REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère d'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Département de métallurgie

Projet de fin d'étude PRÉSENTÉ PAR Mile BOUGHANEM SASSA

THÈME

Etude de la soudabilité de l'acier inoxydable duplex 2205 en condition de fatigue thermique

Soutenue le 28 Juin 2008, Devant le jury composé de

Mr. DJEGHLAL. M Mr. ABADLI. K Mr. SALHI. E

MME. KECHOUD. N

Mr. DELLALI. A

Président

Promoteur

Examinateur

Examinatrice

Examinateur

Année universitaire 2007/2008

Remerciements

Je remercie tout d'abord dieu de m'avoir permis d'arriver à ce stade de ma vie particulièrement dans mes études.

J'exprime toute ma reconnaissance à monsieur **Kamel ABADLI** qui a parfaitement dirigé mon travail avec une grande efficacité. Je le remercier pour sa disponibilité permanente au cours de ces trois mois. Pour cela, je lui exprime toute ma gratitude.

Je souhaiterais remercier aussi tout le personnel de centre de recherche et de développement de l'électricité et de gaz (SONALGAZ) en particulier la **directrice** des laboratoires de métallurgie, **Mr DIB** chef du service des contrôles non destructifs, **Mr AKRECHE** chef de laboratoire de métallurgie ainsi **que Melle HENDA** et Mr **BENAMAR**.

Je remercie **Mr Nabil KHAROUBA** et **Mr Nabil KERDALI** pour leurs conseils, leurs gentillesses.

Je tiens à remercier tout le personnel de l'école militaire polytechnique en particulier le Colonel **BRITAH** pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et de m'avoir permis de réaliser mon travail ainsi que le lieutenant **BOUDIAF** pour son aide précieux.

Je remercie les membres de jury, en particulier, **Mr SALHI, Mme KECHOUD** et **Mr DELLALI** ainsi que **Mr DJEGHLAL** qui m'a fait l'honneur d'en être président.

Enfin, j'exprime ma gratitude envers mes enseignants qui ont participé laborieusement à ma formation durant mon cursus scolaire.



Dédicace

Au nom d'Allah le Miséricordieux le très Miséricordieux

Je dédie très fièrement mon projet comme épreuve d'amour et de reconnaissance :

- > À la mémoire de mes très chers grands-parents qui sont toujours dans mon cœur.
- À mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi, et qui m'ont donné un modèle exemplaire de labeur et de persévérance. J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour.
- A mes chers frères et sœur : Karim, Billel, et « Henounti » Sirinou.
- À ma chère famille.
- À mes meilleurs amis que j'adore : «Karima, Fouzia, Kenza, Radia, Amina, Mounira et tous les étudiants de cinquième année métallurgie ainsi que les étudiants de poste de graduation « génie de surface ».
- > Et enfin à toutes les personnes que j'aime et qui m'aiment.



سلمخمص

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو در اسة خصائص الهيكلة الصغرى والميكانيكيه للفولاذ الغير قابل للتأكسد الاوستينوفريتي UNS S 31803 الملحم في ظروف الار هاق الحراري.

سنتبع إذن التغيرات التي تطرأ على كمية الفريت و على التشققات بدلالة عدد الدورات واثر الار هاق الحراري على ميكر وقساوة والمتانه.

التقنيات المستخدمة هي : المجهر الضوئي ، المجهر الالكتروني ، والاشعه السينيه الانحراف ، والاختبارات الميكانيكيه (صلابه ، ميكرو قساوة ، مرونة) وبرنامج تحليل الصور (imageJ).

النتائج التي تحصلنا عليها تبين أن قساوة الفولاذ نتز ايد بينما متانته ولدونته تنقصان، نسبة الفيريت تنقص بقيمة قليلة. فيما يخص التشققات فهي ذات طبيعة بين حبيبية.

الكلمات المفتاحية : ارهاق حراري، اجهاد حراري، فولاذ غير قابل للتأكسد الاوستينوفريتي، فيريت، أوستنيت، تلحيم، دور.

Résumé

L'objectif principal de ce travail est l'étude de la caractérisation microstructurale et mécanique des soudures en acier inoxydable duplex UNS S 31803 en condition de fatigue thermique.

