aciers inoxydables duplex

2.1. Introduction

Les aciers inoxydables duplex ou austéno-ferritique sont des alliages Fer-Chrome-Nickel biphasés dans lesquelles les deux phases coexistent avec des proportions relativement proches. Le taux de carbone dans les duplex est très bas (inférieur à 0.03%), celui du chrome peut aller de 20 jusqu'à 30%, celui du nickel de 4 à 7%. L'ajout d'éléments tel que le molybdène, l'azote, le tungstène et le cuivre permet dans un premier temps l'équilibre des deux phases (éléments alpha-gène et gamma-gène) et l'amélioration des diverses propriétés dans un deuxième temps.

Les aciers inoxydables duplex ont des propriétés qui découlent de ceux des phases présentes et qui leur sont étroitement liées. La phase austénitique est excellente en soudage et en dureté à basse température et une faible résistance à la corrosion sous contrainte en milieu chloruré, tandis que la phase ferritique a une bonne résistance à la corrosion sous contrainte en milieu chloruré, particulièrement à l'état soudé. Ce qui confère aux DUPLEX un excellent comportement vis-à-vis la résistance à la corrosion, environ deux fois supérieur à celui des aciers austénitiques, ils présentent aussi une très bonne résistance à la corrosion sous tension et par piqûres qui est le problème majeur en pétrochimie et en milieu marin. Au soudage ils sont meilleurs que les aciers inoxydables ferritiques et généralement moins bons que les austénitiques, et ils offrent une combinaison très intéressante pour des températures allant de -60°C à +300°C où la résistance aux acides et aux chlorures liquides est nécessaire.

Les aciers inoxydables duplex ont été décrits pour la première fois en 1927 par Bain et Griffiths, ils ont connus un développement particulièrement important durant les années 70/80, et plusieurs nuances sont apparues. Les premiers alliages contenaient environ 18% de Cr et de 4 à 7% de Ni, actuellement les duplex contiennent de 18 à 26% de Cr, 4 à 7% de Ni, jusqu'à 4.5% de Mo, 0.7% de Cu, et de 0.08 à 0.35% de N. Les modifications opérées sur les duplex depuis leur apparition jusqu'à aujourd'hui ont permis des améliorations des propriétés de corrosion, d'usinage et de soudage. Ils peuvent être divisés en 04 grandes familles :

- FE-23CR-4NI-0.1N
- FE-22CR-5.5NI-3MO-0.15N
- FE-25CR-5NI-2.5MO-0.17N-CU
- FE-25CR-7NI-3.5MO-0.25N-W-CU

Les performances des duplex peuvent être fortement influencées par le soudage, par conséquent les paramètres de ce dernier et le métal d'apport doivent être soigneusement choisis pour garder la balance entre les proportions des deux phases présentes et éviter la formation et la précipitation de phases intermétalliques indésirables. Si les proportions sont fortement affectées le risque de perte des propriétés devient important [12,13].

Récemment, l'utilisation de l'azote comme élément d'addition gamma-gène s'est imposée pour remplacer le nickel, car moins coûteux et permet durant le soudage la reformation rapide de l'austénite, ce qui améliore les propriétés de corrosion.

Certains éléments ont la même influence sur la structure que le chrome ou le nickel, avec des importances relatives (exemple : 1%Ni = 30%C), ce qui a permis l'introduction des notions de chrome équivalent et nickel équivalent. Le diagramme de Schaeffler (*Figure 2.1*) permet de situer de façon approximative la structure finale de l'alliage à la température ambiante en fonction du Cr éq et Ni éq.

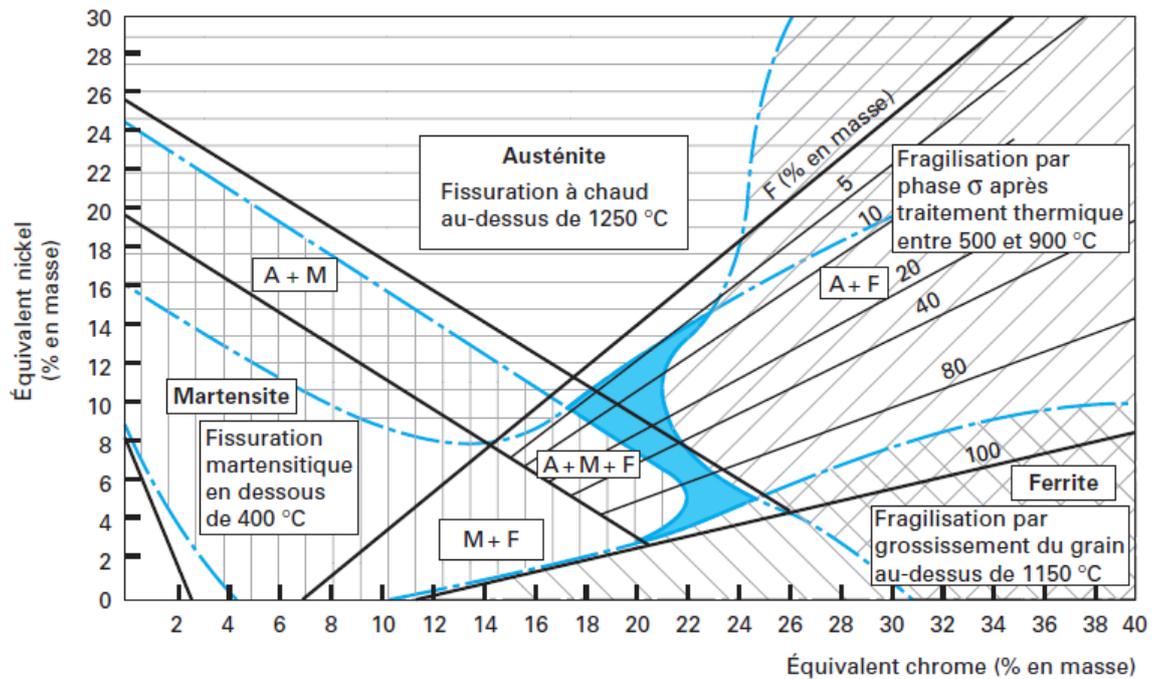


Figure 2.1. Diagramme de Schaeffle [6].

Sur le diagramme les duplex se situent entre les austénitiques et les ferritiques, ils contiennent une quantité importante de Cr + Mo (éléments qui confèrent la résistance à la corrosion recherchée) tandis que le Ni (environ 50% d'un austénitique ayant une résistance à la corrosion similaire) [14].

2.2. Etat structural

Lors de l'élaboration de ces duplex biphasés la phase α apparaît en premier, quant à la phase γ , est formée durant le refroidissement. La microstructure finale du matériau dépend de la composition chimique, des conditions d'élaboration et de son histoire thermique.

L'austénite obtenue par la transformation partielle de la ferrite croît et germe en relation d'orientation selon deux modèles, le premier décrit par Kurdjumow-Sachs et le second par Nishiyama-Wassermann. Une famille de plans denses de l'austénite $\{111\}$ est parallèle à une famille de plans denses de la ferrite $\{110\}$ formant ainsi une interface α/γ semi cohérente. La seule différence entre ces deux modèles est une rotation de 5.26° d'axe $\langle 110 \rangle$.

La microstructure des aciers duplex est constituée d'agrégats de grains d'austénite dans une matrice de ferrite sous deux formes : l'austénite allotriomorphique qui se trouve sur les joints de grains et l'austénite de type Widemanstätten qu'on retrouve à l'intérieur des grains. Pour les

aciers laminés, l'austénite se présente sous forme d'ilots allongés dans le sens du laminage dans une matrice ferritique (*figure 2.2*). La taille des grains de l'austénite varie entre 5 et 10 μm et celle de ceux de la ferrite entre 10 et 30 μm [8, 15, 16].

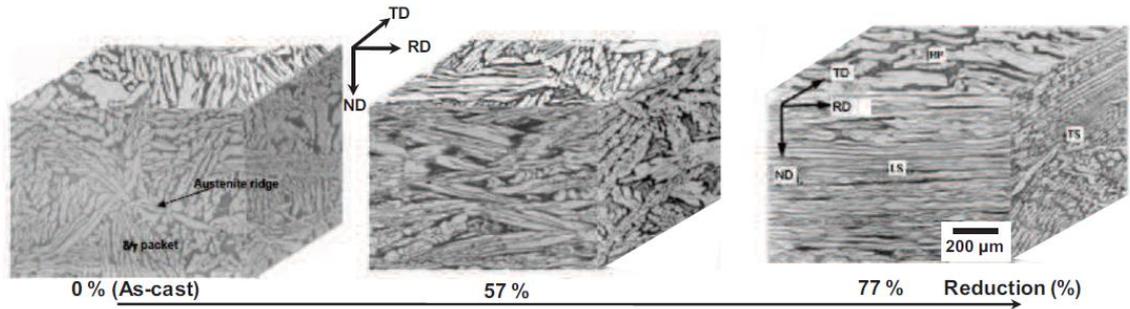


Figure 2.2. Evolution de la microstructure d'un acier inoxydable DUPLEX coulé durant laminage [16].

2.2.1. Evolution structurale

Pour mieux comprendre les transformations qui se produisent durant le chauffage et le refroidissement on prend une coupe du diagramme ternaire Fer-Chrome-Nickel à 68% de Fe (*figure 2.3*) et 32% éléments d'alliage (chrome et nickel).

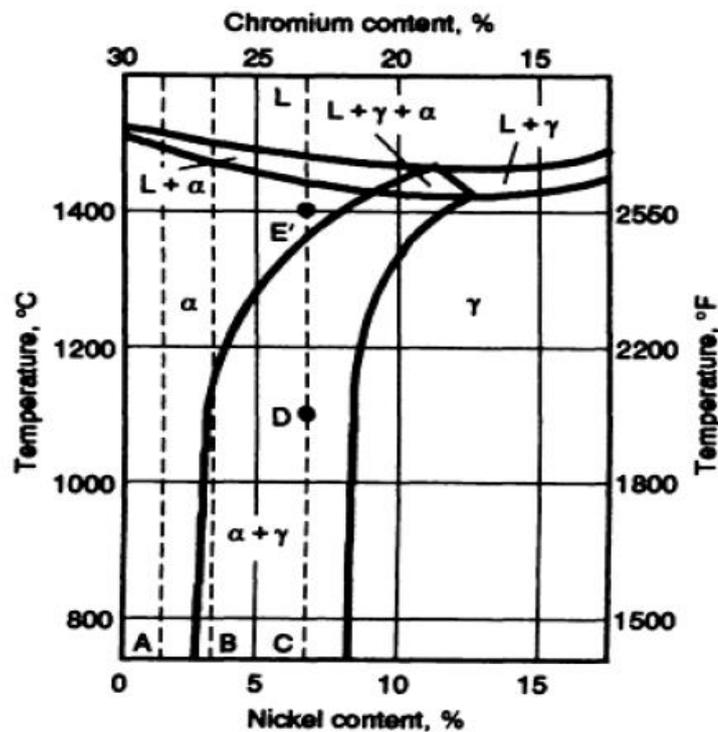


Figure 2.3. Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 68% Fe [12].

Pour un alliage contenant environ 30% de Cr et 2% de Ni (ligne A, **figure 2.3**) l'acier se solidifie en une structure monophasée à l'ambiante totalement ferritique. En augmentant la teneur du nickel et en diminuant celle du chrome jusqu'à 28% de Cr et 4% de Ni (ligne B, **figure 2.3**) la structure de l'acier est complètement ferritique à haute température et à partir d'environ 1200°C une partie de la ferrite se transforme en austénite pour obtenir une structure biphasée à l'ambiante. Les aciers inoxydables duplex actuels contiennent environ 25% de Cr et 7% de Ni (ligne C, **figure 2.3**) car la structure biphasée est obtenue à une température plus élevée [12].

LIQUIDE → LIQUIDE + FERRITE → FERRITE → FERRITE + AUSTENITE

2.2.2. Partage des éléments d'alliage

Le partage ou diffusion d'un élément d'alliage entre deux phases d'un matériau donné (dans notre cas phase alpha et phase gamma) est décrite par un coefficient appelé coefficient de partage (K) défini par sa formule :

$$K = X_i^{\delta} / X_i^{\gamma} ;$$

X_i^{δ} représente la teneur de l'élément (i) dans la phase δ (ferrite), et X_i^{γ} représente la teneur de l'élément (i) dans la phase γ (austénite)

Plusieurs recherches et études ont montrées que mis à part l'azote, le coefficient de partage d'un élément donné dans les aciers duplex ne varie pas de manière considérable en fonction de la composition chimique de l'alliage, ceci est dû au fait que les teneurs des éléments ne dépassent pas leur limites de solubilité déjà observés à partir du diagramme d'équilibre à la concentration et la températures utilisé.

On remarque sur la **figure 2.4** que les coefficients de partage dépendent de façon importante de la température et que tous les coefficients des éléments tendent vers l'unité à des hautes températures ce qui nous amène à déduire qu'aux hautes températures les éléments diffusent de façon équivalente entre les deux phases.

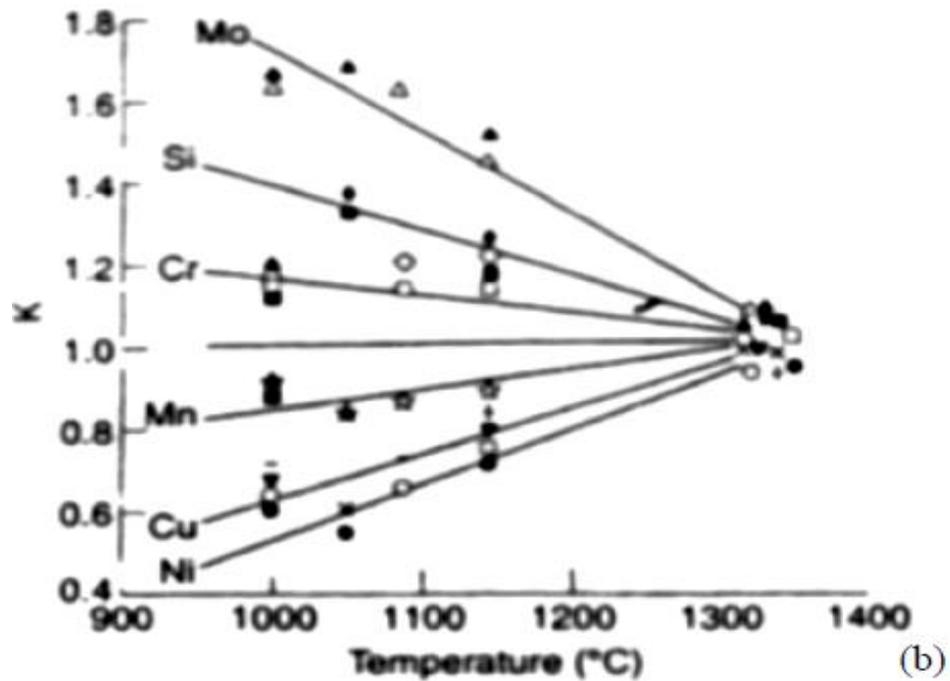


Figure 2.4. L'Evolution du coefficient de partage K en fonction de la température [17].

Par contre le coefficient de partage de l'azote dépend de la composition chimique de l'acier de façon considérable.

On voit sur la *figure 2.5*, que la diffusion de l'azote augmente avec la teneur de la majorité des autres éléments d'alliage, en particulier le chrome et le manganèse, et qu'elle dépend aussi de la température imposée [17, 20].

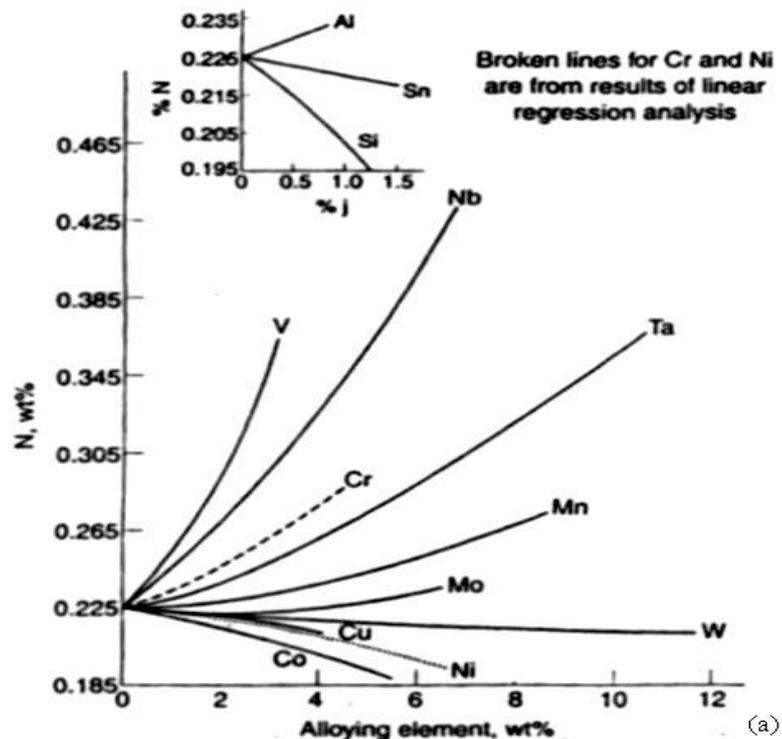


Figure 2.5. Diffusion de l'azote en fonction des autres éléments d'alliage [17].

2.2.3. Equilibre à haute température

Tous les aciers inoxydables duplex se solidifient à haute température (au-dessus de 1050°C) en mode ferritique. Pour ces alliages seules la phase ferritique et la phase austénitique sont stables thermodynamiquement à ces températures. La transformation de la ferrite en austénite est diffusive et donc affectée par le temps et la température, une vitesse de refroidissement élevée implique une transformation prédominante ferritique. L'intervalle de température dans lequel la transformation de la ferrite en austénite se produit dépend principalement de la composition chimique de l'alliage, mais généralement c'est entre 1200°C et 800°C de ce fait ΔT_{12-8} est utilisé pour identifier les vitesses de refroidissement nécessaire pour obtenir un taux d'austénite acceptable.

De petites variations dans la composition chimique peuvent avoir un effet important sur les fractions des deux phases en équilibre. Le taux de ferrite peut être calculé de façon approximative comme suit :

$$\%F = -20.93 + 4.01Cr_{\text{éq}} - 56Ni_{\text{éq}} + 0.016T. \quad (T \text{ en } ^\circ\text{C})$$

Les vitesses de refroidissement déterminent la quantité de ferrite qui peut se transformer en austénite. Un refroidissement rapide favorise la présence de la ferrite dont la teneur ne correspondra plus à l'équilibre.

L'azote joue un rôle important, car il permet d'élever la température du début de la transformation de la ferrite en austénite et par conséquent même pour des vitesses relativement élevées l'austénite peut atteindre le taux d'équilibre. Cela est mis en évidence sur la *figure 2.6* [12].

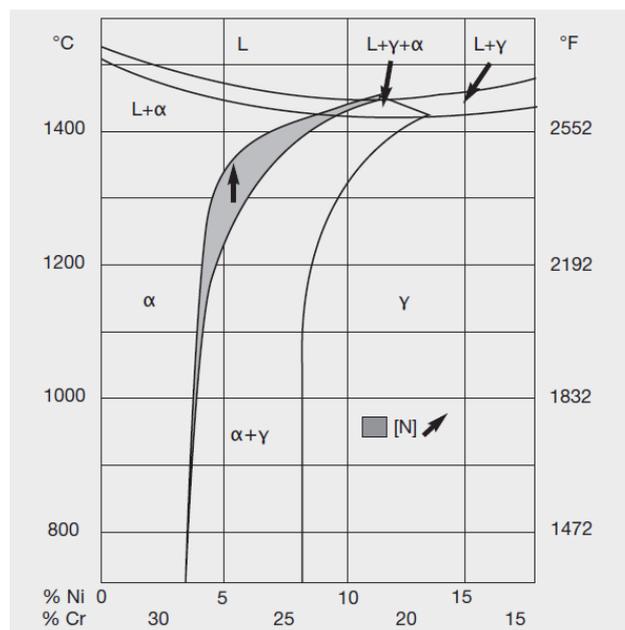


Figure 2.6. Effet de l'Azote sur le diagramme Fe-Cr-Ni a 68% de fer [13].

2.3. Précipitation de phase secondaire

En exposant les aciers inoxydables duplex à des températures inférieures à 1000°C plusieurs transformations peuvent se produire au niveau de la microstructure. Ces transformations peuvent être divisées en deux groupes selon les intervalles de température dans lesquels elles se produisent comme montré sur la *Figure 2.7*.

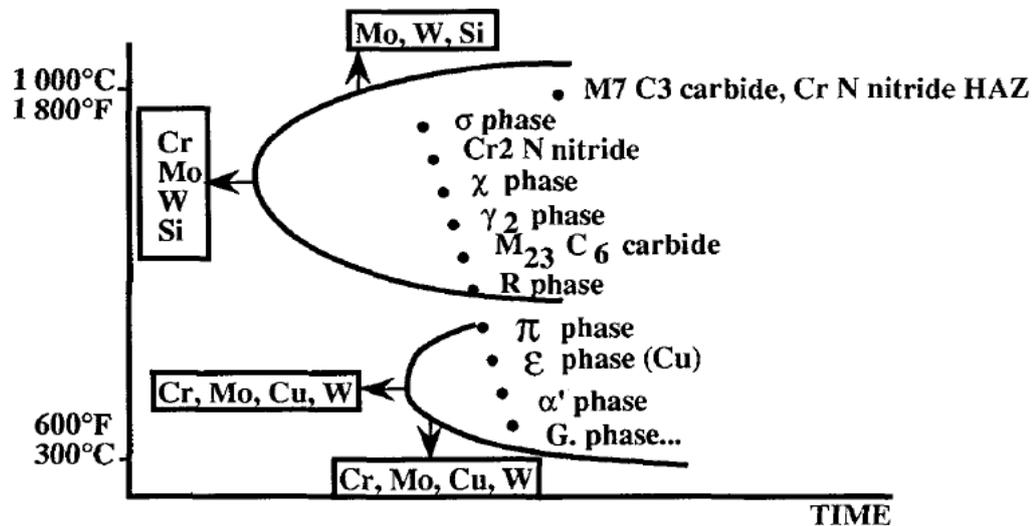


Figure 2.7. Diagramme TTT, précipitation possible dans les aciers inoxydables duplex [12].

Ces transformations engendrent la précipitation de plusieurs phases secondaires telles que les carbures, les nitrures et les phases intermétalliques. Ces précipités ont en général une structure cristalline différente de celle du soluté ou du solvant. Cela est dû à la présence d'éléments fortement réactifs qui forment divers composés indésirables.

Une séparation spontanée de la ferrite en deux phases non miscibles à 475°C forme une structure submicronique de deux phases alpha α et alpha prime α' , (riche en chrome). Cette dernière favorise la précipitation du nitrure Cr_2N sous forme d'un réseau aiguillé. Une phase appelée phase G peut se générer à l'interface α/α' après de longues heures de maintien à une température entre 300 et 400°C avec un enrichissement local en Si et Ni.

La présence du Cuivre dans l'alliage produit un durcissement complémentaire en lien avec la précipitation de la phase ϵ très riche en Cu dans la ferrite [12, 13, 17].

- **Les carbures**

La plupart des duplex contiennent un bas taux de carbone. Malgré cela et à cause de sa grande mobilité les précipitations de carbure se produisent en priorité par rapport aux autres phases. Dans les carbures de type M_{23}C_6 , l'élément M est principalement le chrome, partiellement substitué par le Fe, Mo ou le Ni, il se précipite entre 900 et 700°C lors des courtes expositions (inf à 0.5h) mais aussi après de longues expositions à des températures allant de 550 à 700°C.

Les carbures se précipitent principalement et préférentiellement aux joints de grains à l'interface ferrite/austénite suivant la réaction eutectoïde $\alpha \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma_2$, causant la migration de l'interface α/γ dans le sens de la ferrite. La zone de ferrite proche de l'interface se transforme en austénite secondaire du fait que cette zone s'appauvrit en chrome et la résistance à la corrosion est affectée car le Chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. Le mécanisme de la formation de ces précipitations est montré schématiquement sur *figure 2.8*.

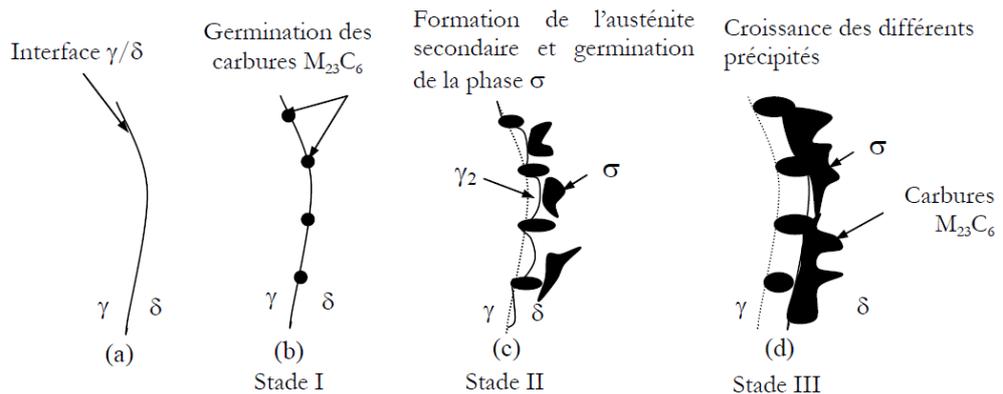


Figure 2.8. Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite et de la formation des carbures [20].