On suivra l'évolution du taux de la ferrite et de la fissuration en fonction de nombre de cycle, ainsi que l'effet de la fatigue sur la microdureté et la ténacité.

Les techniques expérimentales utilisées sont : le microscope optique, le microscope électronique à balayage, la diffraction des rayons X, les essais mécaniques (la dureté, la microdureté, la résilience) et un logiciel d'analyse d'image (imageJ).

Les résultats obtenus montrent que l'acier subit un durcissement tandis que sa ténacité et sa ductilité diminuent, le taux de ferrite subit une légère diminution dans toutes les phases. Concernant les fissures, celles-ci sont de nature intergranulaire.

Mots clés: fatigue thermique, contrainte thermique, aciers inoxydable duplex, ferrite, austénite, soudage, cycle.

Abstract

The main aim of this work is to study the microstructural and mechanical characterization of weldement duplex stainless steel UNS S 31803 in thernal fatigue condition.

We will follow the evolution of the rate of ferrite and cracking according to number of cycle, as well as the effect of thernal fatigue on the microhardness and tenacity.

The experimental techniques used are: the optical microscope, the electron microscope, the diffraction of x-rays, mechanical tests (hardness, microhardness, impact Charpy) and image analysis (imageJ).

The results of our work show that the steel is harded whereas its tenacity and ductility decrease, the rate of ferrite decrease slightly in all the phases. Concerning the cracks, those are intergranular.

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

Liste des figures

Figure I.1. Diagramme d'équilibre Fe-Cr
Figure I.2. Le détaille de la boucle Gamma4
Figure I.3.Diagramme d'équilibre Fe-Cr au dessous de 850°C5
Figure I.4. Coupe du diagramme Fe-Cr-C5
Figure I.5. Diagramme Fe-Ni
Figure I.6. Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni
Figure I.7 : Les étapes de fabrication d'un acier laminée duplex de nuance SAF 2205
Figure I.8 : Microstructure typique des aciers inoxydables duplex (a) structure
coulée ; (b) structure laminée10
Figure I.9 : Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 65% fer11
Figure I.10 : Courbe TTT des alliages UR 35N et UR 45N12
Figure I.11 : Micrographie électronique de carbure de chrome12
Figure I.12 : Micrographie électronique de la phase sigma14
Figure I.13 :(a) résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances
d'aciers inoxydables duplex ; (b) effet de la ferrite sur les propriétés de résilience
des aciers inoxydables duplex17
Figure I.14:Représentation schématique du film passif
Figure II.1 : Principe du soudage manuel à l'arc électrique avec électrode
réfractaire (GTAW ou TIG)
Figure II.2 : Principe du soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée
Figure II.3 : Variation de la température θ en fonction du temps t24
Figure II.4 : Variation de la température θm en fonction de la distance x24
Figure II.5 : Schéma représentatif d'une structure austéno-ferritique soudé dans

les trois zones principales	25
Figure II.6 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique	26
Figure II.7 : Diagramme de Schaeffler	27
Figure II.8 : Diagramme WRC	28
Figure III.1 : Mécanisme de la fatigue thermique, diagramme de North Cott et baron.	31
Figure III.2 : Représentation schématique du faïençage et de fissures multiples	32
Figure III.3: Mécanisme d'amorçage des fissures sous contrainte thermique cyclique.	33
Figure IV.1 : Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme	•
d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe	38
Figure IV.2 : Longueur des à souder	41
Figure IV.3 : Tronçonnage de tube en deux	42
Figure IV.4 : Schéma de tronçonnage des éprouvettes	42
Figure IV.5 : Localisation des éprouvettes de résilience	43
Figure IV.6 : Forme du cycle thermique	44
Figure IV.7 : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique	45
Figure IV.8 : Schéma du prélèvement aléatoire pour traitement d'image	46
Figure IV.9 : Logiciel d'analyse et traitement d'image	46
Figure IV.10 : Les étapes utilisées pour le traitement d'image : (a) L'image	
initiale non, (b) image transformée en nuances de gris, (c) image finale binaire	47
Figure IV.11. : Interaction électron/matière	48
Figure IV.12 : Géométrie de la diffraction de Bragg	49
Figure IV.13 : Schéma illustratif du mouton Charpy	50
Figure V.1. Structure de l'acie	51
Figure V.2. Structure de l'acier : forme des grains	52
Figure V.3 : Structure globale des trois zones principales de soudage	53