Les précipitations de carbures ont des interfaces $\{111\}$ et $\{110\}$ planes correspondant à la meilleure cohérence atomique avec l'austénite. Le paramètre de la maille CFC des $M_{23}C_6$ est environ trois fois celui de l'austénite et ces deux phases sont en relation d'orientation cube-sur-cube décrite par l'équation suivante :

$$\{100\}_{M_{23}C_6} \parallel \{100\}_{\gamma} \text{ et } \langle 001 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma}$$

L'ajout d'éléments tels que le V, Nb, Ti, Zr, Al et Ta est nécessaire, ces éléments permettent la formation de carbures de grande stabilité et par conséquent limitent les précipitations de $Cr_{23}C_6$. Ces précipitations sont moins fréquentes dans les super duplex à cause du très bas taux de carbone (0.01-0.02%) [13, 15, 17].

- **Les nitrures**

Avec l'augmentation de l'utilisation de l'Azote (jusqu'à 0.35%), élément fortement gamma-gène qui en solution solide retarde la formation des phases intermétallique, dans les aciers duplex et particulièrement dans les super duplex la précipitation des nitrures est devenue plus importante. La précipitation des nitrures de Chrome de type Cr_2N se produit généralement dans les joints de grains où l'austénite est sursaturée en azote dans le même intervalle de température de la précipitation des carbures. Ces deux précipitations peuvent se produire simultanément.

Durant le soudage la microstructure refroidie rapidement, la ferrite devient sursaturée en Azote, il en résulte une compétition entre la précipitation de l'austénite et celle des nitrures de

chrome. Il a été observé que durant le refroidissement rapide la microstructure se compose de grains ferritiques larges avec une petite fraction d'austénite à laquelle s'ajoute une quantité importante de nitrure inter granulaire (Cr_2N sous forme de tige et CrN sous forme de plaques).

Les nitrures Cr_2N , de structure hexagonale dont la taille tend à augmenter avec leur diminution de la vitesse de refroidissement, et les nitrures CrN , de structure cubique, ont été aussi observés dans la ZAT des aciers duplex. Le vanadium, le fer et le molybdène sont ajoutés pour stabiliser ces nitrures et peuvent partiellement se substituer au chrome des Cr_2N [13,17].

- **La phase Chi χ**

Cette phase peut se précipiter dans les aciers austénitiques, ferritiques et duplex. Elle est associée à des effets négatifs sur la corrosion et les propriétés mécaniques. Elle précipite principalement aux joints de grains des interfaces α/γ et α/α . Elle est stable à des températures plus basses que la phase sigma et dans un intervalle de température plus étroit 900-700°C.

Elle se transforme en phase sigma après un long temps de vieillissement et elle a été moins étudiée que cette dernière. La quantité qui se précipite est inférieure à celle de la phase sigma.

La phase chi χ est riche en molybdène et pauvre en chrome, un taux minimal de 2% de molybdène est nécessaire pour sa formation. Ces deux phases coexistent, l'utilisation du microscope électronique à transmission permet l'identification de la phase χ . Cependant l'utilisation du microscope électronique à balayage est plus efficace pour avoir la distribution de cette dernière. Contenant environ 20% de molybdène, la phase chi χ apparaît plus brillante (blanche sur la *figure 2.9*) que la phase sigma σ [13,17].

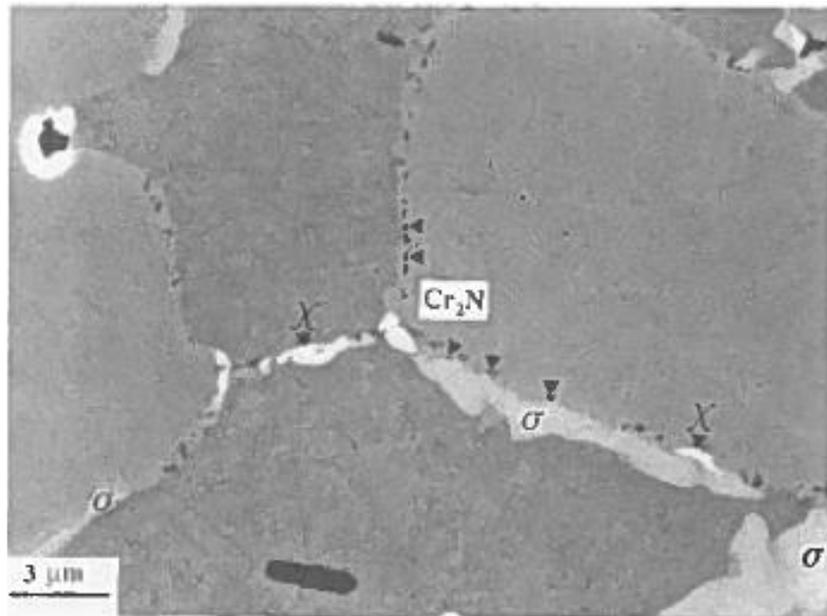


Figure 2.9. Image obtenue par MEB, surface polie d'un acier super duplex 2207 vieilli pendant 10 min à 850°C [13].

- **La phase R**

La phase R précipite entre 650 et 550°C dans un stade initial de vieillissement, et disparaît après un certain temps en se transformant en phase sigma. C'est une phase intermétallique riche en molybdène qui a une structure cristalline trigonale. Dans un métal soudé elle se compose d'environ 30%Fe, 25%Cr, 6%Ni, 35%Mo et 4%Si. Dans des recherches récentes il a été démontré que, la dureté ainsi que la température critique de la corrosion par piqûres, sont considérablement réduites par la formation de cette phase [13, 18].

- **La phase π**

Une observation intéressante est à l'origine de la découverte de la phase π , des nitrures, dans un métal soudé. Cette phase a été trouvée à l'intérieur des grains, et comme la phase R elle contribue à la fragilisation du matériau et a la réduction de la température critique de la corrosion par piqûres après un vieillissement long à température constante (600°C). Elle contient approximativement 28%Fe, 35%Cr, 3%Ni et 35%Mo. La structure cristalline de cette phase est de type cubique. Cette phase apparaît à l'aide du microscope électronique à transmission, **Figure 2.10** [13, 18].

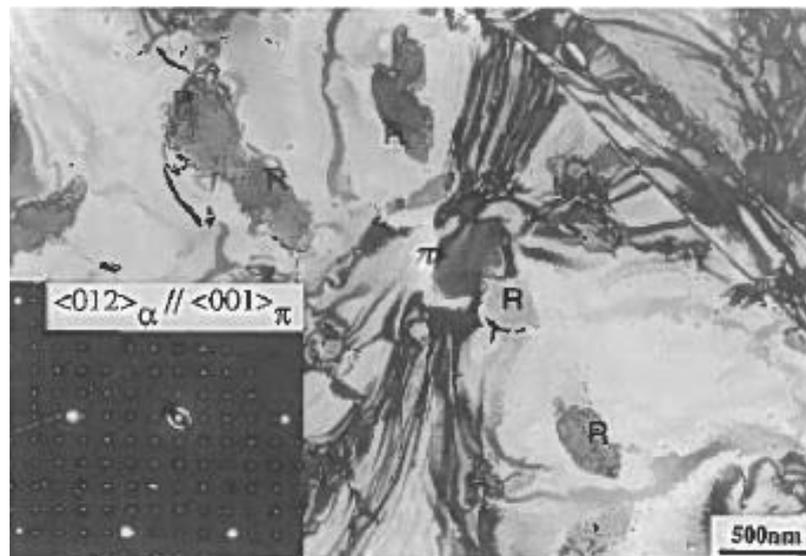


Figure 2.10. Image obtenue par microscope électronique à transmission d'un acier soudé 22Cr-8Ni-3Mo après vieillissement de 24h à 600°C [13].

- **Phase sigma (σ)**

Cette phase est la plus étudiée des phases intermétalliques qui précipitent dans les aciers inoxydables, cela est dû aux effets engendré par sa présence. Affectant les propriétés du matériau, fragilisation, la limite élastique etc... Elle a été découverte en 1907 avant même les aciers inoxydables, Treischke et Tamman ont fait des études sur le système Fe-Cr et ont suspecté la présence d'un composé intermétallique contenant du Cr de 30 à 50%.

En 1927, Bain et Griffiths ont étudié le système Fe-Cr-Ni et ont observé une phase dure et fragile, ils l'ont nommé phase B (brittle). En 1936, Jett et Foote l'ont appelé phase σ et en 1951, Bergmann et Shoemaker ont déterminé la structure tétragonale de cette phase dans le système Fe-Cr [17].

Des études ont déterminé la température à laquelle se précipite la phase σ . En général, elle se forme dans les aciers austéno-ferritique ayant subi un maintien à une température comprise entre 565° et 980°C bien que cet intervalle de température varie en fonction de la composition chimique du matériau.

La phase σ a une dureté de 68HRC. A cause de sa fragilité, elle se fracture lors de l'indentation. A la température ambiante, σ est amagnétique et son effet fragilisant est plus important [2].

Villanueva et Al ont étudié la précipitation de cette phase dans les aciers austénitiques, super ferritique et duplex à différents temps et température de vieillissement, ils ont constaté que la rapidité de la cinétique de précipitation de cette phase dans les aciers inoxydable est ordonnée dans l'ordre décroissant suivant : duplex > super ferritique > austénitique.

En effet, les éléments sigma-gène sont Cr, Mo, Si, W, V, Ti, Nb et Mn, tandis que le Co, Al, C et N ralentissent la précipitation de sigma. Les éléments σ -gène et α -gène sont presque identiques mis à part l'aluminium et le magnésium, donc la ferrite contient les éléments sigma-gène bien plus que l'austénite, ce qui fait que la cinétique de précipitation de la phase σ est plus rapide dans la ferrite que dans l'austénite [15].

2.4. Propriétés des duplex

2.4.1. Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables duplex présentent des propriétés mécaniques très intéressantes. Ils se distinguent des nuances austénitiques par une limite d'élasticité et une résistance à la rupture élevées, tandis que la ductilité reste satisfaisante. Ce compromis est expliqué par leur structure biphasée. En effet, le durcissement est conféré par la phase ferritique alors que l'austénite permet de conserver la ductilité et ténacité. Cependant, leur allongement est faible et leur domaine d'utilisation reste limité (entre -50°C et 300°C).

Bien qu'inférieure à celle des nuances austénitiques, leur ténacité à basse température demeure élevée. Une valeur de résilience Charpy V (KCV) à -40 °C est couramment de l'ordre de 80 J/cm² [10, 13].

Une comparaison des principales propriétés mécaniques entre les principales familles des aciers inoxydables est donnée par le **Tableau 2.1** :

Tableau 2.1. Comparatif des propriétés mécaniques des principales familles des aciers inoxydables [10].

Structure	Limite d'élasticité	Résistance à la rupture	Allongement à rupture
	$R_{p0,2}$ (N/mm ²)	R_m (N/mm ²)	A (%)
Ferritique	370	500	26
Austénoferritique	620	840	30
Austénitique	270	620	56

2.4.2. Les propriétés physiques

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles, très proches de ceux des aciers au carbone. En ce qui concerne la conductivité thermique, elle est plus importante dans les aciers duplex que dans les aciers inoxydables martensitiques. Et comme ils contiennent environ 50% de ferrite, ils présentent un certain degré de magnétisme [10, 13].

Pour les aciers inoxydables duplex ces propriétés sont intermédiaires entre celles des nuances austénitiques et celles de nuances ferritiques. Le **Tableau 2.2** comparatif entre les principales familles des aciers inoxydables :

Tableau 2.2. Comparatif des propriétés physiques des principales familles des aciers inoxydables [10].

Structure	Module d'Young	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C	Capacité thermique massique	Résistivité électrique à 20 °C
	(N/mm ²)	(en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	(J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	(μΩ.m)
Ferritique	220 000	10,0	460	0,60
Austénoferritique	200 000	13,0	500	0,80
Austénitique...	200 000	16,0	500	0,73

2.5. Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex

2.5.1. Soudabilité

Généralement les aciers duplex ont une bonne soudabilité et tous les procédés de soudage peuvent leur être appliqués. Cependant, pour avoir de bonnes soudures le respect de certaines règles est nécessaire. En effet, ces dernières dépendent de la composition chimique et du cycle thermique.

Le cycle thermique de soudage des duplex est caractérisé par le terme ΔT_{12-8} , le refroidissement dans cet intervalle (1200°-800°C) détermine la balance entre les phases, la ferrite et l'austénite :

- *Le cycle de refroidissement rapide* conduit à un taux élevé de ferrite dans le joint soudé ce qui détériore la résilience.
- *Le cycle de refroidissement lent* favorise la formation de l'austénite au refroidissement.

Un ΔT_{12-8} critique est défini pour avoir un taux d'austénite acceptable dans la zone affectée thermiquement (ZAT), ce qui permet l'obtention de propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion recherchées.

Les cycles thermiques à basses températures n'affectent pas les proportions des phases mais seulement les précipitations des phases intermétalliques. Pour éviter ces précipitations un refroidissement rapide est nécessaire (trempe à l'eau). Pour les soudures, la trempe à l'eau n'est ni pratique ni obligatoire [17, 19, 21].

2.5.2. Evolution de la structure de la zone affectée thermiquement (ZAT)

La zone affectée thermiquement est la zone qui se trouve au voisinage de la zone fondue (*figure 2.11*). Lors du refroidissement plusieurs transformations se produisent dans cette zone.

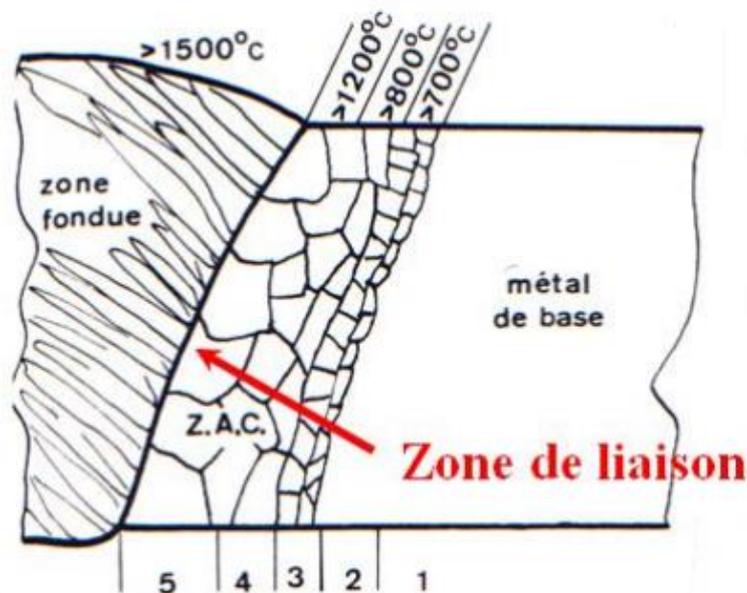


Figure 2.11. Différentes régions de la ZAT et microstructure au voisinage de la zone fondue [19].

La croissance des grains de la ferrite se produit malgré l'apparition de l'austénite durant le soudage. Les joints de grains de la ferrite sont grossiers et restent apparents. L'austénite se

forme dans les joints de grains au début et ensuite à l'intérieur des grains de la ferrite d'une façon similaire comme dans la coulée.

Les premiers duplex contenaient jusqu'à 0.10% de carbone ce qui les rendaient très susceptible à la formation de carbures dans la ZAT. Il en résulte une soudure avec des propriétés mécaniques médiocres et une mauvaise résistance à la corrosion. En revanche, les duplex modernes contiennent peu de carbone (0.01%) et beaucoup d'azote, ce qui implique la disparition de carbures dans la ZAT et la stabilisation de l'austénite. Les soudures ainsi obtenues ont de très bonnes propriétés [12,19].

Pour mieux comprendre les phénomènes qui se produisent dans la ZAT, cette zone a été divisée en trois régions comme on le voit sur la *figure 2.12*.

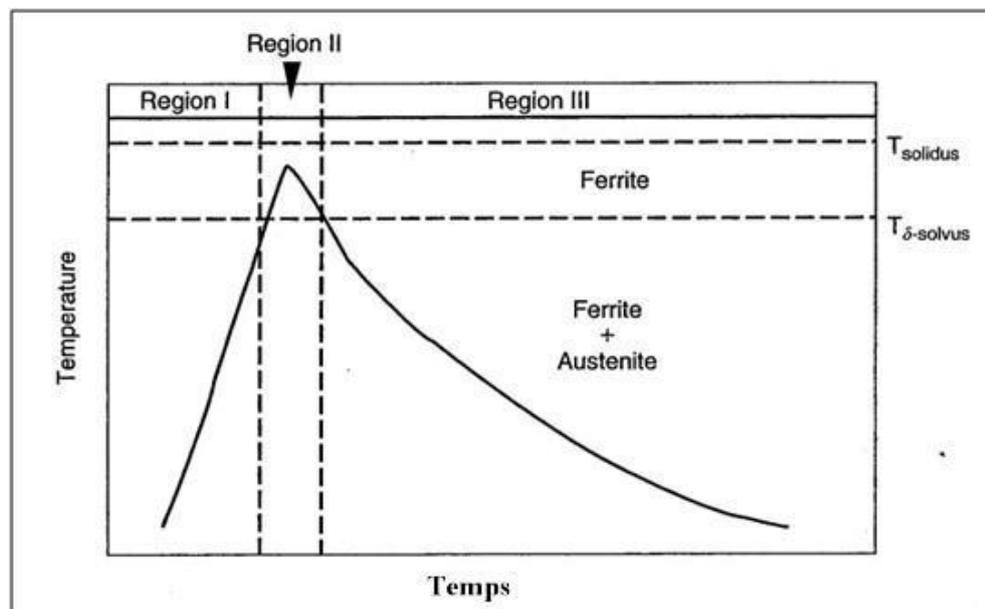


Figure 2.12. Cycle thermique d'un duplex obtenu près de la ligne de fusion dans la zone affectée thermiquement [20].

- Région I : la température atteinte (proche de $T_{liquidus}$) par le métal déclenche la transformation de l'austénite en ferrite. La transformation se poursuit jusqu'à ce que la structure soit entièrement ferritique.
- Région II : entièrement ferritique, l'effet de la température se traduit par la croissance des grains de la ferrite.
- Région III : durant le refroidissement à partir de cet état, l'austénite se reforme par précipitation aux joints de grains ferritiques de manière similaire à ce qui se passe lors de la solidification des soudures. Cette transformation dépend de la vitesse de refroidissement. En effet, une grande vitesse de refroidissement implique une structure principalement ferritique [20,24].

2.5.3. Solidification de la zone fondue (ZF) et formation de l'austénite

2.5.3.1. Etude du bain de fusion

Le bain de fusion peut être défini comme étant, à un instant donné, constitué par un certain volume en déplacement de métal à l'état liquide produit par la fusion du métal de base et éventuellement alimenté par un métal d'apport. Il est limité à l'avant par la surface isotherme de fusion du métal de base et à l'arrière par l'interface liquide/solide résultant de son avancement.

Le déplacement de la source se traduit par celui du bain de fusion, qui conserve sa forme si l'état quasi stationnaire des températures est maintenu, ainsi que le régime de l'apport de métal. Ainsi, l'avancement de la source de chaleur et par suite du bain de fusion engendre un mouvement du métal liquide depuis l'avant, où il se forme, vers l'arrière où il se solidifie, et ceci latéralement et en profondeur (*figure 2.13*) [20, 22].

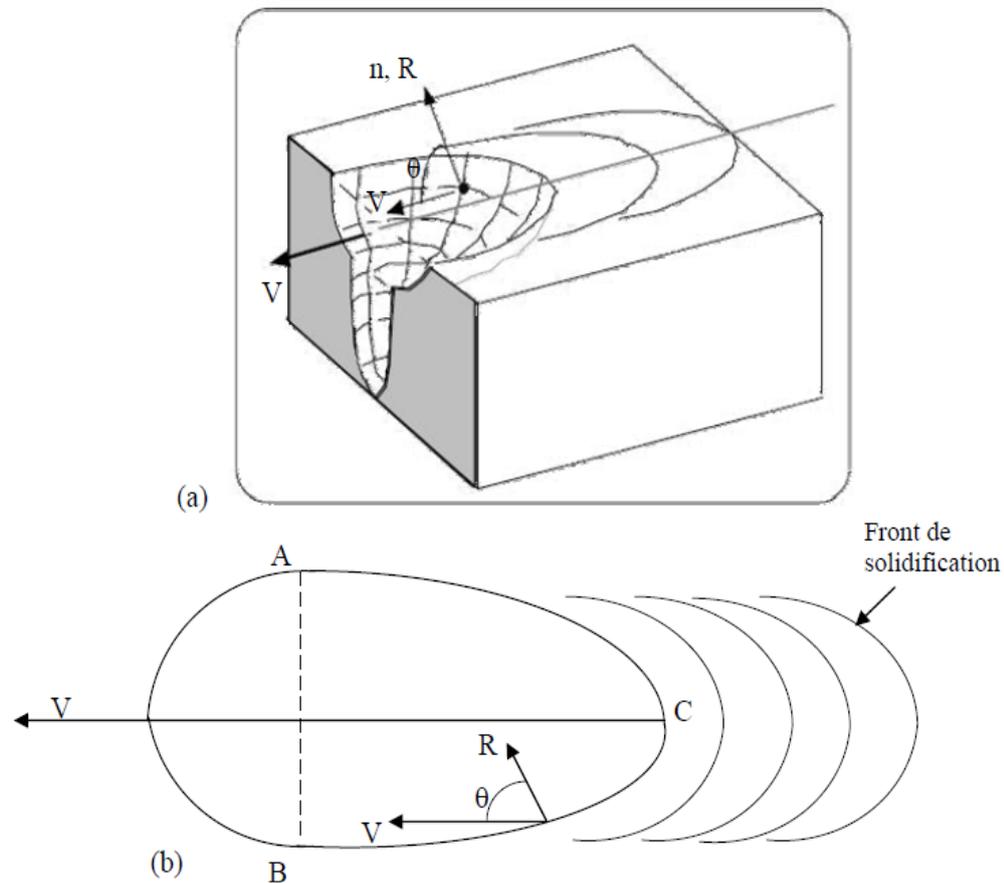


Figure 2.13. Représentation schématique du bain de fusion. (a) Schéma en 3D (b) Schéma en 2D [20].

2.5.3.2. Cristallographie de la solidification

Compte tenu de la forme et du déplacement du bain de fusion, la solidification s'amorce à l'interface solide/liquide, à l'endroit où sa section transversale est maximale. Sur cette interface,

dont le déplacement constituera la zone de liaison, la cristallisation du métal en cours de solidification se fait suivant le mode épitaxial tel qu'on le voit sur la *figure 2.14*. Les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lesquels ils reposent.

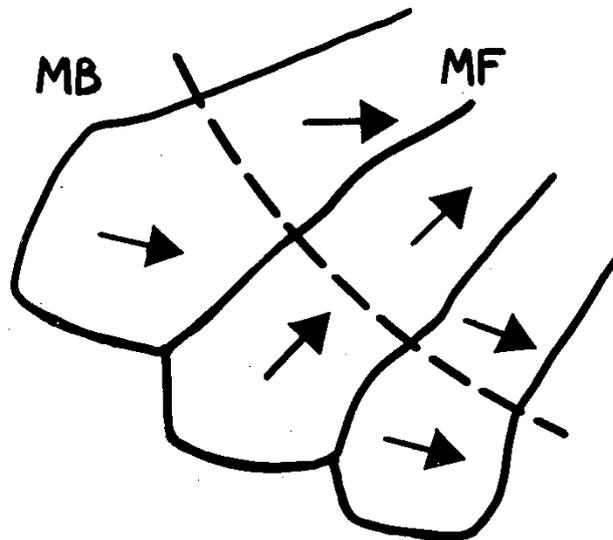


Figure 2.14. Solidification épitaxiale [22].

Une conséquence importante de l'épitaxie à la zone de liaison réside dans le fait que la taille des grains de solidification est déterminée au départ par celle des grains du métal de base qui jouxtent cette zone. Le caractère épitaxial concerne aussi l'orientation à l'interface entre deux passes successives, à condition que le réchauffage dû à une passe ne provoque pas de changement de constitution dans la passe précédente sur laquelle elle repose. C'est ainsi que l'épitaxie est très apparente sur les soudures en plusieurs passes.

Les cristaux de solidification des alliages sont caractérisés par une direction privilégiée de croissance selon laquelle la vitesse de croissance est maximale. Il en résulte que les grains dont la direction de croissance coïncide avec la trajectoire de solidification T (*figure 2.15*) voient leur développement favorisé aux dépens des grains voisins [22, 20, 23].

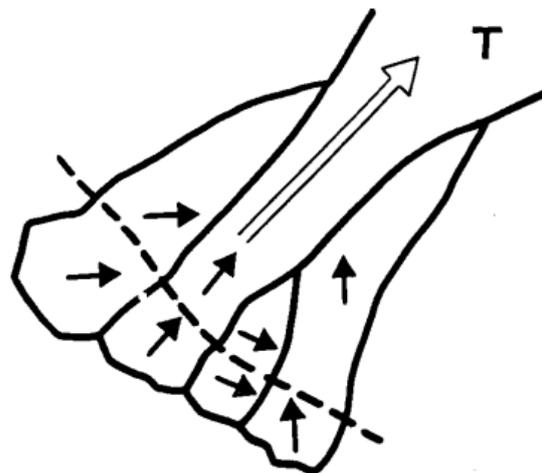


Figure 2.15. Croissance épi-axiale et sélective pour une trajectoire de solidification T [22].

2.5.3.3. Microstructure de la zone fondue

La microstructure de la soudure dans la ZF est différente de celle du métal de base et il est thermodynamiquement impossible d'avoir un taux d'austénite aussi élevé que celui à l'état d'équilibre recuit.

Comme cette zone est portée à une température supérieure au point de fusion et la vitesse de refroidissement est élevée une structure dendritique, suivant le gradient de température traduisant l'évacuation de la chaleur, est obtenue.

La ZF a une structure biphasée contenant entre 30 à 70% de ferrite. La formation de l'austénite est associée à la redistribution du chrome, du nickel, du molybdène et de l'azote entre la ferrite et l'austénite [19,17].

Les soudures se solidifient d'abord en une structure totalement ferritique, ensuite une transformation de la ferrite en austénite à l'état solide se produit. Cette transformation dépend de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. La structure finale peut être prédite en positionnant le Cr_{eq} et le Ni_{eq} sur le diagramme de Schaeffler.

Dans le cas du soudage en plusieurs passes, les zones internes du métal fondu se refroidissent en dernier, et sont donc caractérisées par de fortes teneurs en austénite par rapport aux passes externes. Au début de la transformation, l'austénite se forme dans les joints de grains ferritiques par un mécanisme de germination et de croissance et prend souvent des aspects de type Widmanstätten ou allotrimorphe. Cette transformation se poursuit avec le refroidissement et donne lieu à la formation d'austénite intragranulaire. [20, 23].

2.5.4. Cycle thermique de soudage

Durant la réalisation d'une soudure, la répartition thermique à l'intérieur de celle-ci s'effectue suivant des lignes isothermes. L'évolution de la température dans un point donné dépend de plusieurs variables dont la position par rapport à la ligne de soudure, le procédé et les paramètres de soudage, le type de joint, l'épaisseur de la pièce et la température initiale de la pièce. Le suivi de l'évolution de la température dans un point permet de dessiner la courbe de la température en fonction du temps $\theta=f(t)$ (*figure 2.16*), cette courbe nous permet d'interpréter les phénomènes métallurgiques résultant de l'effet thermique [22, 23].

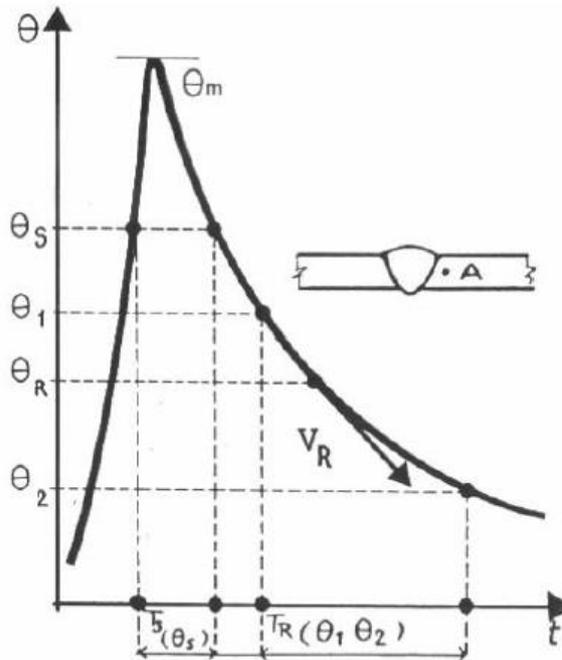


Figure 2.16. Courbes des cycles thermiques de soudage [22].

La courbe de la **figure 2.16** donne les renseignements suivant :

- La température maximale θ_m atteinte dans chaque point,
- Le temps de séjour au-dessus d'une température θ_s ,
- Le temps ou la vitesse de refroidissement entre deux températures données.

Ainsi déterminées en un point donné de l'assemblage, les grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance et la prévision des phénomènes qui prennent naissance en ce point, telles que les transformations structurales se produisant durant le chauffage ou le refroidissement.

Pour explorer d'avantage l'effet thermique aux alentours du cordon de soudure, la connaissance de la courbe donnant la variation de la température maximale atteinte en chaque point en fonction de la distance x (**figure 2.17**), $f(x)=\theta_m$, est nécessaire.

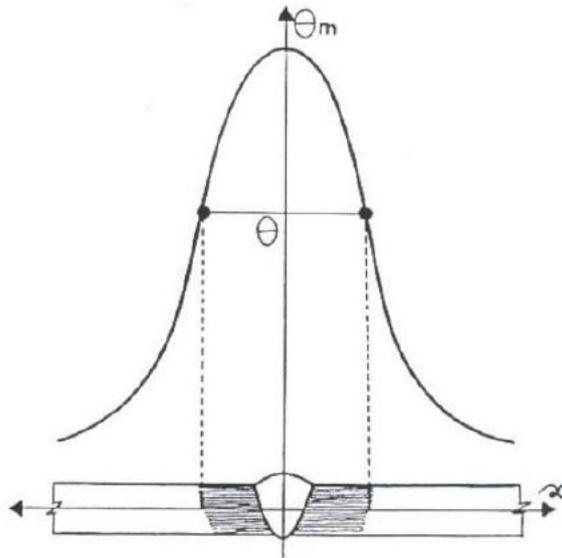


Figure 2.17. Variation de la température en fonction de la distance x [22].

Grace à la courbe $f(x)=\theta_m$, nous pouvons situer la limite extérieure de la zone où un phénomène dû à la température est susceptible de se produire et c'est ainsi qu'on peut d'une façon générale définir la zone affectée thermiquement (ZAT) [22].

CHAPITRE 3 : MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

3. Matériaux et procédures expérimentales

L'étude consiste en une caractérisation structurale et mécanique d'une soudure d'acier super duplex, la soudure étant réalisée par les ingénieurs de GTP. De nombreuses techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation ont été utilisées pour caractériser la soudure. Dans cette partie nous présentons en détails matériaux utilisés et les techniques expérimentales pour la réalisation de ce travail.

3.1. Matériaux utilisés

3.1.1. Métal de base

Le matériau étudié est un acier inoxydable super duplex, donc de structure biphasée auténite-ferritique. Le nom commun de cet alliage est 2507, ses désignations selon la norme européenne est : S32750. Dont la composition chimique est donnée dans le **tableau 3.1** (Voir annexe B) :

Tableau 3.1. Composition chimique du métal étudié [27].

Elément	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N	Fe
Maximum	0.030	1.20	0.50	0.035	0.020	8.00	26.00	5.00	0.50	0.32	Le reste
Minimum	--	--	0.20	--	--	6.00	24.00	3.00	--	0.24	--

Il allie une résistance à la traction et aux chocs à un faible coefficient de dilatation thermique et une conductivité thermique élevée, ses principales propriétés sont reportées dans les **tableaux III.2** et **III.3**.

Les niveaux élevés de chrome, de molybdène et d'azote lui confèrent une excellente résistance aux piqûres, aux fissures et à la corrosion générale. Grâce à ces propriétés cet alliage est donc conçu pour des applications rigoureuses nécessitant une solidité et une résistance à la corrosion, comme les traitements chimiques, la pétrochimie, les échangeurs de chaleur... etc.

Tableau 3.2. Propriétés mécaniques [27].

Limite d'élasticité minimale 0.2% (N/mm ²)	550
Résistance à la traction (N/mm ²) au minimum	800
Allongement (%) au minimum	25

Tableau 3.3. Propriétés physiques [27].

Masse volumique (g/cm ³)	7,79
La résistance électrique spécifique, 20°C (μΩ.m)	0,80
Module d'élasticité (GPa)	200
La chaleur spécifique (J/Kg K)	485

3.1.2. Métal d'apport

Le soudage des super duplex nécessite l'utilisation d'une électrode en super duplex contenant plus de nickel que le métal de base d'environ 2 à 3% pour assurer la balance des phases dans la soudure, le taux de carbone doit être inférieur à celui du métal de base aussi pour éviter la précipitation des carbures de chrome dans la zone fondue et une légère différence dans le chrome à l'avantage du métal d'apport est nécessaire pour compenser une éventuelle évaporation de ce dernier.

Pour la réalisation de notre soudure le métal d'apport utilisé est de la nuance ER2295 sa composition chimique telle que fournie est donnée dans le **tableau 3.2** (Voir annexe C) :

Tableau 3.4. Composition chimique du métal d'apport.

Elément	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N	Fe
Teneur	0.03 max.	2.5 max.	1 max.	0.03 max.	0.02 max.	8 - 11	24-27	2.5- 4.5	1.5 max.	0.2- 0.3	Le reste

3.2. Le soudage

L'opération de soudage a été réalisée en cinq passes avec métal d'apport avec le procédé TIG. Le métal d'apport devant avoir une composition chimique aussi proche que possible de celle du métal de base pour assurer la continuité métallique (une bonne soudabilité), notre choix s'est porté sur l'acier inoxydable duplex ER2295 qui est, en fait, le métal d'apport recommandé pour le soudage de l'acier inoxydable duplex 2507. L'opération d'assemblage a été réalisée par les ingénieurs de GTP.

3.2.1. Description du procédé de soudage (GTAW)

Le soudage TIG (Tungsten Inert Gas) ou GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), est un procédé de soudage dit « par fusion ». Le principe du TIG est de créer un arc électrique, amorcé et entretenu, entre une électrode réfractaire et la pièce à souder (**Figure 3.1**).

Le soudage des aciers inoxydables est toujours effectué en courant continu en polarité directe. Dans ces conditions, c'est la pièce qui est soumise au bombardement électronique alors que l'électrode réfractaire ne s'use que très peu. Le soudage peut se faire manuellement ou de manière automatique. L'électrode et le bain fondu sont protégés contre l'oxydation de l'air par un bouclier de gaz inerte, généralement de l'argon pur. Parfois un mélange Argon-Hélium est utilisé pour augmenter la pénétration du bain de fusion, l'ajout d'Hélium permettant d'augmenter la tension de l'arc en raison du potentiel d'ionisation plus élevé de celui-ci. Le mélange argon-azote à la torche lors du soudage des duplex permet de maintenir la l'équilibre ferrite-austénite dans le joint soudé, étant donné que l'azote est un élément fortement gamma-gène.

Le TIG exige de l'habileté, convient très bien pour les tubes, admet une forte dilution dans la passe de fond, faibles vitesses de dépôt et est automatisable [26].

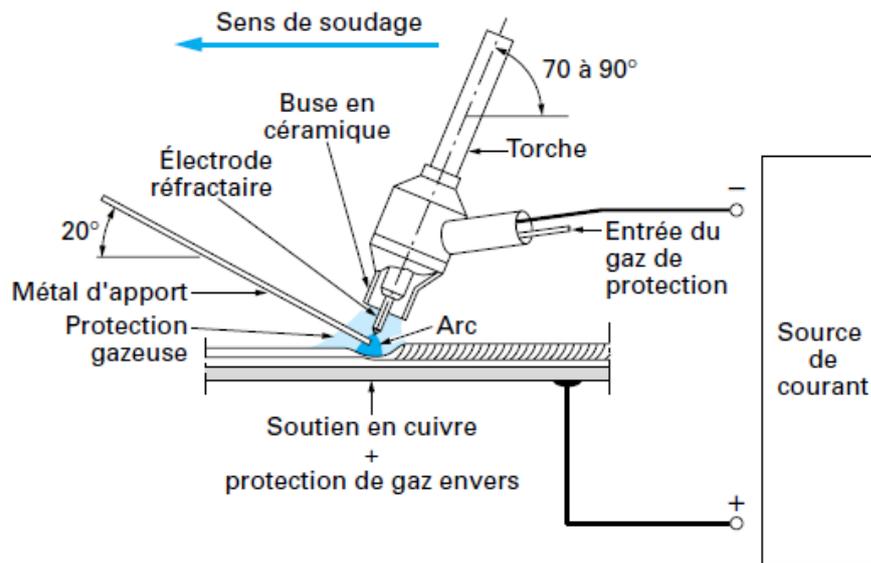


Figure 3.1. Principe de soudage à l'arc électrique avec une électrode réfractaire (GTAW) [26].

3.2.2. L'Opération de soudage

L'opération de soudage du cordon de soudure étudié a été réalisée en 05 passes avec des dimensions bien définies tel que montré sur la **figure 3.2**. Les paramètres de soudage sont regroupés sur le **tableau 3.5**. (Voir annexe D).

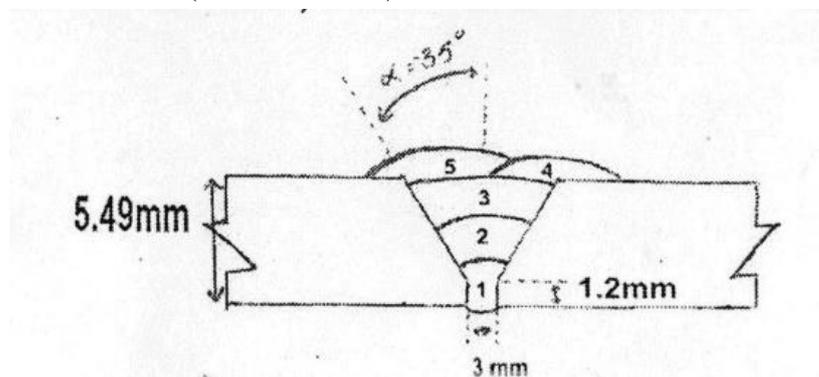


Figure 3.2. Représentation schématique de l'opération de soudage.

- **Préchauffage** En générale le préchauffage n'est pas nécessaire pour les duplex et les super duplex.
- **Energie de soudage** la vitesse de refroidissement est inversement proportionnelle à l'énergie de soudage calculée selon la formule suivante :

$$E_s \left(\frac{KJ}{mm} \right) = \frac{I_{(A)} \times U_{(V)}}{V_s(mm/min)} \times \frac{60}{1000}$$

I et U : respectivement l'intensité et la tension du courant.

V_s : la vitesse d'avancement de la torche ou de l'électrode de soudage.

- **Température des inter-passes** Si trop élevée peu augmenter les temps de refroidissement dans les domaines de températures où la précipitation des phases intermétalliques, donc augmenté le risque de précipitation de phases non désirées.
- **Post-chauffage** Inutile et peut être néfaste pour la qualité de la soudure si elle excède 290°C.
- **Protection** Le procédé de soudage TIG nécessite l'utilisation d'un gaz de protection du bain du métal en fusion du phénomène d'oxydation. La protection est assurée par un courant d'argon amené par la torche. Les soudures mal protégées présentent un certain état d'oxydation du métal fondu et de la ZAT.

Tableau 3.5. Paramètres de soudage.

N° de passe	1	2	3	4	5
Métal d'apport	ER2594	ER2594	ER2594	ER2594	ER2594
Imin	72	85	82	83	80
Imax	76	90	89	90	90
Umin	10.2	10.4	10.6	10.8	10.9
Umax	11.1	11.2	11.5	11.8	11.9
Temps de soudage	6min55s	2min45s	3min01s	2min57s	2min54s
Vitesse de soudage (cm/min)	3.46	8.71	7.94	8.11	8.25
Energie de soudage (KJ/cm)	14.62	6.95	7.74	7.85	7.78
Température entre passes (°C)	90	95	95	90	--
Temps entre passes (min)	4	2	3	3	--

3.3. Méthode de prélèvement des échantillons

Le prélèvement des échantillons dépend de l'information recherchée. Dans le cas du soudage, le suivi de l'évolution structurale en fonction des passes de soudage nécessite le plus souvent un prélèvement d'échantillon dans la direction transverse à celle du soudage. Pour notre travail, nous avons effectué des coupes transversales dans le cordon de soudure comme montré sur la *figure 3.3*.

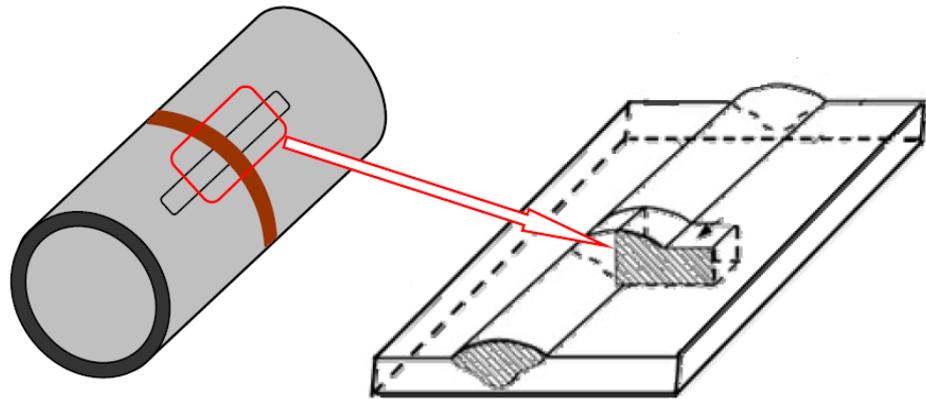


Figure 3.3. Schéma du mode de prélèvement de l'échantillon.

3.4. Examen métallographique au microscope optique

La microscopie permet grâce à l'utilisation de microscopes d'observer des objets trop petits pour être vus à l'œil nu en fournissant des images agrandies. Il est constitué d'un banc optique dont une partie se trouve devant l'objet pour l'éclairage, et l'autre partie derrière l'objet, pour l'observation. Ce banc doit être rigide et posséder tous les organes de centrage des pièces optiques.

- *Principe*

L'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle située à l'infini (figure 3.4). On peut déduire de ce simple schéma que le grossissement de l'appareil dépend non seulement des objectifs et des oculaires mais aussi des distances qui séparent les composants.

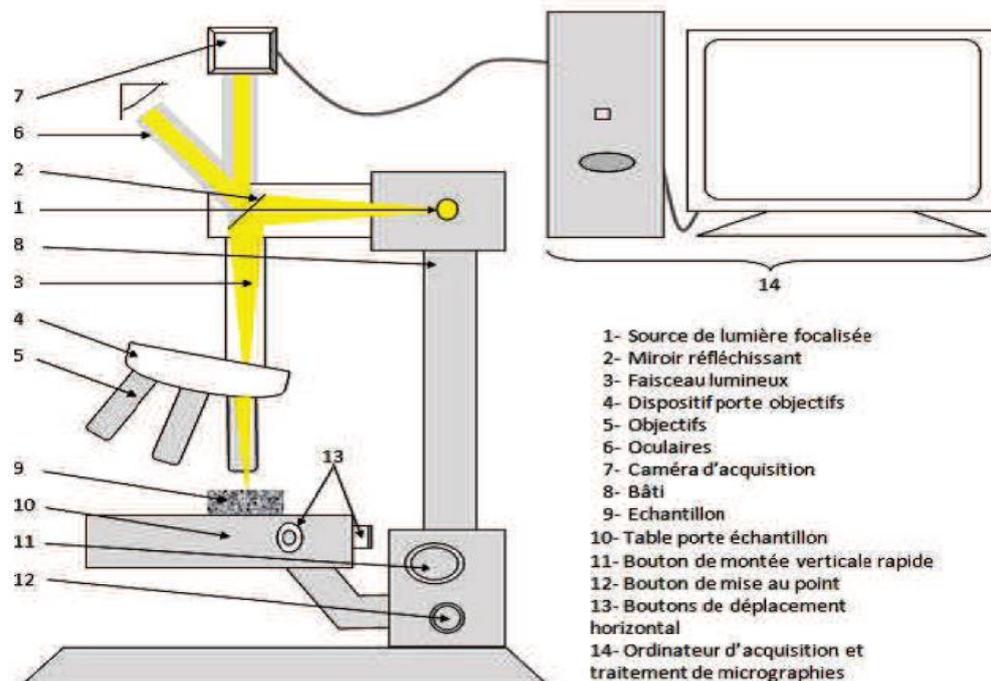


Figure 3.4. Principe du microscope optique piloté par ordinateur.

3.4.1. Préparation des échantillons

Pour l'observation il faut que les sections soient planes, polies et souvent attaquées pour en révéler la microstructure.

- **Polissage** : L'objectif est d'obtenir une surface plane, de rugosité inférieure à $0.1\mu\text{m}$. Cette opération comprend deux étapes : Polissage fin et polissage grossier.
Le polissage mécanique grossier dresse la surface et rend la rugosité inférieure à $10\mu\text{m}$. L'opération se fait sous eau avec des tourets à plateau très dur sur lesquels on place des papiers abrasifs.
Le polissage mécanique de finition utilise par étape des particules d'abrasifs de verre libres de plus en plus fines déposées sur un drap de feutre fin et doux fixé sur un disque très dur.
- **Attaque chimique**. Elle permet de différencier les constituants micrographiques et fait apparaître les interfaces : joints de grains et interfaces entre phases. En général, le réactif dissout rapidement les interfaces entre phases différentes, dissout plus lentement les joints de grain d'une même phase. Les conditions optimales d'attaques sont étudiées expérimentalement.

Réactif à l'eau régale glycinée constitué de 10ml HNO_3 14N (densité 1.40), 20-50ml HCL 12 N (densité 1.18) et 30ml de glycérol. Ce réactif permet la révélation des grains de la ferrite, de l'austénite et de leurs interfaces. Réalisé à l'ambiante pour une durée de 4min30sec.

- **Attaque électrolytique** : Ou électrochimique, elle procède par dissolution anodique qui privilégie une très faible vitesse et favorise ainsi la dissolution très différentielle aux interfaces et entre les phases différentes.
Le mécanisme de celle-ci consiste à mettre la surface à attaquer en contact avec un électrolyte puis faire passer un courant électrique à travers l'échantillon jouant le rôle d'une électrode. La tension, le temps d'exposition et le type de l'électrolyte dépend de l'alliage à attaquer.

Pour révéler la phase sigma et les carbures dans le joint de soudure, nous avons suivi dans les laboratoires du CRTI (ex. CSC de Chéraga) les mêmes démarches de polissage mais ensuite nous avons utilisé une attaque électrolytique qui s'est déroulé comme suit : On a plongé notre échantillon dans un bain d'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 10N à la température ambiante avec une durée de 20sec.

3.4.2. Estimation du taux de ferrite

3.4.2.1. Méthodes des diagrammes

3.4.2.1.1. Diagrammes utilisés

- Diagramme de Schaeffler

Représenté sur la *figure 3.5*, il permet de :

- prédire la structure métallurgique d'un dépôt à l'état brut de soudage à partir de l'analyse chimique.
- sélectionner un métal d'apport

- appréhender les risques métallurgiques

L'axe des abscisses du diagramme est le chrome équivalent, qui est la somme de la teneur du chrome et des teneurs des autres éléments gamma-gène affectées de coefficients représentant leur influence comparée à celle du chrome. L'axe des ordonnées quant à lui est le nickel équivalent, qui est la somme de la teneur en nickel et des teneurs en autres éléments alpha-gène affectées de coefficients.