Figure V. 4. Structure de la zone affectée thermiquement53
Figure V. 5 : Structure de la zone fondue
Figure V.6 : Micrographie optique de métal de base pour 100 cycles GX20054
Figure V.7 : Micrographie optique de métal de base pour 1500 cycles GX20054
Figure V.8 : Micrographie optique de métal de base pour 2500 cycles GX20055
Figure V.9 : Micrographie optique de métal de base pour 3000 cycles GX20055
Figure V.10 : Micrographie optique de la ZAT pour 100 cycles GX20055
Figure V.11 : Micrographie optique la ZAT pour 1500 cycles GX20055
Figure V.12 : Micrographie optique la ZAT pour 2500 cycles GX20056
Figure V.13 : Micrographie optique la ZAT pour 3000 cycles GX20056
Figure V.14 : Micrographie électronique de la ZAT aprés1000 cycles56
Figure V.15 : Structure de la soudure aprés 2500 cycles GX10057
Figure V.16 : Micrographie optique de la ZF pour 100 cycles GX20057
Figure V.17 : Micrographie optique de la ZF pour 1000 cycles GX50057
Figure V.18 : Micrographie optique de la ZF pour 2500 cycles GX50058
Figure V.19 : Micrographie optique de la ZAT pour 3000 cycles GX20058
Figure V.20 : Structure de la ZF aprés100 cycles58
Figure V.21 : Structure de la zone fondue aprés 1500 cycles58
Figure V.22: Diagramme RX après 1000 cycles59
Figure V.23: Diagramme RX après 3000 cycles59
Figure V.24 : Variation du taux de ferrite dans le MB60
Figure V.25 Variation du taux de ferrite dans la ZAT
Figure V.26 : Variation du taux de ferrite dans la zone fondue61
Figure V.27: Durcissement de la ferrite et de l'austénite62
Figure V.28 : Structure du métal de base pour 100 cycles
Figure V.29 : Structure du métal de base apres 3000 cycles63
Figure V.30 : Micrographie électronique de la ZAT aprés100 cycles64

Figure V.31 :	Micrographie électronique de la ZAT aprés1000 cycles	54
Figure V.32 :	Micrographie électronique de la ZAT aprés1500 cycles6	54
Figure V.33 :	Micrographie électronique de la ZAT après 3000 cycles	54
Figure V.34 :	Micrographie électronique de la ZF aprés1000 cycles6	55
Figure V.35 :	Micrographie électronique de la ZF aprés1500 cycles6	55
Figure V.36 :	Micrographie électronique de la ZF aprés3000 cycles	55
Figure V.37	Oxydation des interfaces Austénite/Ferrite6	6
Figure V.38	Oxydation des interfaces Austénite/Ferrite6	6
Figure V.39 :	Effets du cyclage thermique sur la résilience de la soudure6	7

Liste des tableaux

Tableau I.1 Composition chimique des aciers duplex 8
Tableau I.2 : Composition chimique des principaux aciers duplex de corroyage9
Tableau I.3: Composition chimique des principaux aciers duplex de moulage10
Tableau I.4 : propriétés physiques et la teneur en ferrite
Tableau I.5 : Quelques propriétés physiques à la température ambiante de quelques nuances austéno-ferritiques 16
Tableau I.6 : propriétés mécaniques et la teneur en ferrite 16
Tableau I.7: Quelques propriétés mécaniques selon la spécification ASTM pour tôles en aciers austéno-ferritiques 16
Tableau IV.1: Composition chimique du métal de base UNS S 3180338Tableau IV.2: Composition chimique de l'acier inoxydable duplex UNS S 3180338selon la norme ASTM38
Tableau IV.3: Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803
Tableau IV.4: Composition chimique du métal d'apport40
Tableau IV.5 : Description des solutions d'attaque utilisées45
Tableau V.1 : Répartition des éléments entre la ferrite et l'austénite