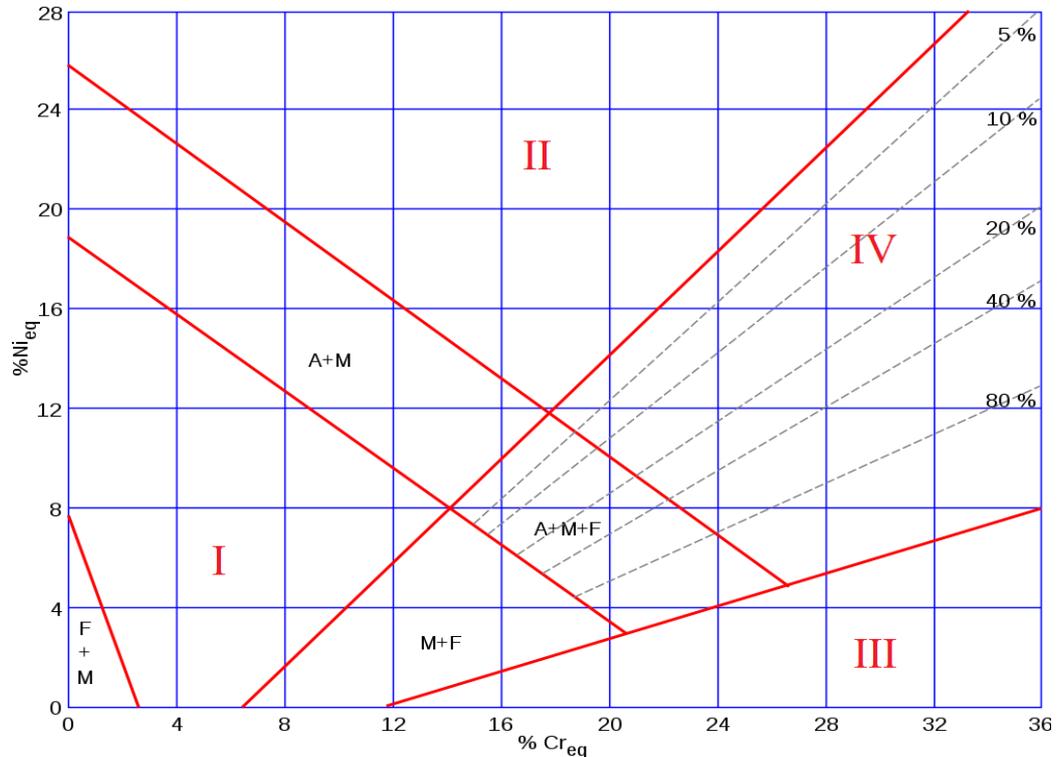


Figure 3.5. Diagramme de Schaeffler.

- Nature des phases et risques métallurgiques :
 - Zone I : structure martensitique, risque de fissuration à froid.
 - Zone II : structure austénitique, risque de fissuration à chaud.
 - Zone III : structure ferritique, risque de fragilisation pas grossissement des grains (faible ductilité).
 - Zone IV : structure austéno-ferritique, risque de fragilisation par précipitation de la phase sigma (équivalent Cr > 25).

Afin de pouvoir utiliser le diagramme de Schaeffler, le calcul du taux de dilution et les équivalents chrome et nickel est nécessaire.

- **Diagramme de Delong**

Le diagramme de Delong représenté sur la *figure 3.6.*, présente l'avantage d'être plus précis en prenant en considération l'influence de l'azote, élément fortement gamma-gène.

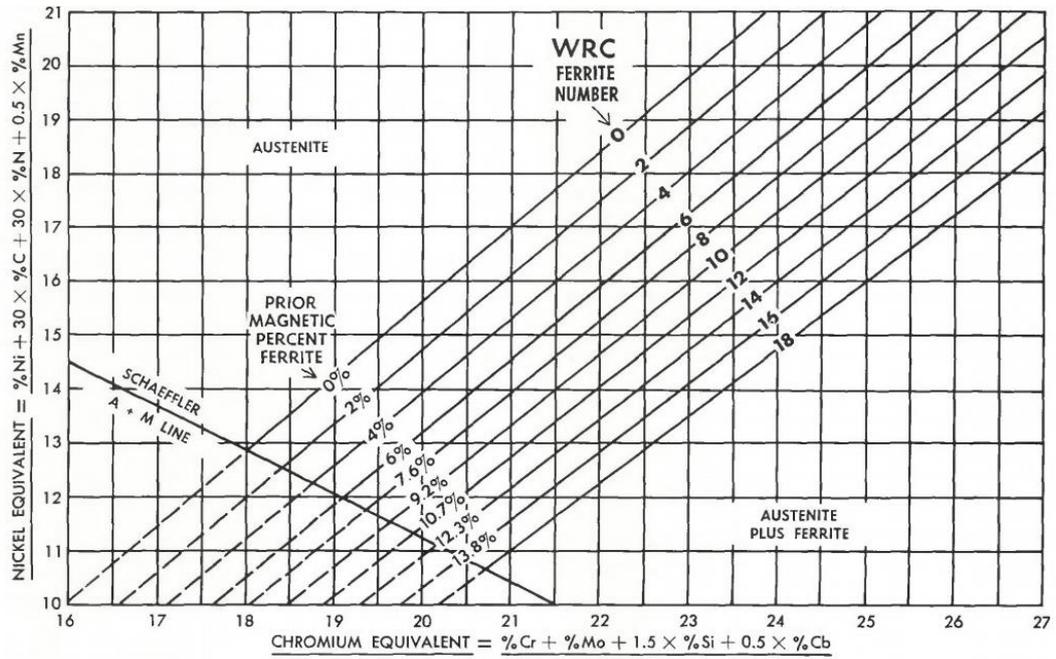


Figure 3.6. Diagramme de Delong.

- Diagramme WRC 1992

Le diagramme WRC-1992 (figure 3.7.) prévoit une teneur en ferrite pour une grande gamme de métal déposé inox, y compris les types duplex et super duplex. Les métaux déposés se solidifiant dans les zones FA et F possèdent la meilleure résistance à la fissuration à chaud ; ceux situés dans la zone totalement austénitique (A) sont plus sensibles.

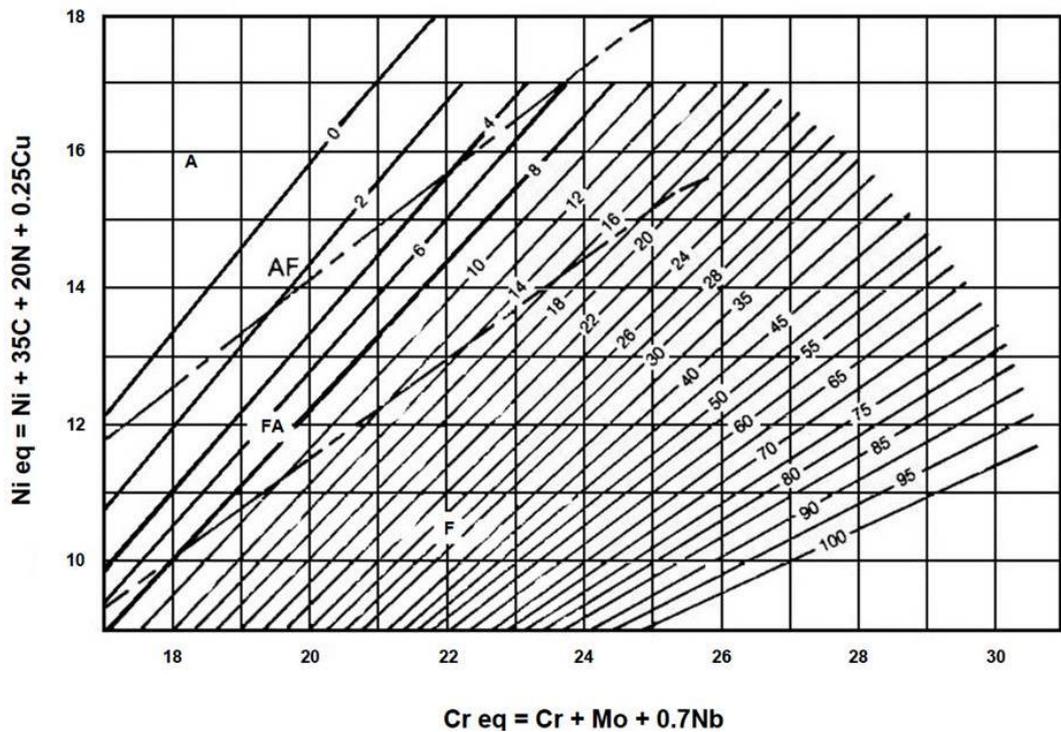
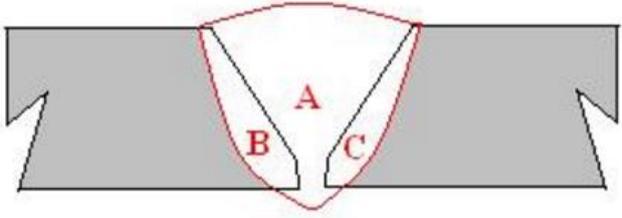


Figure 3.7. Diagramme de WRC 1992.

3.4.2.1.2. Taux de dilution

Le taux de dilution représente la proportion dans laquelle le métal de base participe, par sa propre fusion, à l'élaboration de la zone fondue. Il est considéré comme étant le rapport entre le volume de base et celui de l'ensemble de la zone fondue, comme montré sur la **figure 3.8**.



$$\% \text{ Dilution} = \frac{B + C}{A + B + C} \times 100$$

Figure 3.8. Calcul du taux de dilution.

Pour déterminer les surfaces qui nous permettent de calculer le taux de dilution nous avons utilisé le logiciel **Adobe Illustrator**, qui est un logiciel de création graphique vectorielle. La **figure 3.9** montre les étapes à suivre.

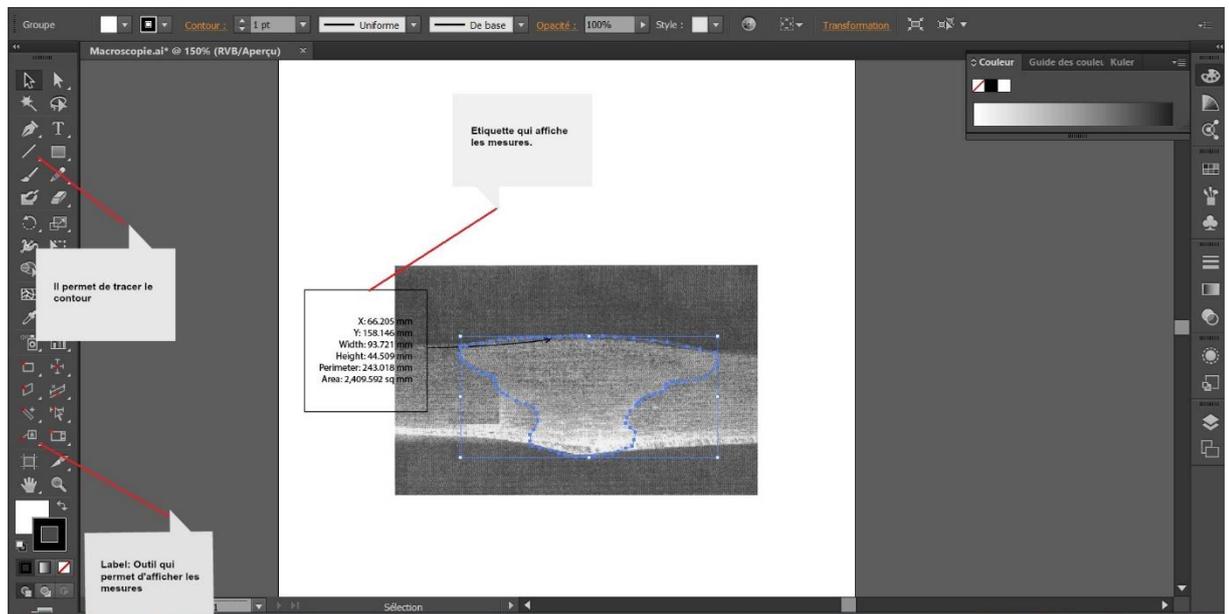


Figure 3.9. Mesurer les aires pour le calculer le taux de dilution.

3.4.2.1.3. Calcul des équivalents chrome et équivalents nickel

- L'équivalent chrome est la somme de la teneur en chrome et des teneurs en autres éléments alpha-gènes (Mo, Si, Ti, Nb ...) affectées de coefficients représentant leur influence comparée à celle du chrome.

- L'équivalent nickel est la somme de la teneur en nickel et des teneurs en autres éléments gamma-gènes (C, N, Cu, Co...) affectées de coefficients représentant leur influence comparée à celle du nickel.

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

Tableau 3.6. Formules des $Cr_{\text{éq}}$ et $Ni_{\text{éq}}$.

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

3.4.2.1.4. Détermination des points figuratifs

- On calcule le $Cr_{\text{éq}}$ et $Ni_{\text{éq}}$ pour le métal de base et le métal d'apport, on place les points A et B (respectivement MB et MA) et on trace une droite entre les deux points,
- On calcule le taux de dilution,
- Sur la droite AB on place le point E, en tenant compte de la participation du métal de base.

Pour l'exploitation du diagramme de Schaeffler nous avons utilisé un programme sous Excel réalisé par Kevin Millican (*figure 3.10*). L'utilisation du programme est assez simple, il suffit de choisir les matériaux (métal de base et d'apport) où d'introduire la composition chimique, les équivalents chrome et nickel sont automatiquement calculés. Le taux de dilution est introduit manuellement suite à quoi on obtient directement les points figuratifs sur le diagramme.

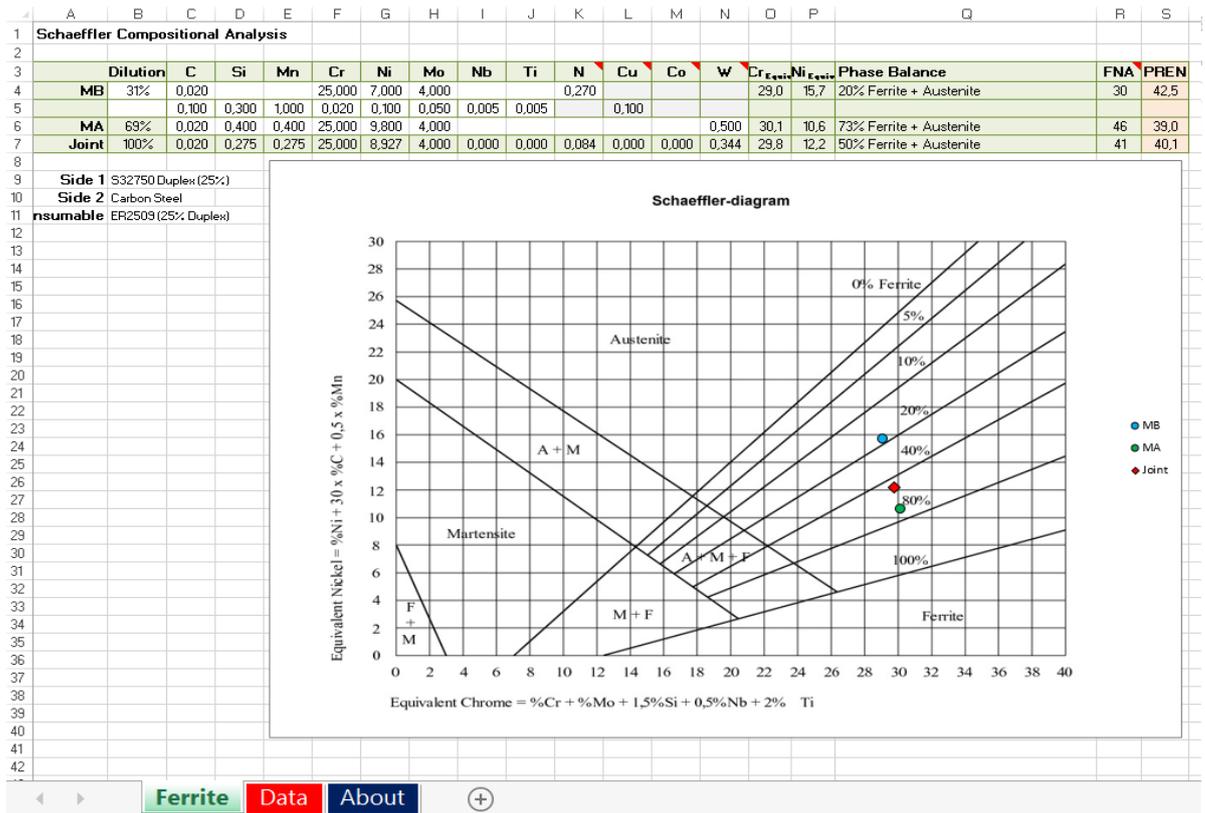


Figure 3.10. Programme Excel permettant l'exploitation du diagramme de Schaeffler.

3.4.2.2. Traitement d'image

Afin de calculer le taux de ferrite dans les différentes zone du métal nous avons utilisé un logiciel de traitement d'image « IMAGE J ».

Pour quantifier le taux de ferrite, nous avons utilisés les micrographies obtenus par le microscope optique. Nous avons choisi 04 micrographies de chaque zone (*figure 3.11*) et nous avons calculé le taux de ferrite moyen.

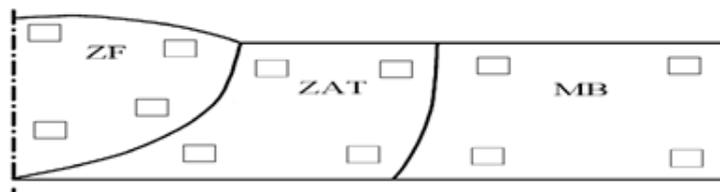


Figure 3.11. Schéma du prélèvement des micrographies pour le traitement d'image.

La ferrite et l'austénite apparaissent en couleurs différentes, après transformations et en ajustant la luminosité et le contraste on obtient une image binaire, où la ferrite en noir et l'austénite en blanc (*figure 3.12*).

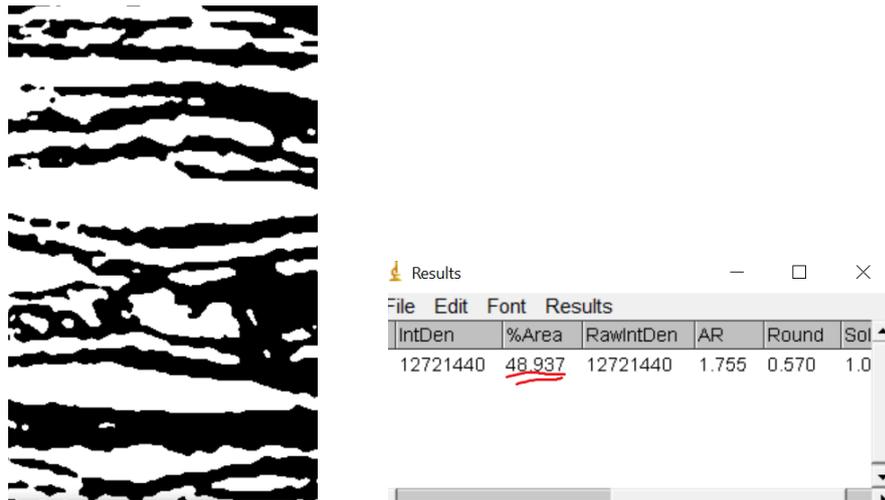


Figure 3.12. Image traitée par « IMAGE J ».

3.4.2.3. Ferritscopie

Le principe de mesure le taux de ferrite par feritscope (*figure 3.13*) repose sur le principe d'induction magnétique. Un champ magnétique généré par une bobine entre en interaction avec les composants magnétiques de la pièce (la ferrite). Les variations du champ magnétique induisent une tension proportionnelle au taux de ferrite dans une seconde bobine. Cette tension est ensuite exploitée pour donner le taux de la ferrite.



Figure 3.13. Feritscope.

3.5. Caractérisation mécaniques

Afin de mettre en évidence les caractéristiques mécaniques du matériau, nous avons effectué divers essais mécaniques pour déterminer la limite à la rupture, la dureté et la microdureté pour contrôler la qualité de la soudure.

3.5.1. Dureté

Trois procédés de mesure statique de la dureté ont été développés successivement et normalisés : Les essais de dureté selon Brinell, Vickers et Rockwell. La méthode de mesure pour ces trois types d'essais est basée sur la pénétration d'un indenteur ou pénétrateur très dur sur la surface d'un matériau. Une valeur de dureté sans dimension est déterminée à partir de la mesure de la dimension ou de la profondeur de l'empreinte laissée par le pénétrateur soumis à une charge et une vitesse d'application contrôlées. Les procédés se différencient par le type de pénétrateur, la force exercée, la grandeur mesurée et le mode de détermination de la valeur de la dureté.

Au sein des laboratoires de GTP, ce sont des essais de dureté Vickers que nous avons effectués sur deux lignes, neuf points sur chaque ligne (*figure 3.14.*), à l'aide d'une machine de marque INNOVATEST de type NEMESIS 9000.

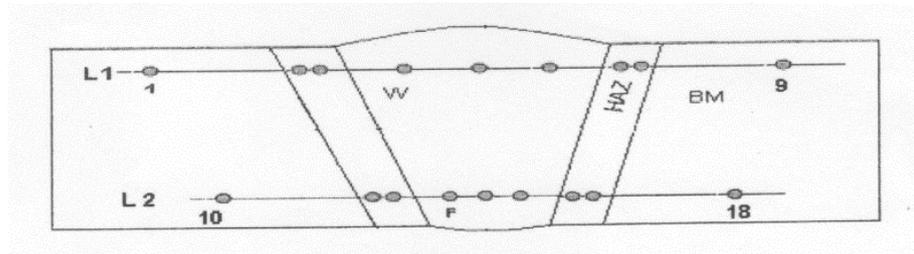


Figure 3.14. Représentation schématique des points de dureté.

Les essais de dureté donnent des empreintes dont la taille est de l'ordre du millimètre. Une empreinte couvre donc un nombre important de grain d'un métal et les duretés obtenues sont des valeurs moyennes sur plusieurs grains.

- Description de l'essai de dureté Vickers :

Le procédé de Vickers est le procédé le plus précis pour la mesure de la dureté. Pour cet essai, nous avons utilisé comme pénétrateur un diamant épointé de forme pyramidale à base carrée et d'angle 136° entre deux faces opposées (voire *figure 3.15*). La force est appliquée en 10 à 15 secondes jusqu'à sa valeur maximale et elle est ensuite retirée. L'empreinte laissée sur l'échantillon est de forme pyramidale. La dureté de Vickers est définie par :

$$HV = \frac{1.854 \times F}{d^2}$$

F est la charge appliquée en [N] ; $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$ est la diagonale moyenne de l'empreinte en [mm].

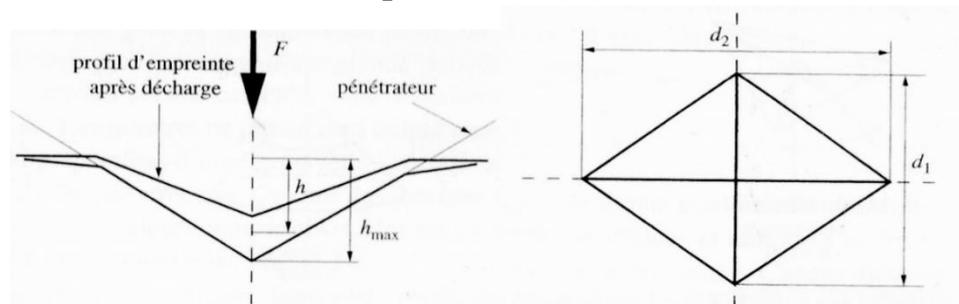


Figure 3.15. Schéma de principe d'un essai de Vickers.

Les conditions sous lesquelles l'essai a été réalisé sont regroupées sur le **tableau 3.7**.

Tableau 3.7. Conditions de travail de l'essai de dureté.

	Charge (Kg)	Temps de maintien (s)
MB	10	15
ZAT	5	
ZF	10	

3.5.2. Micro-dureté

On parle de micro-dureté lorsque la taille de l'empreinte correspondante est de l'ordre de quelques micromètres (μm). La micro-dureté peut être mesurée sous certaines conditions, par les méthodes conventionnelles statiques de Vickers, Brinell et Rockwell. Comme pour les mesures de la dureté, il est indispensable de préciser les conditions d'essai (charge appliquée et temps de maintien).

Le principe de mesure de la micro-dureté est analogue aux différentes méthodes de mesure de dureté, et donc basé sur le principe de la mesure de l'aire d'une empreinte ; création d'une empreinte par un pénétrateur sous l'action d'une charge et la mesure de l'aire de cette empreinte après décharge.

La valeur de la micro-dureté est calculée comme le rapport entre la charge appliquée, F en [N], et l'aire de l'empreinte, A en [mm^2] :

$$H = \frac{F}{A} = \frac{cF}{d^2}$$

« c » est une constante indépendante de la charge, fonction de la géométrie du corps pénétrateur, et « d » est la diagonale moyenne de l'empreinte générée.

Nos essais ont été effectués dans le laboratoire de l'Ecole Nationale Polytechnique, avec un microduremètre composé d'un appareil de mesure de dureté et un microscope. La valeur de la dureté est directement affichée sur un écran après la lecture des deux diagonales. L'exécution des mesures sur chaque profil commence du centre du cordon (centre de la zone fondue) en allant vers la ZAT puis le métal de base. Les profils ont été réalisés avec un pas de 0.5mm, sur trois lignes comme montré sur la **figure 3.16**.

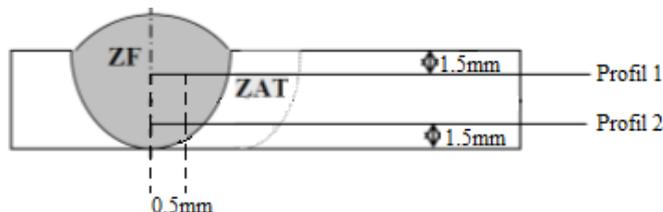


Figure 3.16. Schéma représentatif des profils de micro-dureté.

3.5.3. Traction

Cet essai est le plus communément pratiqué à cause de sa simplicité pour la détermination des caractéristiques mécaniques élastiques, plastiques et de sa ductilité. L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette à une charge uni-axiale longitudinale jusqu'à la rupture, à température ambiante (20°C), et à enregistrer simultanément durant l'essai la charge et l'allongement de l'éprouvette. Ces données permettent d'obtenir la limite à la rupture du matériau.

- *Les éprouvettes*

L'essai de traction est pratiqué sur des éprouvettes cylindriques dont la géométrie est fonction de la forme et des dimensions du produit d'origine. La géométrie et les dimensions de la partie utile sont définies par la norme.

Les éprouvettes de traction peuvent adoptées deux géométries : cylindrique ou plate (*figure 3.17.*). La section doit être constante sur une longueur suffisante pour obtenir un état de contrainte homogène durant l'essai. Aux deux extrémités sont usinées deux têtes d'amarrage avec des rayons de courbure suffisamment grands pour éviter des concentrations de contraintes excessive.

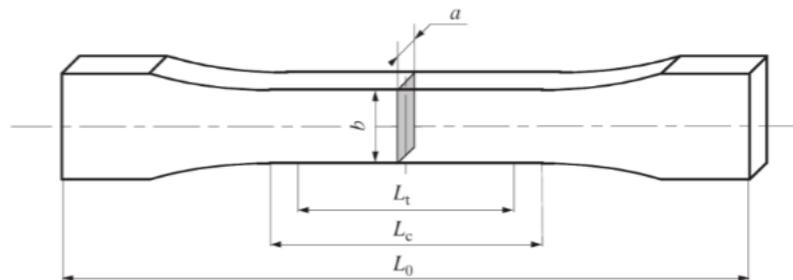


Figure 3.17. Géométrie d'éprouvettes de traction plate à section rectangulaire.

Dans les laboratoires d'essais mécaniques de GTP, nous avons effectué des essais de tractions sur deux éprouvette plates à section rectangulaire dont les dimensions sont rapportées sur le *tableau 3.8.*

Tableau 3.8. Dimensions des éprouvettes de traction.

Repère	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Section (mm ²)
T1	12.5	5.17	64.63
T2	13.24	5.94	78.65

- *La machine d'essai*

Les machines utilisées doivent permettre l'application d'une charge uni-axiale dans l'axe de l'éprouvette (traction pure) et l'enregistrement en continu de la charge appliquée et de l'allongement de l'éprouvette.

Nous avons utilisé au sein des laboratoires d'essais mécaniques de GTP une machine universelle de marque WOLPERT, type UTM d'une capacité de 1000 KN comportant un extensomètre pour effectuer une mesure précise de la limite à la rupture et ne permettant pas d'obtenir la limite élastique et l'allongement et un dynamomètre pour mesurer l'effort.

3.5.4. Pliage

L'essai de pliage est un essai qualitatif simple et bon marché qui peut être utilisé pour déterminer tant la flexibilité que la résistance d'un matériau. Il est souvent utilisé comme essai de contrôle de qualité pour les soudures bout à bout.

L'essai de pliage utilise une éprouvette ayant trois points d'appui et pliée jusqu'à l'obtention d'un angle spécifique. Le côté extérieur de l'éprouvette de pliage subit une déformation plastique en traction de telle sorte que chaque défaut ou fragilisation du matériau est nettement visible, cet essai est schématiser sur la *figure 3.18*. Il peut être réalisé de façon à ce que l'éprouvette se plie librement ou que le pliage soit guidé par un mandrin.

Dans les laboratoires de GTP, nous avons effectué des essais de pliage sur quatre éprouvettes prélevés transversalement à l'assemblage soudé dont deux en endroit (FB) et deux en envers (RB) (*figure 3.18.*) d'épaisseur de 5.94mm et de largeur de 38mm et de diamètre de poinçon de 25mm.

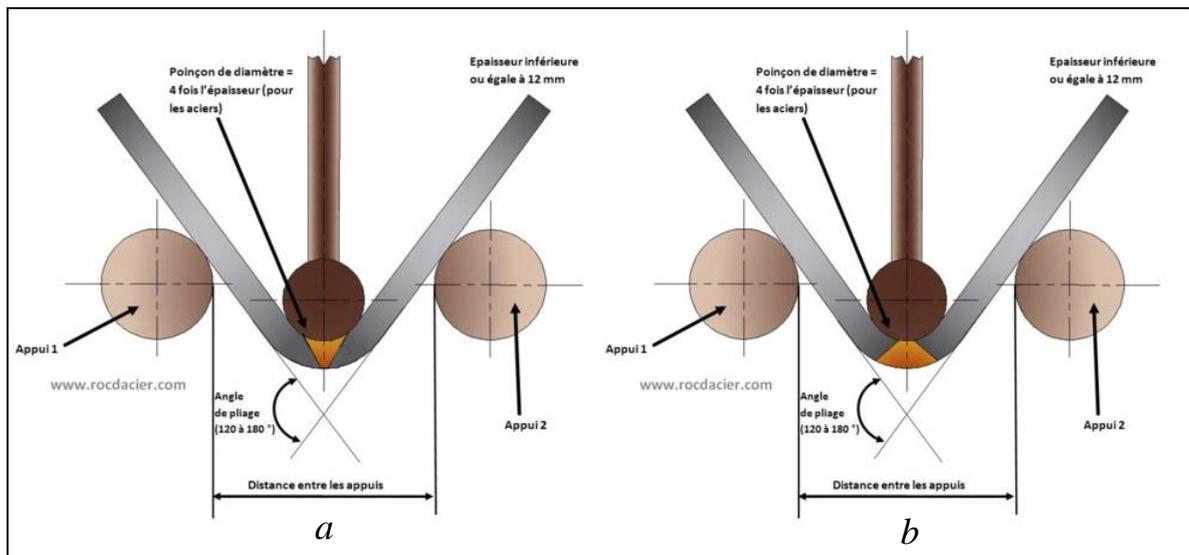


Figure 3.18. Principe essai de pliage : (a) endroit ; (b) envers.

3.5.5. Résilience

Ces essais permettent de caractériser la fragilisation d'un matériau. Ils consistent à rompre une éprouvette entaillée sous l'impact d'un "mouton-pendule". On mesure l'énergie absorbée par la rupture. L'essai de résilience demeure le plus utilisé pour évaluer la fragilité d'un matériau au niveau d'un joint soudé, et présente l'avantage d'être très simple.

- *Eprouvettes*

Une éprouvette Charpy est un barreau entaillé. Deux types d'éprouvettes existent, l'éprouvette KCU et KCV, selon que l'entaille a une forme de U ou V.

Ces essais ont été effectués au laboratoire d'essais mécaniques de GTP, avec un mouton pendule classique. On a réalisé des éprouvettes normalisées de dimensions de $55 \times 10 \times 5$ mm³ avec des entailles (*figure 3.19.*). L'usinage des entailles se fait au niveau de la **zone fondue**, la **ligne de fusion** et le **métal de base**. Les entailles usinées dans les éprouvettes sont des entailles en V de 45° d'ouverture et de 2mm de profondeur. Les essais ont été réalisés à une température de -40°C.

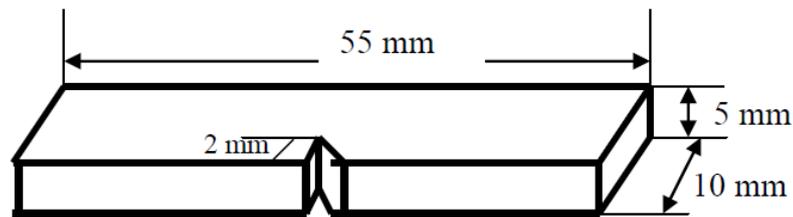


Figure 3.19. Schéma d'une éprouvette de résilience, Charpy en V.

- *Mouton Charpy*

Le mouton Charpy est constitué d'un couteau fixé sur un marteau qui oscille dans un plan vertical autour d'un axe comme représenté sur la *figure 3.20.* Pour un essai, le couteau est amené à une hauteur h_i qui correspond à l'énergie de départ W_i . Dans sa chute, le couteau va provoquer la rupture de l'éprouvette qui sera accompagnée d'une absorption d'énergie W_a , puis il remonte à une hauteur h_f à laquelle est associée une énergie potentielle $W_f = mgh_f$. Plus la hauteur de remontée h_f est faible plus le matériau est résilient.

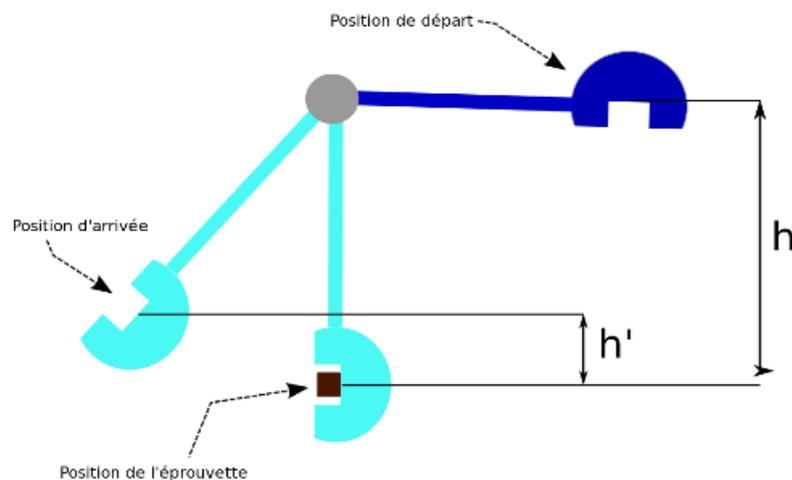


Figure 3.20. Représentation du mouton-pendule rotatif et des hauteurs à prendre en compte pour le calcul de l'énergie absorbée.

3.6. Autres caractérisation

3.6.1. Diffraction aux rayons X

L'état cristallin est caractérisé par la répartition périodique et tridimensionnelle dans l'espace des atomes. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants « plans réticulaires » notés $\{h,k,l\}$. Les distances inter-réticulaires dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X.

Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de Bragg est réalisée (*figure 3.21.*) : $2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$

n : Ordre de la diffraction.

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d : distance entre deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

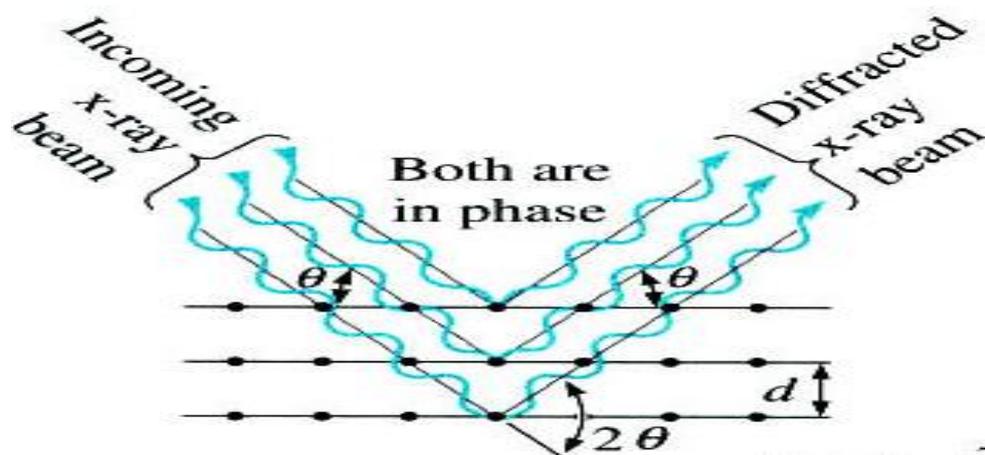


Figure 3.21. Diffraction des rayons X selon Bragg.

L'essai a été réalisé au sein du laboratoire des sciences des matériaux à l'Université des Sciences et Technologies Houari Boumediene, en utilisant un diffractomètre PANalytical X'PERT PRO. Les données sont obtenues par l'exposition de l'échantillon à des radiations (raie K_{α} du cuivre, rayon X), dont la longueur d'onde (λ) est de 1,540598 Å. Les rayons X sont générés d'une anode en Cu avec un voltage de 45KV et un courant de 40 mA. L'échantillon reste fixe et le balayage d'angle θ (9,9970 - 89,9998) est effectué grâce aux mouvements de la source et du détecteur autour de l'échantillon.

- Dépouillement du spectre de diffraction

Pour l'identification des phases présentes dans notre échantillon, nous avons utilisé le logiciel Crystal Match Impact (*figure 3.22.*), qui permet de comparer un spectre obtenu à des spectres références d'une base de données.

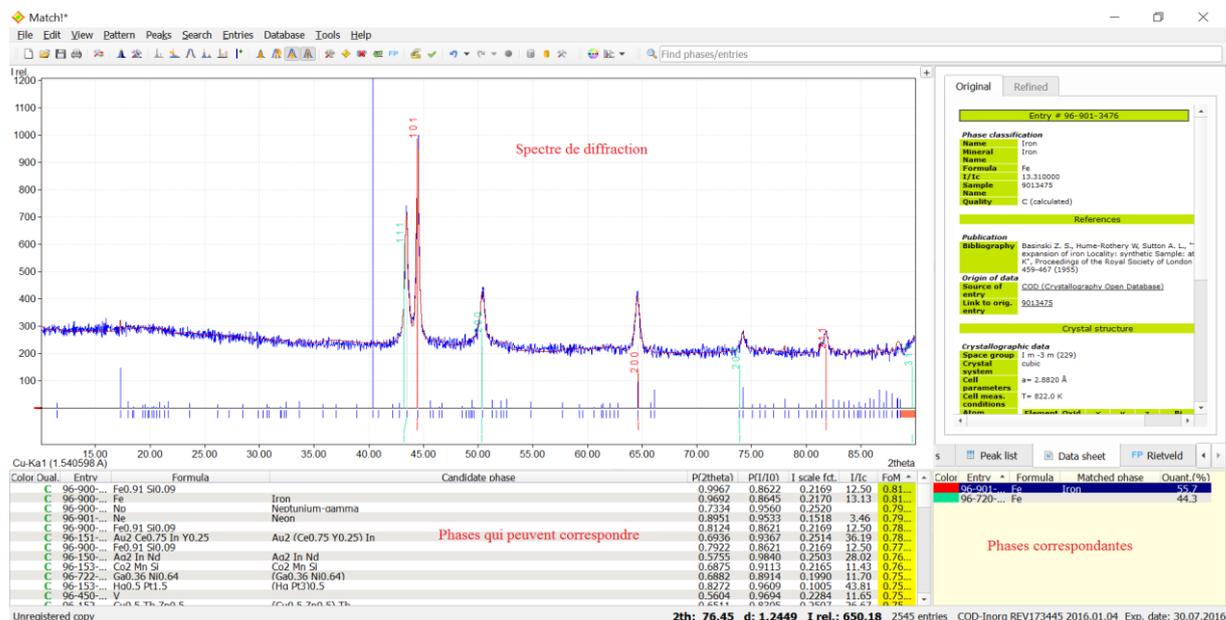


Figure 3.22. Crystal match impact.

3.6.2. Microscopie électronique à balayage et microanalyse de la composition pas EDS

La microscopie électronique à balayage est une puissante technique d'observation des surfaces. Son utilisation dans l'analyse des microstructures des aciers présente l'avantage d'obtenir des résolutions nettement supérieures à celles obtenues en microscopie optique.

La Formation d'une image se fait par un balayage d'une zone par un faisceau d'électrons et détection de l'intensité de rayonnement émise en chaque point.

La *figure 3.23* présente les différents rayonnements produit par suite de l'interaction faisceau d'électrons/matière.

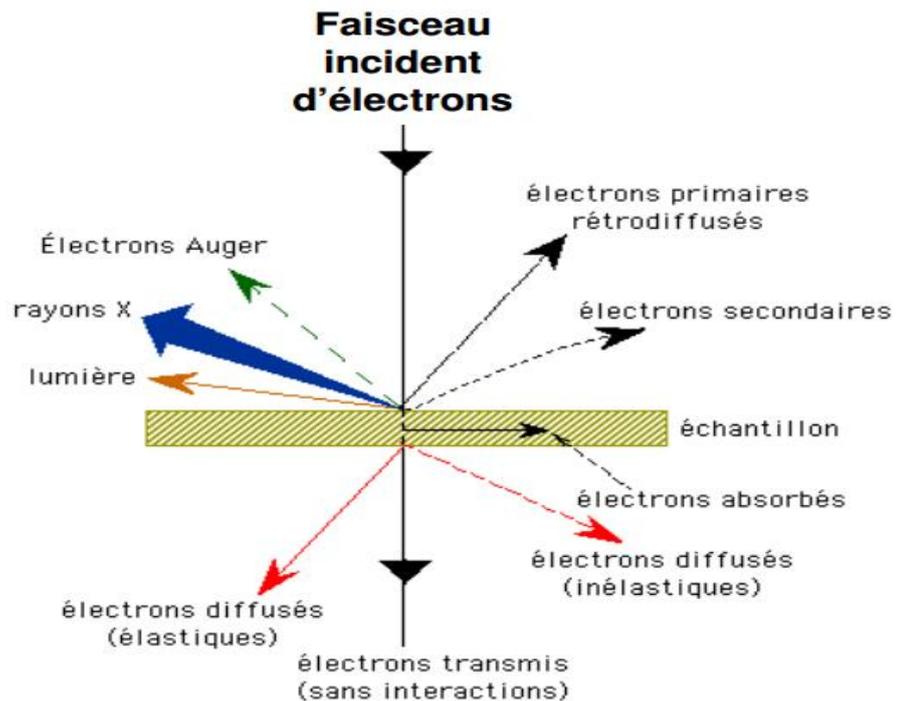


Figure 3.23. Interaction d'un faisceau d'électrons primaire avec l'échantillon.

Pour identifier les différentes phases existantes, nous avons utilisé l'analyse ponctuelle par EDS (Energy Dispersive X-ray spectroscopy). Elle permet d'analyser le spectre d'un rayonnement de rayons X en regardant l'énergie d'un photon détecté. On dispose pour cela d'un détecteur semi-conducteur.

Les détecteurs fonctionnant en dispersion d'énergie sont constitués par une partie active en silicium. Les photons X incidents créent des paires électrons / trous. Grâce à la polarisation du détecteur, les électrons migrent vers l'anode et un courant de fuite est enregistré. Ce courant est proportionnel à l'énergie du photon X incident. De la sorte, les transitions radiatives – propres à chaque élément - peuvent être identifiées par des pics sur le spectre. La surface de chacun des pics est corrélée à la teneur de l'élément dans le composé et à l'énergie du faisceau primaire.

CHAPITRE 4 : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

4. Résultats et interprétations

4.1. Examen métallographique

L'objectif de cette section est de révéler, observer et interpréter la macro et surtout la microstructure du matériau étudié en utilisant le microscope optique. En effet, les relations entre les propriétés d'emploi et les structures sont primordiales en génie des matériaux rendant ainsi essentiel l'observation des structures aux échelles appropriées.

Dans ce qui suit nous allons faire une caractérisation de la qualité de soudage au microscope optique. Notre travail a été réalisé sur un échantillon à son état de réception n'ayant subi aucun traitement thermique.

4.1.1. Macrographie

L'examen métallographique précède et guide l'examen micrographique. Compte tenu de ce qu'il fournit comme renseignements, son exploitation est indispensable pour localiser les examens micrographiques.

L'examen macrographique ne révèle aucun défaut susceptible de provoquer une rupture ou une fissuration au niveau du joint soudé. Toutefois, il montre l'hétérogénéité entre le métal de base et le cordon de soudure. Eton distingue trois zones sur la *figure 4.1* :

- MB : Le métal de base,
- ZAT : La zone affectée thermiquement,
- ZF : La zone fondue, qui est composée de trois parties ; la passe de remplissage ou la première passe, les passes de bourrage et la passe de finition.

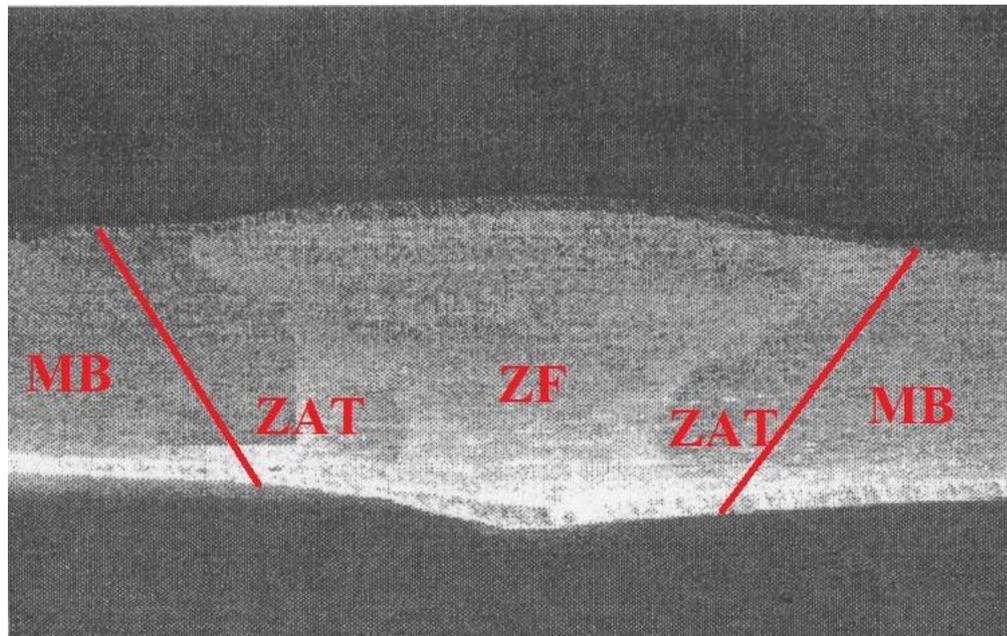


Figure 4.1. Macrographie du profil du joint soudé.

4.1.2. Micrographie

Ici nous allons mettre en évidence les différentes micrographies afin de déterminer les microstructures dans les différentes zones du cordon de soudure. La révélation de la microstructure pour notre matériau se fait au moyen de deux types de réactif d'attaque, attaque chimique à la solution **glyceregia** et une attaque électrolytique au KOH.

4.1.2.1. Micrographie par attaque chimique

On a appliqué l'attaque chimique **glyceregia** sur l'échantillon utilisé afin de pouvoir révéler la microstructure des différentes zones à l'aide d'un microscope optique avec un agrandissement de X500.

La figure 4.2. Montre les différentes microstructures qu'on retrouve le long d'un joint de soudage. L'hétérogénéité de la microstructure est flagrante. En effet, de la zone fondue (ZF) jusqu'au métal de base (MB) en passant par la zone affectée thermiquement (ZAT) la taille, la forme ainsi que les proportions des phases sont différentes. Comme on peut le voir la ZAT est constituée de deux sous zones notées ZAT1 et ZAT2, respectivement la ZAT surchauffée et la ZAT recuite.

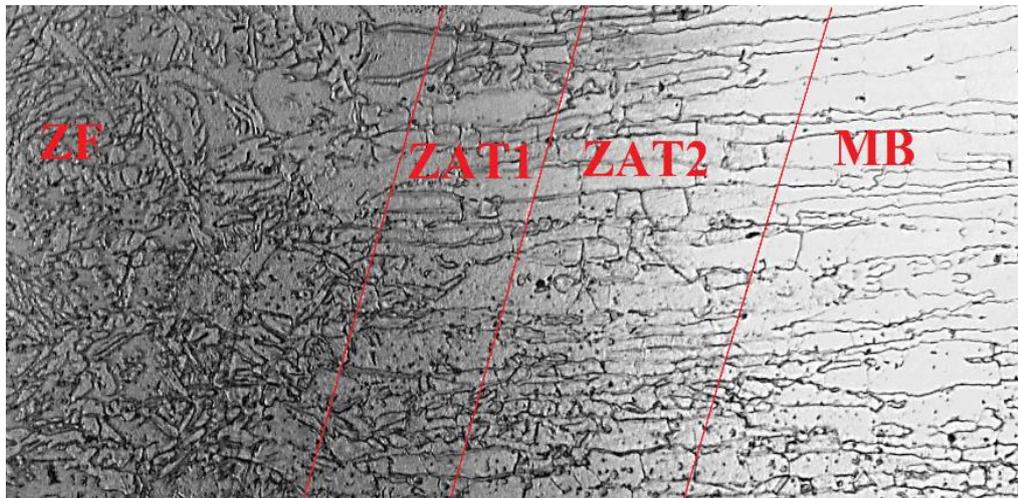


Figure 4.2. Microstructure du joint soudé.

La figure 4.3. Montre la microstructure du métal de base, elle est biphasée, composée d'une phase ferritique α , de couleur foncée, et d'une phase austénitique γ , qui apparaît en couleur plus claire que la première phase. Les proportions des deux phases sont proches, on voit aussi que les grains sont allongés, cela est dû au laminage de l'acier lors de son élaboration.

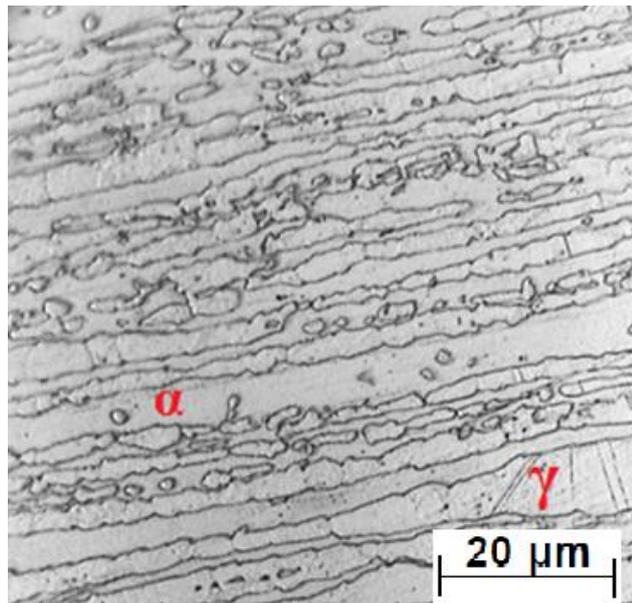


Figure 4.3. microstructure du métal de base.

La zone affectée thermiquement surchauffée, *figure.IV.4*, est caractérisée par un grossissement des grains de la ferrite et une élévation du taux de cette phase ce qui se traduit par une faible densité de grains austénitiques comparée à la ZAT recuite (*figure.IV.5*). Cela est dû aux cycles thermiques (chauffage et refroidissement) que cette zone a subit durant le soudage. La ZAT recuite quant à elle, a une structure similaire à celle du métal de base si ce n'est la taille des grains qui est plus grande.

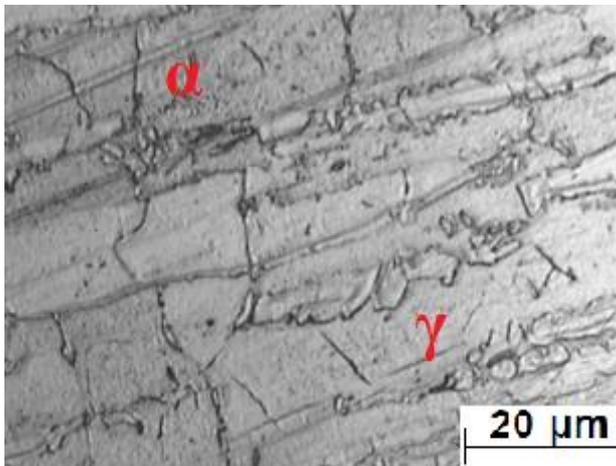


Figure 4.4. Microstructure de la ZAT surchauffée (ZAT1).

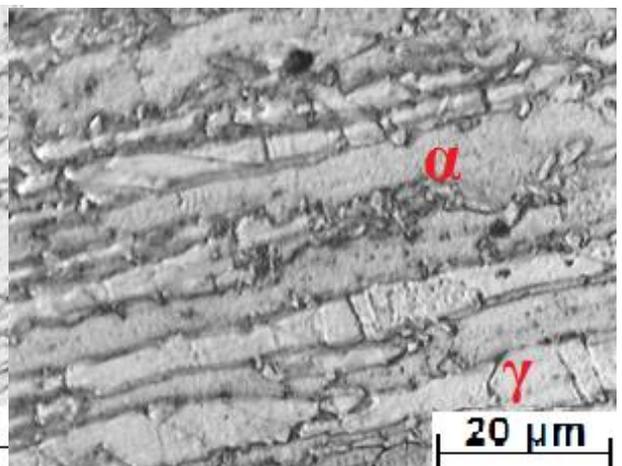


Figure 4.5. Microstructure de la ZAT recuite (ZAT2).

Dans la zone fondue, comme le montre la *figure 4.6*, l'austénite qui apparaît se présente sous diverses formes, l'austénite de type Widmanstätten (de forme aciculaire inter et intra granulaire), l'austénite allotriomorphe au niveau des interfaces ferrite/ferrite et d'autres formes

irrégulières à l'intérieur des grains de ferrite. La présence de toutes ces morphologies dans la soudure est fonction de la composition chimique, la taille de grains de la ferrite et la vitesse de refroidissement.

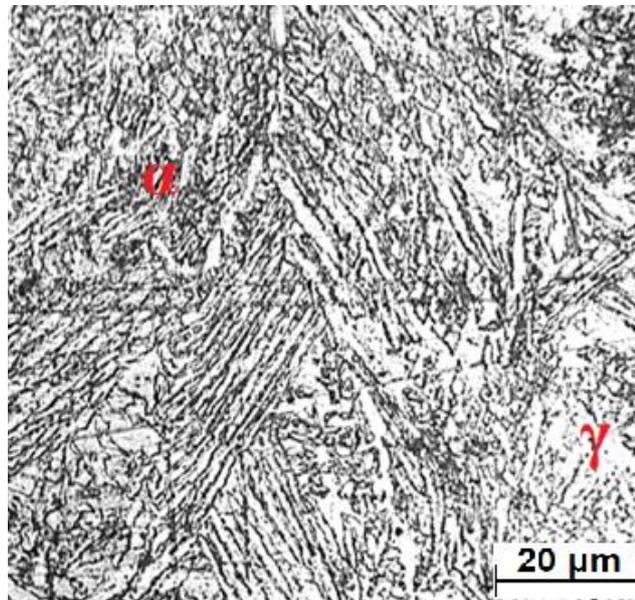


Figure 4.6. Microstructure de la zone fondue.

Durant l'opération de soudage des duplex, la structure se solidifie d'abord en mode ferritique ensuite la transformation de la ferrite en austénite se produit. Lorsque le soudage est réalisé en plusieurs passes comme c'est le cas pour notre soudure, un cycle thermique provoque une re-ferritisation dans une partie du métal fondu déjà déposé et transformé. Ce phénomène se produit plusieurs fois selon le nombre de passe et est responsable des modifications de la morphologie des grains de l'austénite.

4.1.2.2. Micrographie par attaque électrolytique

Dans ce qui suit nous allons mettre les différentes micrographies obtenues par microscope optique après l'application de l'attaque électrolytique au KOH sur l'échantillon afin de pouvoir révéler la phase intermétallique **sigma**.

Les *figures IV.7-9* représentent les microstructures obtenues par observation au microscope optique après attaque électrolytique le long du cordon de soudure.

On remarque sur ces différentes images, l'apparition, en plus des phases ferritiques et austénitiques, d'une phase noir. Sa présence est beaucoup plus marquée dans la zone fondue que dans la ZAT ou dans le métal de base où elle est quasi inexistante.

Cette phase est appelée phase sigma σ , elle précipite principalement dans les interfaces α/γ par la décomposition eutectoïde de la ferrite.

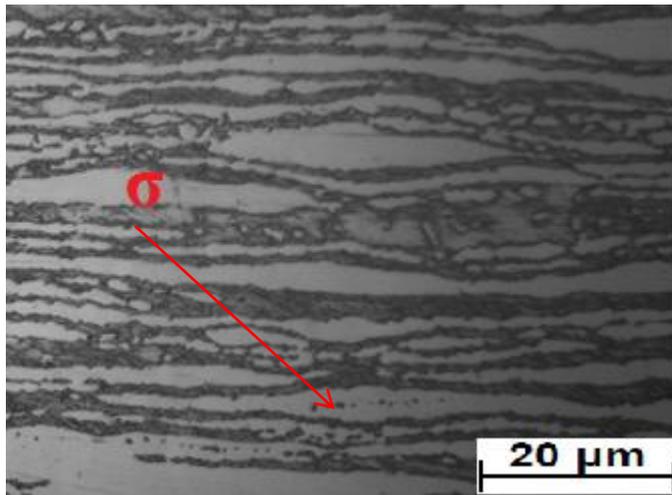


Figure 4.7. Micrographie du Métal de base.

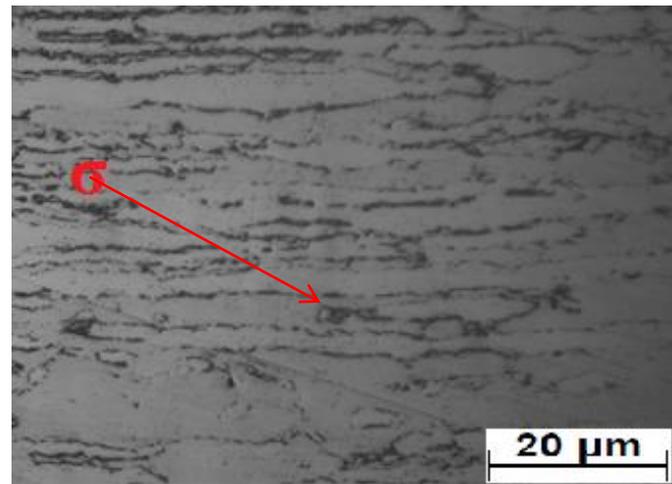


Figure 4.8. Micrographie de la ZAT

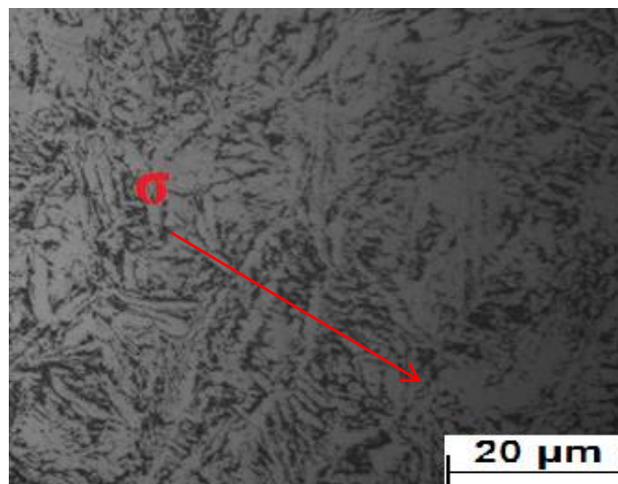


Figure 4.9. Micrographie de la Zone fondue.

4.1.3. Estimation du taux de ferrite

Après avoir présenté les différentes microstructures, il est d'une grande importance de faire une estimation quantitative du taux de ferrite dans chacune des zones du cordon de soudure.

4.1.3.1. Métal de base (MB) et zone affectée thermiquement (ZAT)

On a calculé le taux de ferrite dans le métal de base et dans la zone affectée thermiquement par deux méthodes, traitement d'image, « Image J », et la méthode magnétique, « ferritscopie ». Les résultats obtenus sont regroupés dans les *tableaux IV.1* et *IV.2*, et illustrés par les *figures IV.10* et *IV.11*.

- **Traitement d'image**

Tableau 4.1. Taux de ferrite mesuré par traitement d'image dans le MB et la ZAT.

Taux de ferrite dans la MB (%)				Moyenne (%)	
48,93	52,12	48,78	49,28	49,78	
Taux de ferrite dans la ZAT (%)				Moyenne (%)	
ZAT surch.		ZAT recuite			
52,88	55,2	50,13	52,3	54	51,22

- **Ferritoscopie**

Tableau 4.2. Taux de ferrite mesuré par ferritoscopie dans le MB et la ZAT.

Taux de ferrite dans la MB (%)				Moyenne (%)	
48,3	46,7	50,10	49	48,5	
Taux de ferrite dans la ZAT (%)				Moyenne (%)	
53,5	51,3	--	--	52,4	

La méthode magnétique ne nous permet pas de distinguer la ZAT surchauffée de la ZAT recuite et les valeurs relevées sont dans La **figure 4.10**, sous forme d'histogramme. Le taux de ferrite dans les différentes zones calculé par analyse d'image avec « image J ». Tandis que la **figure 4.11** nous donne le taux de ferrite par la méthode magnétique avec un feritoscope. Nous remarquons que le taux de ferrite augmente en progressant du métal de base jusqu'à la ZAT surchauffée.



Figure 4.10. Taux de ferrite dans le métal de base et dans la ZAT obtenu par « IMAGE J ».

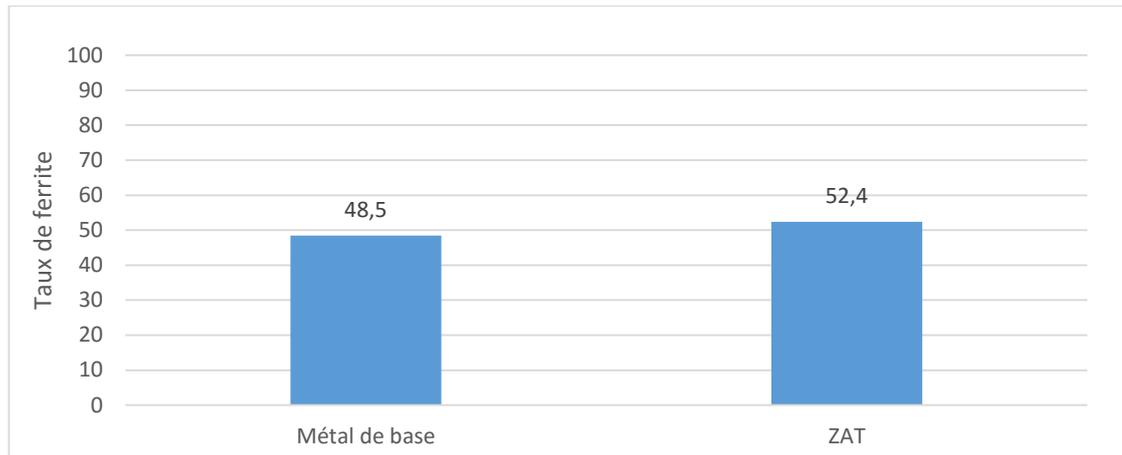


Figure 4.11. Taux de ferrite dans le métal de base et dans la ZAT obtenue par la méthode magnétique.

Le taux élevé de la ferrite dans la ZAT surchauffée traduit la ferritisation de cette zone sous l'effet de du gradient thermique du soudage, et à cause du refroidissement rapide la transformation de la ferrite en austénite est interrompue et une grande proportion de la ferrite est maintenue à l'ambiante.

Nous avons constaté que les taux donnés par les deux méthodes au niveau du MB et ZAT, sont très proche.

4.1.3.2. Zone fondue

Dans cette zone, nous avons estimé le taux de ferrite en utilisant trois méthodes, la méthode des diagrammes (Schaeffeler, Delong et WRC-92), Traitements d'image « Image J », ferritoscopie et par. Les résultats obtenus par les trois méthodes sont regroupés dans les *tableaux IV.3, IV.4 et IV.5* et illustrés sous forme d'histogramme dans la *figure 4.13*.

- Méthodes des diagrammes

Le taux de dilution du métal de base est donné par le calcul ci-dessous :

$$\%D(\text{MB}) = \frac{B + C}{A + B + C} \times 100 = \frac{1091.784}{3501.376} = 31.18\%$$

Tableau 4.3. Valeurs des équivalent chrome et nickel.

	2507		ER2295		Joint	
	Cr _{éq}	Ni _{éq}	Cr _{éq}	Ni _{éq}	Cr _{éq}	Ni _{éq}
Cr et Ni équivalent selon Schaeffler (%)	29.00	15.70	30.10	10.60	29.80	12.20
Cr et Ni équivalent selon Delong (%)	29.52	16.9	30.5	19.15	-	-
Cr et Ni équivalent selon WRC-92 (%)	29	16,58	29	17,93	-	-
Taux de dilution (%)	31.18		68.82		100	
Points figuratifs	MB		MA		Joint	

Les diagrammes de Delong et WRC-92 ne sont pas utilisables dans notre cas, car on ne peut pas placer les points sur le diagramme (hors échelle).

La **figure 4.12.** Présentant le diagramme de Schaeffler positionne la structure du cordon dans le domaine biphasé austéno-ferritique avec une teneur en ferrite de 50%. Aussi, il nous permet de prévoir un risque de fragilisation par la précipitation de la phase sigma permettant ainsi de confirmer les observations faites sur les micrographies après l'attaque électrolytique.

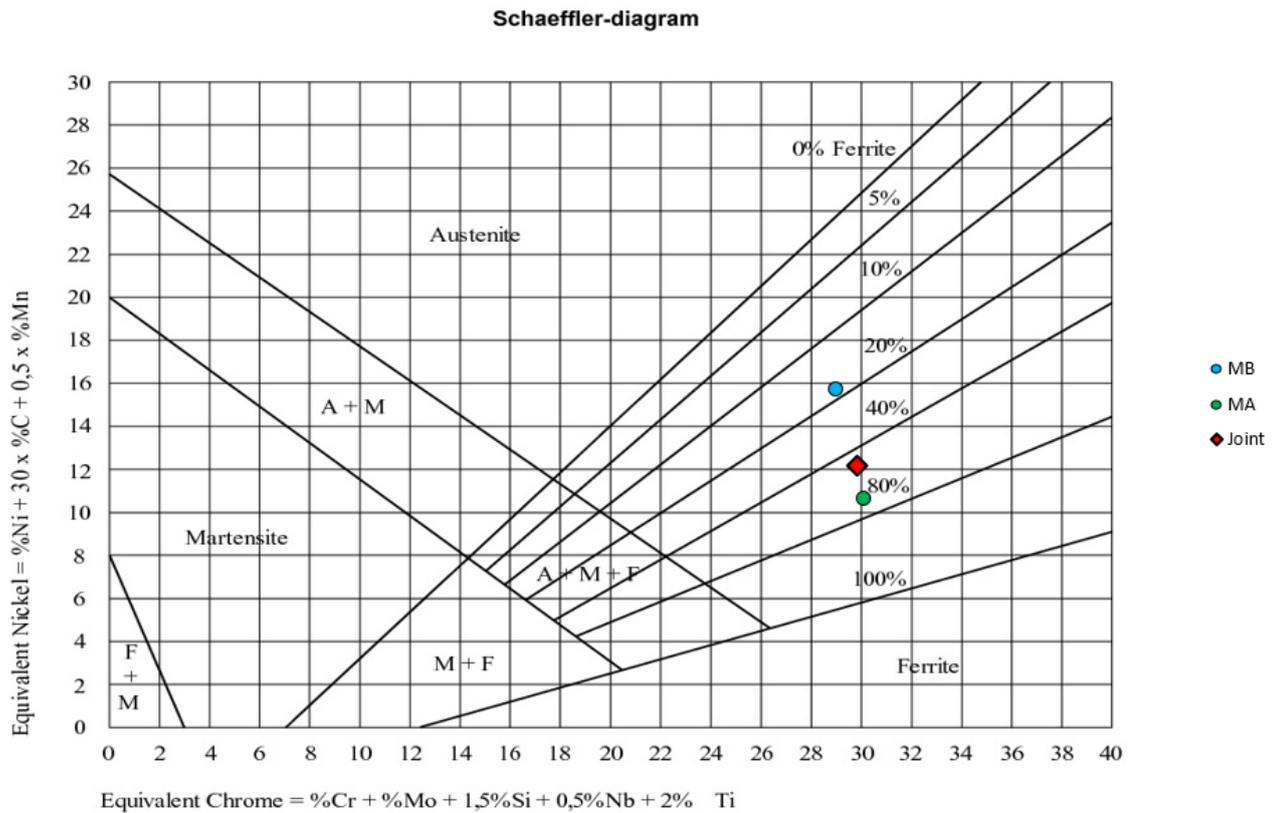


Figure 4.12. Diagramme de Schaeffler.

Ce diagramme nous donne un taux de ferrite dans la zone fondue d'environ 50%.

- **Traitement d'image**

Tableau 4.4. Taux de ferrite mesurer par traitement d'image.

Taux de ferrite dans la ZF (%)				Moyenne (%)
54,38	57,12	57,03	56,78	56,48

- **Ferritoscopie**

Tableau 4.5. Taux de ferrite mesurer par ferritoscopie.

Taux de ferrite dans la ZF (%)				Moyenne (%)
63	65,4	64	65,3	64,42

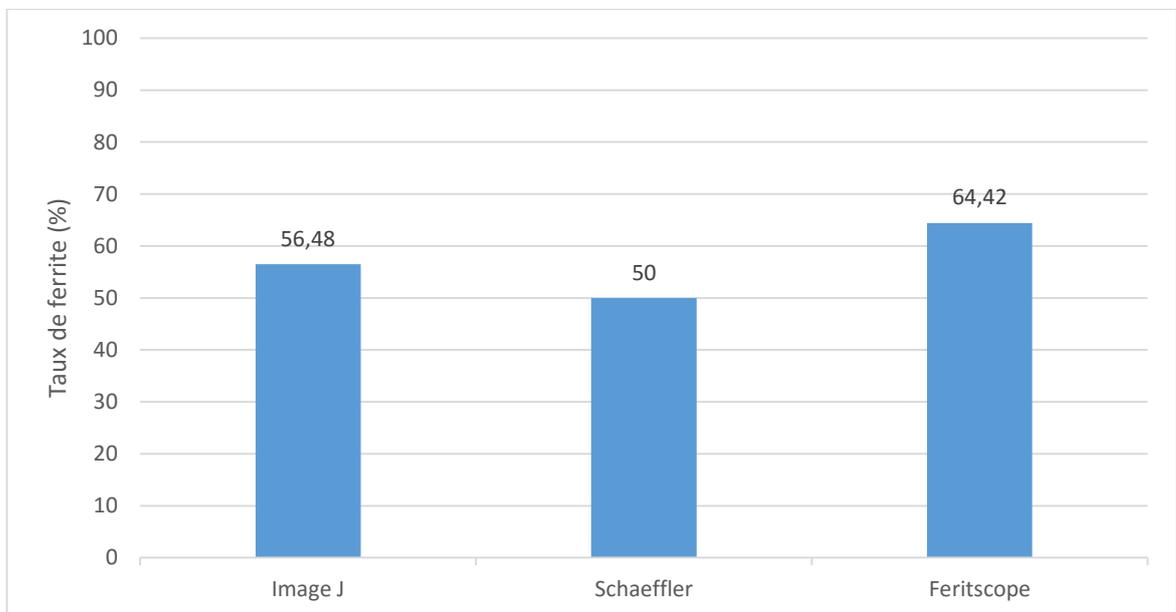


Figure 4.13. Taux de ferrite dans la zone fondue.

Le taux de ferrite dans la zone fondue est élevé cela est expliqué par les cycles thermiques de soudage affectant cette zone. En effet, ces cycles sont assez rapides pour minimiser la précipitation des phases intermétalliques de cette façon la reformation de l'austénite durant le refroidissement n'est pas totale ce qui conduit à un taux élevée de la ferrite.

4.2. Caractérisations mécaniques

Une étude microstructurale n'est pas suffisante pour décider de la qualité du joint soudé, pour la compléter une caractérisation mécanique est nécessaire. Cette caractérisation consiste en la réalisation de plusieurs essais mécaniques (dureté, micro-dureté, traction, pliage et résilience).

4.2.1. Dureté

La *figure 4.14* est une représentation schématique des points où la dureté a été mesurée.

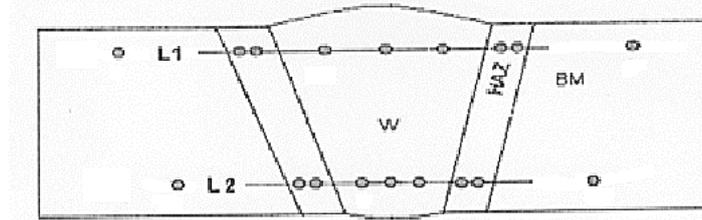


Figure 4.14. Représentation schématique des points de dureté.

Les valeurs de la dureté quant à elles sont regroupées dans le *tableau 4.6*. On a alors calculé la moyenne de la dureté pour le MB à part, et pour la ZAT et la ZF suivant 2 lignes ensuite la moyenne de la dureté de chaque zone (ZAT et ZF) suivant les deux lignes (*tableau 4.7*).

Tableau 4.6. Valeurs de dureté dans les différentes zones.

Métal de base (HV10)	316.60	336.91
	324.88	337.65
	Ligne 1	Ligne 2
ZAT (HV5)	301.82	337.73
	312.54	337.59
ZF (HV10)	339.94	345.68
	336.94	346.69
	337.54	339.13
ZAT (HV5)	323.18	335.32
	326.73	339.90

Tableau 4.7. valeurs moyennes de la dureté sur les deux lignes de points.

Métal de base (HV10)	329.01		ZAT (HV5)	ZF (HV10)
		Ligne 1	316.07	338.14
		Ligne 2	337.64	343.83

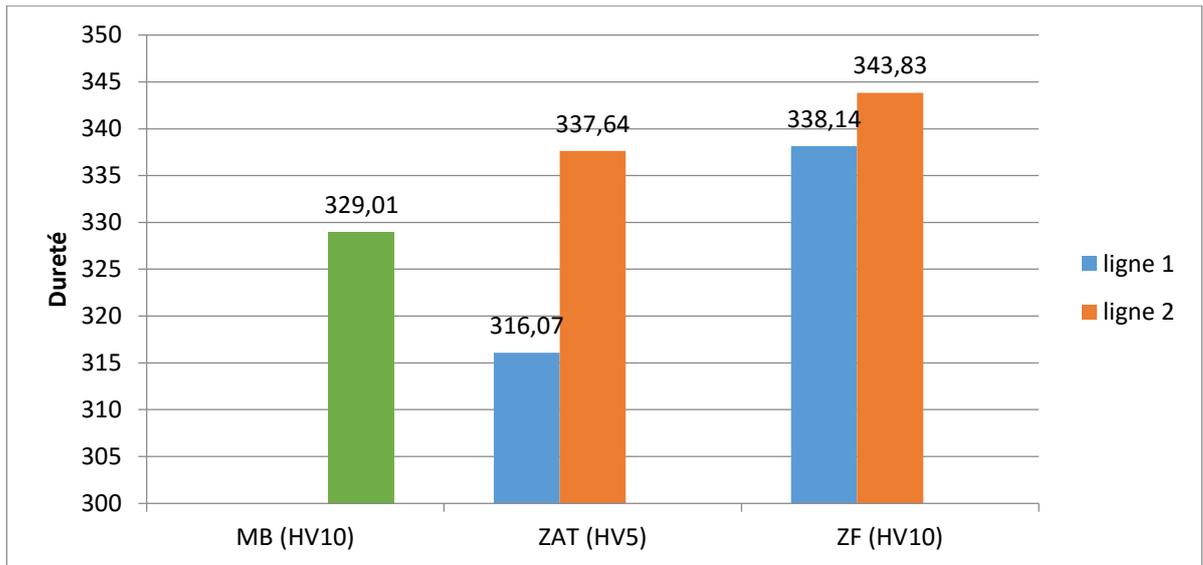


Figure 4.15. Les valeurs moyennes de la dureté des deux lignes.

On remarque que la dureté mesurée dans la zone fondue est plus élevée que dans la ZAT, qui elle-même est légèrement supérieure à celle du métal de base du moins dans la ligne 2.

Cette différence de la dureté entre les zones est proportionnelle au taux de précipitation des différentes phases intermétalliques dures et fragiles (en particulier la phase sigma observée par microscopie optique).

Le taux de la phase sigma étant beaucoup plus élevé dans la zone fondue à cause des cycles thermiques appliqués dans cette zone. Le cycle thermique de chacune des cinq passes affecte thermiquement le métal déposé de la passe elle-même et partiellement le métal déjà déposé lors des passes précédentes provoquant une élévation de la température qui mène aux conditions de la précipitation de la phase sigma.

La ZAT étant hors du bain fondu, elle est relativement moins exposée au cycle thermique des cinq passes de soudure, donc cette zone passe moins de temps dans l'intervalle de température de la précipitation de la phase sigma (de 565 à 980°C) par rapport à la zone fondue.

Les cycles thermiques affectant la zone affectée thermiquement sont moins importants que ceux affectant la zone fondue et par conséquent le taux de la phase sigma qui précipite dans cette zone est moins important et donc cette zone est moins dure.

La phase sigma est quasi inexistante dans le métal de base car cette zone n'est pas affectée par les cycles thermiques des différentes passes de ce fait la dureté du métal n'est pas affectée.

La différence de dureté entre la ZAT de la ligne 1 et celle de la ligne 2 peut être expliquée par le fait que les cycles thermiques élargissent la ZAT surchauffée et réduisent la ZAT recuite en bas et plus on remonte plus cet effet s'inverse telle qu'en haut ils élargissent la ZAT recuite et réduisent la ZAT surchauffée. De ce fait, la taille des grains dans la partie supérieure de la soudure est plus importante et donc on a une chute de dureté.

4.2.2. Micro-dureté

Les mesures ont été prises selon deux profils tel que montré sur la *figure 4.16*.

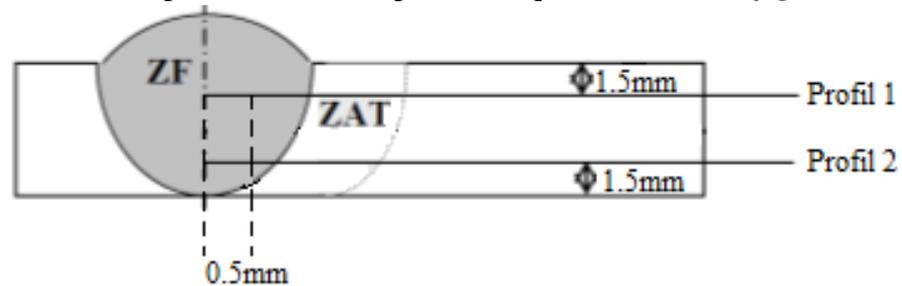


Figure 4.16. Représentation schématique des profils de micro-dureté.

La *figure 4.17* illustre les résultats obtenus lors de l'essai de micro-dureté et montre l'évolution de la micro-dureté en fonction de la position.

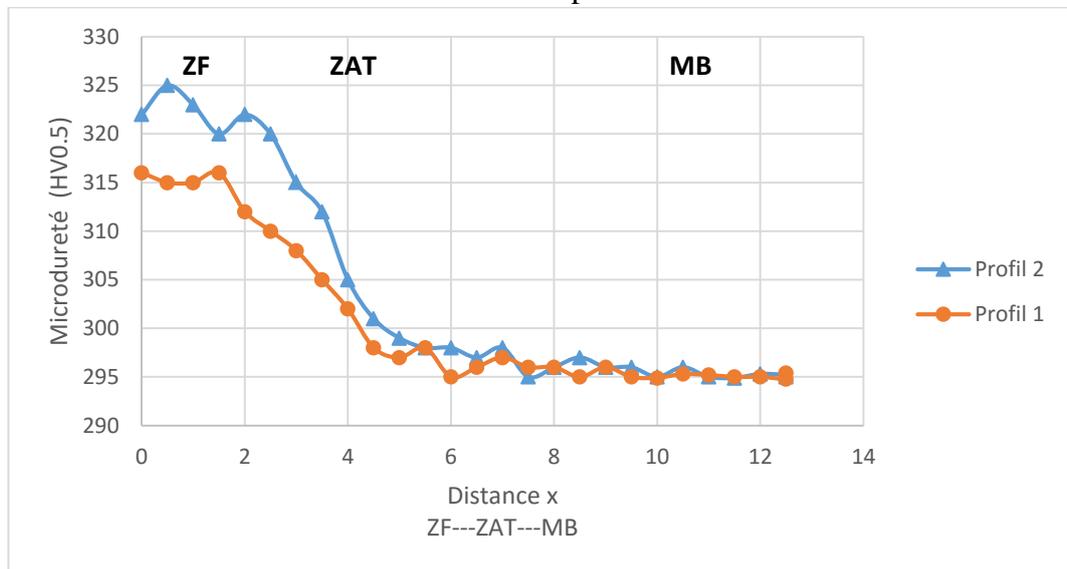


Figure 4.17. Evolution de la micro-dureté en fonction de la distance x .

Les deux courbes ont pratiquement une allure similaire. La micro-dureté dans la zone fondue est maximale, dans la zone affectée thermiquement, on remarque une diminution de la micro-dureté tandis qu'une fois dans le métal de base la micro-dureté ne varie plus. Cette augmentation de la dureté dans la zone fondue est directement liée à l'effet durcissant des phases intermétalliques. Cela est attribué au phénomène de précipitation qui se produit durant le refroidissement.

Sur le profil 2, la micro-dureté atteint des valeurs plus élevées que celle atteintes sur le profil 1. Cela est expliqué par la complexité de la microstructure et les précipitations provoquées par les cycles thermiques des différentes passes affectant ces zones.

4.2.3. Traction

La résistance à la traction R_m (N/mm² ou MPa) correspondant au point maximum de la courbe conventionnelle de traction monotone se calcule comme suit : $R_m = \frac{F_m}{S_0}$.

Le **tableau 4.8** montre les dimensions des deux échantillons ainsi que les résultats d'essais de traction de ces deux derniers.

Tableau 4.8. Résultats de l'essai de traction monotone.

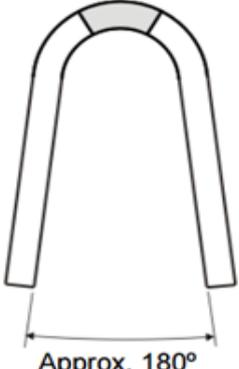
	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Section (mm ²)	Domaine plastique		Observations
				F _m [N]	R _m [Mpa]	
T1	12.5	5.17	64.63	63118.41	967.69	Rupture hors soudure
T2	13.24	5.94	78.65	73659.07	936.59	

Nous remarquons que la rupture s'est produite hors soudure. Le matériau présente une résistance à la rupture de l'ordre de 950MPa. En comparant ces résultats avec la limite plastique du métal de base qui est de 800Mpa, on constate que l'adhérence entre le métal d'apport et le métal de base avec ce procédé de soudage est très bonne ce qui explique le fait que la rupture s'est produite en dehors du cordon de soudure.

4.2.4. Pliage

Le **Tableau 4.9** présente les résultats de l'essai de pliage.

Tableau 4.9. Résultats de l'essai de pliage.

	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Diametre du poinçon (mm)	Type de pliage			Observations
				Envers	Endroit	Coté	
FB1	38	5.49	25		X		 <p>Approx. 180°</p>
FB2					X		
RB1				X			
RB2				X			

Les déformations observées sur les éprouvettes correspondent à l'image affichée dans le tableau, ne révélant aucune fissure dans le cordon de soudure et sont donc acceptables. On n'a par ailleurs remarqué aucune fissuration, nous concluons que la zone fondue a une bonne ductilité.

La phase sigma, observée sur la microstructure, qui a précipité n'est probablement pas en quantité suffisante pour amener à la fragilisation franche de cette zone.

4.2.5. Résilience

Le *tableau 4.10* présente les résultats de l'essai de résilience, alors que la *figure 4.18* illustre ces résultats sous forme d'histogramme.

Tableau 4.10. Résultats de l'essai de résilience.

Specimen N°	Type d'essai	Localisation entaille	Energie absorbé (J)	Valeur moyenne (J)	Déformation latérale (mm)
1	Impact V notch	ZF	76.6	86.70	2.90
2	Impact V notch		82.7		3.42
3	Impact V notch		100.8		3.00
1	Impact V notch	ZAT	105.1	89.50	2.62
2	Impact V notch		63.3		2.45
3	Impact V notch		100.1		3.63
1	Impact V notch	MB	98.8	104.33	2.80
2	Impact V notch		109.3		3.07
3	Impact V notch		104.9		2.33

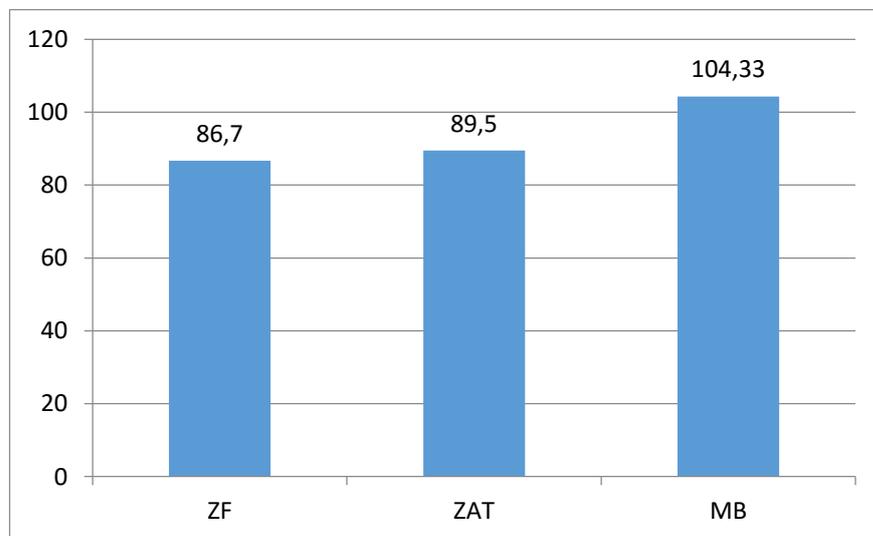


Figure 4.18. Energie absorbée lors de l'essai de résilience.

Ces résultats montrent les valeurs moyennes de l'énergie absorbée lors de l'essai de résilience mesurées dans chaque zone. On remarque que l'énergie absorbée par la zone fondue est inférieure à celle absorbée par la zone affectée thermiquement et cette dernière est inférieure à celle absorbée par le métal de base.

Cette différence d'énergie absorbée entre les zones inversement proportionnelle au taux de précipitation des différentes phases intermétalliques dures et fragilisant (en particulier la phase sigma observée pas le microscope optique).

La ductilité dans la zone fondue est la plus basse et s'explique par le fait que le taux de la phase sigma dans la zone fondue est plus élevé que dans les autres.

Le taux de la phase sigma dans la zone affectée thermiquement est inférieur à celui de la zone fondu ce qui explique le fait que la ductilité dans cette zone est supérieur à celle de la zone fondue.

La phase sigma dans le métal de base est quasi inexistante dans le métal de base d'où la ductilité élevée dans cette zone.

Nous constatons par ailleurs que les valeurs des énergies enregistrées par les différentes zones, MB, ZAT et ZN, vont en diminuant contrairement aux valeurs de dureté qui vont en grandissant, ce qui est logique.

4.3. Autres caractérisations

4.3.1. Analyse par diffraction des rayons X

L'examen aux rayons X de l'échantillon contenant le cordon de soudure a permis l'obtention du spectre de diffraction. La *figure 4.19*. Présente le spectre de diffraction obtenu de cet examen.

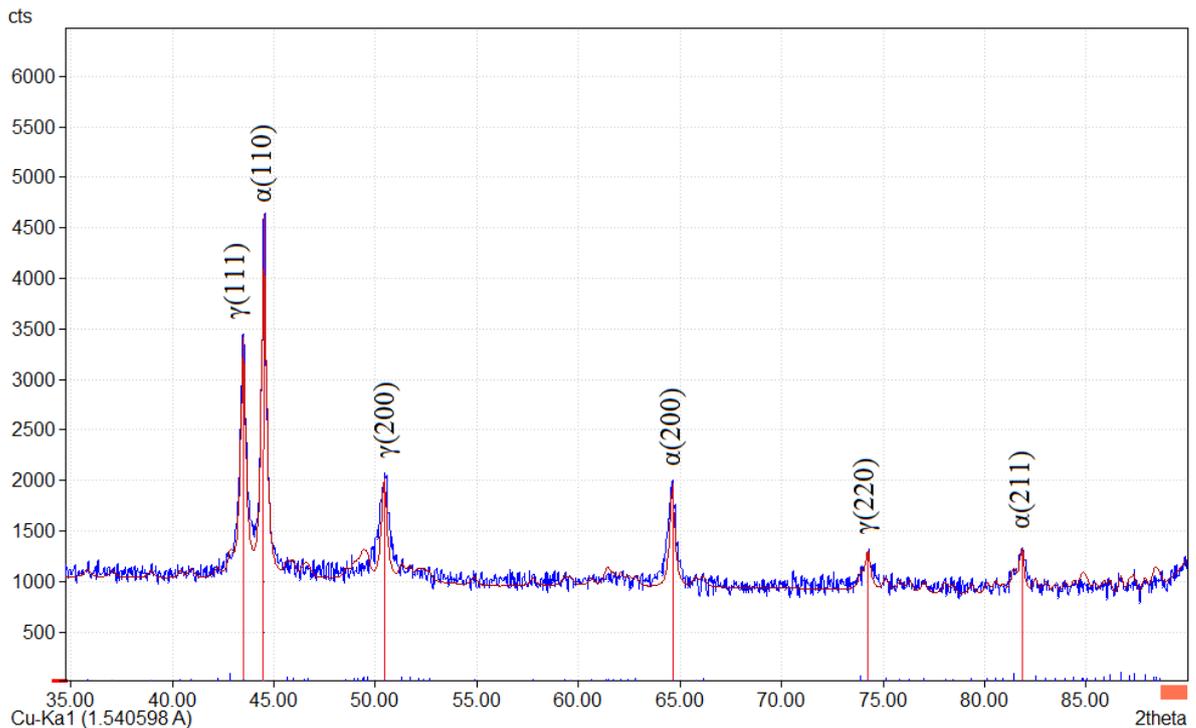


Figure 4.19. Spectre de diffraction obtenu dans le cordon de soudure.

Nous remarquons sur le spectre que notre matériau est caractérisé par la présence des pics des phases α et γ . Nous voyons que l'intensité du pic (101) de la phase alpha est plus élevée à celle du pic (111) de la phase gamma cela est dû aux proportions des deux phases. En effet, dans le cordon de soudure la proportion de la ferrite (α) est plus élevée que celle de l'austénite.

On constate aussi l'absence de la phase sigma, ceci n'exclut pas sa présence dans le cordon de soudure lui-même. Elle y serait en faible proportion comparativement à la ferrite et l'austénite, et n'a donc pas pu être détectée par les rayons X.

4.3.2. Microanalyse ponctuelle par EDS

Les résultats de cette microanalyse sont donnés par les 3 spectres de la **figure 4.20**. Ces différents spectres montrent l'existence des 3 phases : austénite γ , ferrite α et sigma σ .

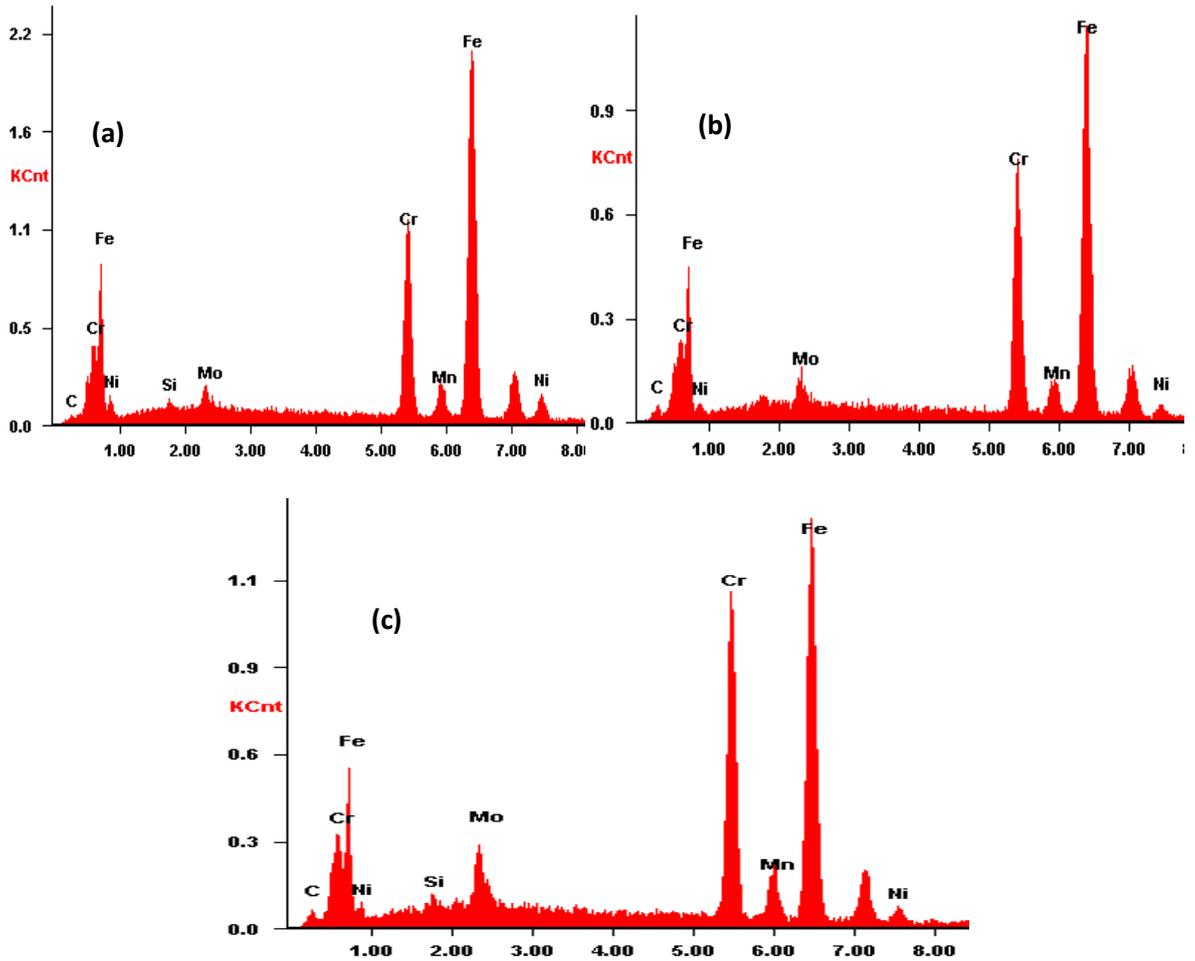


Figure 4.20. Spectres d'analyse de la composition chimique dans la zone fondue :

(a) austénite γ ; (b) ferrite α ; (c) sigma σ .

La composition chimique de chaque phase est rapportée sur le **tableau 4.11**.

Tableau 4.11. Composition chimique des phases.

	Cr	Fe	Ni	Mn	Mo	Si
Austénite	21,53	62,53	7,98	1,29	4,90	0,52
Ferrite	23,30	61,21	6,05	1,03	7,11	0,64
Sigma	29,38	57,12	4,17	1,19	6,88	0,93

Ces résultats montrent clairement la répartition des éléments dans les différentes phases. On voit bien que les éléments alpha-gène et également sigma-gène (Cr, Mo et Si) sont présents dans la ferrite et dans la phase sigma avec des teneurs relativement élevées. Les éléments gamma-gène (Ni et Mn) sont beaucoup plus présents dans l'austénite. La répartition des éléments d'alliage dans la zone fondue suit donc la même répartition que dans le métal de base.

Conclusion générale

L'objectif principal de notre travail est la caractérisation d'un joint de soudure, brut de réception, de l'acier inoxydable super duplex du type A790 avec un métal d'apport de type ER2594, qui a une nuance pratiquement similaire à celle de l'acier soudé.

Notre étude a porté tant sur l'aspect microstructural que sur les propriétés mécaniques, nous avons par ailleurs procédé à une diffraction X et une microanalyse EDS. Ces différentes investigations nous ont permis de mettre en évidence différents points.

- L'observation au microscope optique a montré que l'austénite qui apparaît dans la zone fondue, se présente sous diverses formes en fonction de la composition chimique et les conditions de refroidissement, on a vu l'austénite de type Widmanstätten (de forme aciculaire inter et intra granulaire), de l'austénite allotriompe au niveau des interfaces ferrite/ferrite et d'autres formes irrégulières à l'intérieur des grains de ferrite.
- La zone affectée thermiquement (ZAT) se compose, elle, de deux régions, la ZAT surchauffée très proche de la zone fondue caractérisée par des grains relativement plus gros et un taux de ferrite relativement élevé par rapport à la deuxième région qui est la ZAT recuite qui se situe entre la ZAT surchauffée et le métal de base ayant une structure similaire à celle du métal de base avec une taille de grains plus grande.
- Les cycles thermiques issus des différentes passes lors de la soudure affectent les microstructures des différentes zones du matériau en rendant la microstructure du joint de soudure hétérogène, l'effet thermique de chaque passe de soudage affecte la microstructure de chaque zone en fonction de la situation de cette zone par rapport à ce cordon de soudure, les effets qui ont été constatés lors de notre étude sont :
 - Provocation de la re-ferritisation du métal déjà déposé dans les passes précédentes au niveau de la zone fondue ce qui mène à un taux de ferrite élevé
 - Grossissement des grains au niveau de la zone affectée thermiquement et augmentation du taux de ferrite
 - L'augmentation de la température qui mène à un Domaine de précipitation de la phase intermétallique sigma dans la zone affectée thermiquement et la zone fondue avec un taux plus élevé.
- La précipitation de la phase sigma dans la zone fondue et la zone affectée thermiquement provoque une augmentation de la dureté ainsi que la micro-dureté par rapport à la ZAT et le MB. Cette phase semble causer une fragilisation, en particulier de la ZF et quelque peu de la ZAT, mise en évidence par l'essai de résilience dont les résultats évoluent dans le sens inverse de la dureté.

- En comparant la limite plastique du métal de base et celle du cordon de soudure qui lui est supérieure on peut avancer que l'adhérence entre ces deux métaux est bonne.
- La diffraction X montre la présence de deux phases, ferrite et austénite, où la ferrite semble en proportion un peu plus élevée, ce qui a été confortée par le contrôle du taux de ferrite réalisée par l'image J en particulier.
- L'EDS conforte la présence de la phase sigma dans la zone fondue, déjà observée dans la micrographie suite à l'attaque électrolytique, et montre que la répartition des éléments d'alliage dans la zone fondue suit la même répartition que dans le métal de base.

Bibliographie

- [1]. **Michel Colombié et Coll.** *“Matériaux métalliques 2ème édition”*. Dunod (2008).
- [2]. **ASM Metals HANDBOOK** *“Volume 1- Properties and selection irons steel and high performance alloys”*. The materials information company (1990).
- [3]. **BOUGHANEM SASSA** *“Etude de la soudabilité de l’acier inoxydable duplex 2205 en condition de fatigue thermique”*. Mémoire Projet de Fin d’Etude. ENP(2008).
- [4]. **Fédération française des aciers.** http://www.atsffa.org/fiches/acier_inox.htm
- [5]. **OUTAKUMPI** *“Handbook of stainlesssteel”* 2013.
- [6]. **Pierre-Jean CUNAT** *“Aciers inoxydables- Critères de choix et structure”*. Techniques de l’ingénieur M4540 (2000).
- [7]. **Ludovic AVRIL** *“Elaboration de revêtements sur acier inoxydable : simulation de la fusion par irradiation laser, caractérisation structurale, mécanique et tribologique”*. Thèse de doctorat. Centre d’Angers Ecole Nationale Supérieure d’Arts et Métiers (2010).
- [8]. **OUALI Naima** *“Comportement au vieillissement et à la restauration par traitement thermique de l’acier inoxydable austéno-ferritique SAF 2205”*. Mémoire de Magistère. Université deBlida(2012).
- [9]. **R. Quatremer; J.-P. Trotignon; M. Dejans; H. Lehu** *“Précis de métallurgie”*. Nathan Paris(1996).
- [10]. **Pierre-Jean CUNAT** *“Aciers inoxydables – propriétés. Résistance à la corrosion”*. Techniques de l’ingénieur M4541 (2010).
- [11]. **Jonathan Beddeos et J. Gordon Parr.** *“Introduction to stainlesssteel”*. ASM International (1999).
- [12].**ASM METAL HANDBOOK** *“Volume 6weldingbrazing and soldering”*. The materials information company (1990).
- [13]. **J.O.NILSSON.** *“Super duplex stainlesssteel”*. MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY (JULY 1992).
- [14].**Jacques Charles** *“Duplex families and applications : a review Part 1:From Duplex Pioneers up to 1991”*. StainlessSteel World (2015).
- [15]. **Jean-Yves MAETZ** *“Évolution de la microstructure d’un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement”*. Mémoire de doctorat. INSA Lyon(2014).
- [16]. **Guilhem Martin** *“Hot workability of duplex stainlesssteels”*. Mémoire de doctorat. Université de Grenoble(2006).
- [17]. **Iris Alvarez-Armas & Suzanne Degallaix-Moreuil** *“Duplex StainlessSteel”*. WILEY (2009).

- [18]. **PrabhuPaulraj&RajnishGarg** ‘*Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super-duplex stainless steel*’. Advances in Science and Technology Research Journal Volume 9, No. 27 (Sept. 2015).
- [19]. **L. Van Nassau, H. Meelker, and J. Hilkes** ‘*Welding duplex and super duplex stainless steels*’. Welding in the world, vol 31, no. 5 (1993).
- [20]. **Riad BADJI** ‘*Influence des traitements thermiques à haute température sur l’évolution de la texture et de la microstructure des soudures d’acier inoxydable duplex 2205*’. Mémoire de doctorat. ENP& Université Paris 13 (2008).
- [21]. **ASM METAL HANDBOOK** ‘*Volume 13 – Corrosion*’. The materials information company (1990).
- [22]. **H. GRANHON** ‘*Bases métallurgiques de soudage*’. Eyrolles (1989).
- [23]. **G. David** ‘*Soudage des aciers inoxydables*’. LA REALITE
- [24]. **Pierre-Jean CUNAT** ‘*Aciers inoxydables- Mise en oeuvre*’. Techniques de l’ingénieur M4542 (2000).
- [25]. **TMR STAINLESS STEEL** ‘*Guide pratique pour le travail des aciers inoxydables duplex*’. International Molybdenum Association (OMOA) (2011).

Annexe A : Les phases secondaires.

Phase	Symbole	Type	Formule	Intervalle de température (°C)	Réseau cristallin	Paramètres cristallins
Carbure de Chrome	—	M_7C_3	$(Cr,Fe,Mo)_7C_3$	950 – 1050	Orthorhombique	a=4.52, b=6.69, c=12.11
Carbure de Chrome	—	$M_{23}C_6$	$(Cr,Fe,Mo)_{23}C_6$	600 – 950	Cubique	a=10.59 – 10.68
Carbure de Chrome	—	M_6C	$(Cr,Fe,Mo)_6C$	700 – 950	Cubique	a=10.93 – 11.28
Nitride de Chrome	—	M_2N	$(Cr,Fe)_2N$	650 – 950	Hexagonal	a=2.77, c=4.46
Nitride de Chrome	—	MN	CrN	—	Cubique	—
Nitride de Chrome	—	M_3N	$Fe_7Mo_{13}N_4$	550 – 600	—	a=6.47
Sigma	σ	AB	(Fe,Cr,Mo,Ni)	550 – 1050	Tétragonal	a=8.79, c=4.54
Chi	χ	$A_{48}B_{10}$	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ $(FeNi)_{36}Cr_{18}(TiMo)_4$	600 – 900	Cubique	a=8.86 – 8.92
Alpha prime	α'	—	CrFe	350 – 550	Cubique	a=2.877
Laves	η	A_2B	$(FeCr)_2(Mo,Nb,Ti,Si)$	550 – 900	Hexagonal	a=4.73 – 4.82, c=7.26 – 7.85
R	R	—	(Fe,Mo,Cr,Ni)	550 – 650	Rhombohedral	a=10.903, c=19.347
Tau	τ	—	—	550 – 650	Orthorhombique	a=4.05, b=4.84, c=2.86
G	G	—	$\geq 14\% Si$	300 – 400	—	—
Austénite secondaire	γ_2	—	Type1 Type2 Type3	< 650 650 – 850 700 – 900	CFC — —	— — —
Pi	π	—	$Fe_7Mo_{13}N_4$	550 – 600	Cubique	a=6.47
Epsilon	ϵ	—	—	—	—	—

Annexe B : Métal de base.



TTI - TUBACEX TUBOS INOXIDABLES

Registro Mercantil de Álava, Tomo 587, Folio 183, Hoja VI 2885 - N.I.F. A-01140217

Tte. cruce. 8
01400 Llodio (Álava)
SPAIN

TEL: +34 945719300
FAX: +34 946725062
E-MAIL: quality@tubacex.es

INSPECTION CERTIFICATE
EN 10204:2004 / 3.1

Number: S23203 Page: 1/3	Rev: 00
-----------------------------	---------

Created on: Date: 19.02.2015	Modified on:
---------------------------------	--------------

172098

CUSTOMER DESCRIPTION

CLIENT SOLD TO RACCORTUBI S.P.A. VIALE DE CASPERI 194 30010 MARCALLO CON CASONE MI ITALIA	CLIENT SHIP TO RACCORTUBI S.P.A. VIA FRATELLI KENNEDY 59 30010 MARCALLO CON CASONE MI ITALIA
--	---

CLIENT ORDER: 050003105
SALES ORDER: 161749



MATERIAL: SENS. STAINL. STEEL TUBES/PIPS
HEAT-TREATED, PICKLED, PASSIVATED
GRADE: S32750.
STANDARD: NORSEK N630 REV.6 NO2 D51 REV.5 Q12 NO1 4
ASME SECT.II PART.A SA790/SA790M-2013 ED.
ASTM A790/A790M-14
NACE MR0175/ISO 15156-3:2009
RACCORTUBI PURCHASING SPECIFICATION RTX_0518 REV.3
NACE MR0103-2010
CHECK ANALYSIS
CORROSION TESTED ACC. TO ASTM A923 TEST METHOD C
CORROSION TESTED ACC. TO ASTM G48 TEST METHOD A
HYDROTEST
NORSEK N650 REV.6
TOLERANCES: ASME SECT.II PART.A SA995/SA995M-2013 ED.
ASTM A995/A995M-14
RANDOM LENGTHS 5.000/6.500 MM
PLAIN ENDS.
DIMENSIONS: 88.5 X 5.49 MM - 3' SCH 40S
NOT FINISHED

item 15

Sales Item	Client Item	Delivery No	Lot No.	Heat No	Spec	Weight	Tot Lgth	Un Lgth
70		2110002998	21000310	4995	21	2024 KG	261.50 M	2000-6500 MM
72		2110002996	2075112	4995	21	2024 KG	2700 M	2000-6500 MM

Heat No	Supplier	Material
4995	ACERALAVA SPAIN	SA32750/SA32750M-020
4997	ACERALAVA SPAIN	SA32750/SA32750M-020





INSPECTION CERTIFICATE
EN 10204:2004 / 3.1

Number: 623203	Rev: 00
Page: 2 / 3	
Created on: Date: 18.02.2015	Modified on:

CHEMICAL COMPOSITION (%)				*L: Ledsle C: Products								
	Heat	Seq	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
L	49906	1	0.009	0.65	0.230	0.022	0.0003	6.55	25.40	3.49	0.29	0.2810
L	49906	1	0.013	0.73	0.240	0.022	0.0005	6.60	25.35	3.54	0.23	0.2560
C	49906	2	0.010	0.66	0.230	0.025	0.0005	6.60	25.35	3.50	0.30	0.2780
C	49906	2	0.015	0.75	0.230	0.025	0.0005	6.55	25.30	3.55	0.30	0.2510

	Heat	Seq	Preh
L	49906	1	41,4130
L	49906	1	41,1280
C	49906	2	41,3460
C	49906	2	41,0310

HEAT TREATMENT
SOLUTION ANNEALED AT 1100 °C . 10 min . WATER

TENSILE TEST												
Lot No.	Sample	T °C	Rp0.2 MPa	Rp1.0 MPa	Rm MPa	A11 %	A5 %	Z %	Type	Spec.Type	Spec.Dim mm	
P1500385	1	20	601	708	872	33	36	69	L	S	38.00	
	2	20	621	699	857	43	37	60	L	S	37.50	
P1501102	1	20	576	647	801	35	35	42	L	S	37.50	
	2	20	587	675	824	45	38	61	L	S	37.50	

HARDNESS TEST			
Lot No.	Sample	HRC1	HRC2
P1500385	1	20.0	21.0
	2	20.0	21.0
P1501102	1	22.0	23.0
	2	23.0	23.0

CORROSION ACCORDING TO ASTM A923 C					
Lot No.	Sample	T °C	Nits-20x	Wloss MDD	Time hours
P1500385	1	50	N	6,7400	24,0
P1501102	1	50	N	4,2000	24,0

CORROSION ACCORDING TO ASTM G48A					
Lot No.	Sample	T °C	Fits-20c	Wloss g/ft2	Time hours
P1500385	1	50	N	0,6700	24,0
P1501102	1	50	N	0,4200	24,0

PERMEABILITY ACCORDING TO ASTM E 831			
Lot No.	Sample	% Per	Dir. Per
P1500385	1	40.14	5.00
P1501102	1	40.24	5.00

APPROVALS AND SIGNATURES

Annexe C : Métal d'apport.

SANDVIK

CERTIFICATE No: A/12-247127 Rev 00
 date 2012-04-26 Page 1/2

INSPECTION CERTIFICATE acc to
EN 10 204 3.1

PETROFAC INTERNATIONAL LTD.
 PO BOX 23467
 00000 SHARJAH
 UNITED ARAB EMIRATES

INSPECTION STAMP
WQ

<p>Customer References</p> <p>SF3034</p> <p>795-06899 PETROFAC</p>	<p>Customer order</p> <p>2012-04-23</p>	<p>Sandvik References</p> <p>Order No. Subs No. ABSMT Dispatch note 288409 525488 42135/55</p> <p>ABSMT No. C.Code 416-53620 49</p>
---	--	--

<p>Material description</p> <p>STAINLESS COLD DRAWN WIRE TIG LENGTHS</p> <p>Steel making process Electric furnace</p>	<p>Steel/material Designations</p> <p>Sandvik ANS 25.10.4.L BR2594</p> <p>EN no. 25 9 4 N L</p>
---	--

Technical requirements

EXTENT OF DELIVERY					
It	Product designation	Heat	Lot	Pieces	Kg
03	R25.10.4.L-2.40-1000	529324	34713	92	460.0
				Total	92 460.0

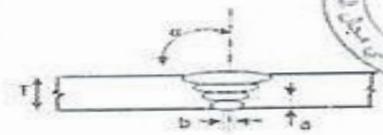
TEST RESULTS

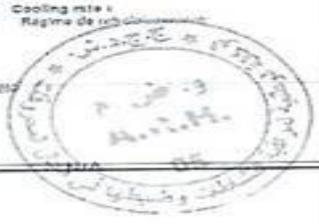
Chemical composition (weights):

Heat	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Nb
529324	0.038	0.40	0.40	0.015	0.005	18.11	1.35	0.10
529324	0.01	0.038	0.054	0.003	0.005	18.11	1.35	0.10

Following controls/tests have been satisfactorily completed:
 - Visual inspection and dimensional control

Annexe D : Soudage.

	D.M.I	Preliminary Welding Procedure Specification Spécification de soudage préliminaire		Sheet: 1/3 Feuille:																																																	
	Welding Service Service Soudage	Nbr: QTG-PP 26	Rév: D	Date: 06/07/2016																																																	
Job Nbr: Altana N°:	Project: Projet:	EPCC PROCESSING & PRODUCTION FACILITIES, ADRAR, TOUAT GAS PROJECT / EPCC & INSTALLATIONS PRODUCTION DU PROJET TOUATGAZ, ADRAR																																																			
SCOPE: Objet:	WELDING OF SUPER DUPLEX STAINLESS STEEL PIPING SOUDAGE DE TUYAUTERIE EN ACIER INOXYDABLE SUPER DUPLEX																																																				
	Class :	A320 - A820 - A120 - A1520 - A820																																																			
Welding Process(es) Procédé(s) de soudage GTAW (Manual) High Frequency Current (HF) start will be used		Joint preparation: Conception du joint:																																																			
Base Metal Métal de base <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Type</th> <th>Grade</th> <th>Grade</th> <th>Corb. équiv.</th> <th>φ (")</th> <th>Tn / Ep.(mm)</th> <th>RIG: N°</th> </tr> <tr> <th>Nuance</th> <th></th> <th></th> <th></th> <th>Min. Max.</th> <th>Min. Max.</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A790</td> <td>S32750</td> <td></td> <td></td> <td>1/2 6</td> <td>2.77 6.02</td> <td>10H1</td> </tr> <tr> <td>A928</td> <td>S32760 CL 1</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="7" style="text-align: center;">ACCESSORIES</td> </tr> <tr> <td>A515</td> <td>S32750</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>A182</td> <td>F50</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Type	Grade	Grade	Corb. équiv.	φ (")	Tn / Ep.(mm)	RIG: N°	Nuance				Min. Max.	Min. Max.		A790	S32750			1/2 6	2.77 6.02	10H1	A928	S32760 CL 1						ACCESSORIES							A515	S32750						A182	F50						 <p>Joint design: V Angle: α = 37.5° ± 2.5° Type de chanfrein: V Angle:</p> <p>Spindle: a = 1.81 ± 0.5 mm Gap: b = 3.2 ± 0.5 mm Talon: a = 1.81 ± 0.5 mm Écartement: b = 3.2 ± 0.5 mm</p> <p>Backing material: N/A For but weld Nature supp. Envers: Base métal for</p> <p>Form: Dimensional Forme: Dimensional</p> <p>Preparation: Ends to be welded are prepared from origin or by cutting or leveling and grinding. They are cleaned from all excess of oxide, rust, grease or paint. Passes are only schematized. Exact pass dispositions depend on welding parameters chosen.</p> <p>Déroulage: Les bords à souder sont préparés d'origine ou par découpage ou affinage et meulage. Ils sont débarrassés de tout excès d'oxyde, rouille, graisse ou peinture. Les passes sont seulement schématisées. Les dispositions exactes des passes dépendent des paramètres de soudage choisis.</p>		
Type	Grade	Grade	Corb. équiv.	φ (")	Tn / Ep.(mm)	RIG: N°																																															
Nuance				Min. Max.	Min. Max.																																																
A790	S32750			1/2 6	2.77 6.02	10H1																																															
A928	S32760 CL 1																																																				
ACCESSORIES																																																					
A515	S32750																																																				
A182	F50																																																				
Other : N/A Autres:		Other : N/A Autres:																																																			
Thickness Range Qualified: Groove : 2,74mm To 6,02mm Fillat : Unlimited Minimum 3 weld passes		Shielding Gas : Gas de <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>Comp.</td> <td>Ar purity 99.999%</td> <td>Flow Rate:</td> <td>12 l/min</td> </tr> <tr> <td>Comp.</td> <td>(flow pass)</td> <td>Orb:</td> <td>12 l/min</td> </tr> </table> Backing gas Comp. Ar purity 99.995% Protection envers: Ar purity 99.995% Backing Flow Rate: 6 l/min Orb: 6 l/min Oxygen Content monitoring: 0.25 % Max. Taux D'oxygène : (l/min)			Comp.	Ar purity 99.999%	Flow Rate:	12 l/min	Comp.	(flow pass)	Orb:	12 l/min																																									
Comp.	Ar purity 99.999%	Flow Rate:	12 l/min																																																		
Comp.	(flow pass)	Orb:	12 l/min																																																		
Filler metal: Métal d'apport: (AWS - ASTM / Class) <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Layer/Pass</th> <th>Root / Pén.</th> <th>Fill / Souv.</th> <th>Cap / Fin.</th> <th>Back/Rep</th> </tr> <tr> <th>Class/Type</th> <th>ER 2594</th> <th>ER 2594</th> <th>ER 2594</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>AWS-SFA</td> <td>5.5</td> <td>5.2</td> <td>5.0</td> <td></td> </tr> <tr> <td>F N°</td> <td>5</td> <td>5</td> <td>5</td> <td></td> </tr> <tr> <td>A N°</td> <td>5</td> <td>5</td> <td>5</td> <td></td> </tr> <tr> <td>φ (mm)</td> <td>2.4</td> <td>2.4</td> <td>2.4</td> <td></td> </tr> </tbody> </table> Flux: AWS Class N/A Flux: AWS Class N/A Manufacturer/Trade name: Not decided yet. Trade name used for qualification shall be used for production.		Layer/Pass	Root / Pén.	Fill / Souv.	Cap / Fin.	Back/Rep	Class/Type	ER 2594	ER 2594	ER 2594		AWS-SFA	5.5	5.2	5.0		F N°	5	5	5		A N°	5	5	5		φ (mm)	2.4	2.4	2.4		Other : N/A Autres:																					
Layer/Pass	Root / Pén.	Fill / Souv.	Cap / Fin.	Back/Rep																																																	
Class/Type	ER 2594	ER 2594	ER 2594																																																		
AWS-SFA	5.5	5.2	5.0																																																		
F N°	5	5	5																																																		
A N°	5	5	5																																																		
φ (mm)	2.4	2.4	2.4																																																		
Other : N/A Autres:		Adjustment : Réglage: <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>Method</td> <td>by tack weld or external clamp</td> </tr> <tr> <td>Mode</td> <td>par points de soudure ou par clamp externe</td> </tr> <tr> <td>Duration</td> <td>until welding of the root pass.</td> </tr> <tr> <td>Durée</td> <td>Jusqu'à réalisation de la passe de pénétration.</td> </tr> </table>			Method	by tack weld or external clamp	Mode	par points de soudure ou par clamp externe	Duration	until welding of the root pass.	Durée	Jusqu'à réalisation de la passe de pénétration.																																									
Method	by tack weld or external clamp																																																				
Mode	par points de soudure ou par clamp externe																																																				
Duration	until welding of the root pass.																																																				
Durée	Jusqu'à réalisation de la passe de pénétration.																																																				
Thickness of each pass (t) : < 1/2 in. (13 mm)																																																					

		Preliminary Welding Procedure Specification		Sheet: 2/3																										
		Spécification de soudage Préliminaire		Feuille: 2/3																										
Welding Position: Position de Soudage:		PreHeat: Préchauffage:		Base metal: Métal de base																										
<table border="1"> <tr> <th>ASME Position</th> <th>Root/Pass</th> <th>Fill/Bour</th> <th>Cap/Fin</th> </tr> <tr> <td>ASME Position</td> <td>5G</td> <td>5G</td> <td>5G</td> </tr> <tr> <td>Rot. Orneu fix.</td> <td>Fixe</td> <td>Fixe</td> <td>Fixe</td> </tr> <tr> <td>Prog./Preparation</td> <td>Up hill/Mont.</td> <td>Up hill/Mont.</td> <td>Up hill/Mont.</td> </tr> </table>		ASME Position	Root/Pass	Fill/Bour	Cap/Fin	ASME Position	5G	5G	5G	Rot. Orneu fix.	Fixe	Fixe	Fixe	Prog./Preparation	Up hill/Mont.	Up hill/Mont.	Up hill/Mont.	<table border="1"> <tr> <th>Weld Thickness / Épaisseur Passes</th> </tr> <tr> <td>All / Tous</td> </tr> <tr> <td>20°C Min</td> </tr> </table> <p>the welding and also preheat may be interrupted provided the weld deposit thickness is at least 25% of the joint thickness or 10 mm, whichever is greater.</p>		Weld Thickness / Épaisseur Passes	All / Tous	20°C Min	<table border="1"> <tr> <th>Method: Procédé Torche</th> <th>Torche propane</th> </tr> <tr> <td>Inspection: Contrôle</td> <td>Pyromètre</td> </tr> <tr> <td>Other: Autres</td> <td>Thermochrome Pana</td> </tr> </table>		Method: Procédé Torche	Torche propane	Inspection: Contrôle	Pyromètre	Other: Autres	Thermochrome Pana
ASME Position	Root/Pass	Fill/Bour	Cap/Fin																											
ASME Position	5G	5G	5G																											
Rot. Orneu fix.	Fixe	Fixe	Fixe																											
Prog./Preparation	Up hill/Mont.	Up hill/Mont.	Up hill/Mont.																											
Weld Thickness / Épaisseur Passes																														
All / Tous																														
20°C Min																														
Method: Procédé Torche	Torche propane																													
Inspection: Contrôle	Pyromètre																													
Other: Autres	Thermochrome Pana																													
Rotation direction: Sens de rotation: N/A Other: All position Tous les sites		Temperature crayons shall have a maximum halogen content of 200 ppm and a maximum sulfur content of 200 ppm.																												
Electrical characteristics & Welding Technique: Technique d'exécution du joint et caractéristiques électriques																														
Layers / Passes	Root / Penetration	Fill / Bourrage	Cap / Finish	Spec / Prop																										
Welding Process / Procédé de soudage	GTAW	GTAW	GTAW	All positions for Site																										
Welding Position / Position de Soudage																														
Current & polarity / Courant & Polarité	DC (-)	DC (-)	DC (-)																											
Filler metal / Métal d'apport	ER 2354	ER 2354	ER 2354																											
Electrode / Electrode (mm)	W Th 2,4	W Th 2,4	W Th 2,4																											
Ø Rod / Fil (mm)	2,4	2,4	2,4																											
Amp. Range / Gamme d'intensité (A)	70 - 90	70 - 90	70 - 90																											
Volt. Range / Gamme de tension (V)	10 - 12	10 - 12	10 - 12																											
Travel speed / Vitesse d'avance (cm/min)	4,5 - 8	4,5 - 8	4,5 - 8																											
Heat input / Énergie (kJ/cm)	3,25 - 14,4	3,25 - 14,4	3,25 - 14,4																											
Gas / Gaz	Ar 99,999%	Ar 99,999%	Ar 99,999%																											
Flow Rate / Débit (l/min)	12 - 20	12 - 20	12 - 20																											
Heat input range (2 - 15) kJ/cm																														
The number of passes in filling and capping depends on the thickness to be welded. Le nombre de passes en bourrage et finition dépend de l'épaisseur à souder. In filling and capping, passes shall be done by juxtaposed beads.																														
String or Weave bead can be used Maximum weave width shall be 2 times the Corerod Diameter																														
Other: Control of travel speed and max.heat input are required. Welding of the root pass with thick layer																														
Interpass Cooling			Postweld Heat Treatment: Traitement thermique après soudage:																											
Between the root and the second pass:			Heating rate: Régime de mise en T°																											
Temperature / Température:	120°C Max.		Cooling rate: Régime de refroidissement																											
Time / Temps	/		Holding Temperature/Time: Température/Temp de maintien																											
Between other passes: Entre autres passes:	120°C Max.		Cooling Controlled until: Refroidissement contrôlé jusqu'à																											
Temperature / Température:	120°C Max.		Other: Autres																											
Time / Temps	/																													
Welding interruption permitted at:																														
Other: N/A																														