Sommaire

Partie bibliographie

Introduction générale1
Chapitre I : Les aciers inoxydables duplex
I.1 aciers inoxydables
I.1.1 Système fer-chrome
I.1.2 Système fer-chrome-carbone
I.1.3 Système binaire fer-Nickel
I.1.4 Système fer-Chrome-Nickel
I.1.5 Influence des éléments d'addition7
I.1.6. Principales familles d'aciers inoxydables
I.2. Les aciers inoxydables duplex
I.2.1. Les principaux aciers austéno-ferritiques (duplex)
I.2.2. L'état structural
I.2.3. Transformation structurales consécutives à un traitement thermique11
I.2.4 propriétés physiques des aciers duplex15
I.2.5. propriétés mécaniques des aciers duplex16
I.2.6. Résistance à la corrosion des aciers duplex17

Chapitre II : Le soudage des aciers inoxydables

II.1. Procédés de soudage	20
II.1.1. Procédé TIG	20
II.1.2. Procédé à arc avec électrode enrobées	21

II.2. les principaux défauts de soudage	.22
II.3. Cycle thermique de soudage	.23
II.4. Soudabilité des aciers inoxydables duplex	25
II.4.1. Solidification et structure des soudures duplex	25
II.4.2. Contrôle de ferrite dans les joints soudés	26
II.4.3. Transformation des phases durant le soudage des aciers duplex	28
II.5. Traitements thermiques des soudures duplex	28

Chapitre III : La fatigue thermique

III.1. Les contraintes thermiques	29
III.2. Les contraintes thermiques résiduelles	
III.3. Mécanisme de la fatigue thermique	30
III.4. Endommagement par fatigue thermique	
III.5. la fissuration	32
III.5.1.L'amorçage	32
III.5.2.la propagation	
III.6. Le vieillissement thermique des aciers inoxydables duplex	34
III.7. Facteurs de la fatigue thermique	
III.7.1.La nature de cyclage thermique	
III.7.2. Facteur d'environnement	35
III.7.3. Facteurs thermiques	35
III.7.4. Facteurs mécaniques	35
III.7.5. Facteurs géométriques	36
III.7.6. Facteurs métallurgiques	36

Partie expérimentale

Chapitre IV : Techniques expérimentales	
IV.1 Matériau de l'étude	37
IV.1.1 Analyse chimique	
IV.1.2 Caractéristiques mécaniques de l'acier étudié	
IV.2 Méthode expérimentale	
IV.2.1 Réalisation des soudures	40
IV.2.2 Tronçonnage des éprouvettes	42
IV.2.3 Usinage des éprouvettes	43
IV.3 Essais de fatigue thermique	43
IV.3.1 Dispositif de fatigue thermique	43
IV.4 Méthodes de caractérisation	44
IV.4.1. Caractérisation structurale	44
IV.4.2. Caractérisation mécanique	49

Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1. Présentations des résultats51	
V.1.1 Evolution de la structure de la soudure	
V.1.1.1. Structure de l'état initial51	
V.1.1.2. Effets du cyclage thermique sur la structure	
V1.1.3. Résultats de la diffraction X	
V.1.1.4. Taux de ferrite	
V.1.2 – Durcissement de la structure	
V.1.3.Fissuration par fatigue thermique62	
V.1.3.1.Fissuration dans le métal de base	

Annexes	
Conclusion générale	69
V.2.5. La résilience	68
V.2.4. La fissuration	68
V.2.3. la dureté des phases	68
V.2.2. taux de ferrite	67
V.2.1. Structure de la soudure	67
V.2 Interprétation des résultats	67
V.1.5. Evolution de La résistance aux chocs	66
V.1.4 Oxydation des fissures	65
V.1.3.3.Fissuration dans la zone fondue	64
V.1.3.2.Fissuration dans la zone affectée thermiquement	63

Partie Bibliographique

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques font depuis quelques années, l'objet d'un effort tout particulier sur le plan du développement industriel. Cette famille d'acier est née dans les années 30 dans les laboratoires de Jacob Holtzer à Unieux, particulièrement spécialisés dans les études et recherches sur les aciers spéciaux.

Les aciers inoxydables duplex sont conçus pour avoir une microstructure composée de deux phases en proportions approximativement égales d'austénite et de ferrite, cette structure présente de propriétés remarquables de résistance à la corrosion dans des milieux très hostiles. Ils disposent aussi de bonnes propriétés mécaniques de ductilité (hérité des aciers austénitiques) et de ténacité (hérité des aciers ferritiques), Enfin, la structure biphasée de ferrite et d'austénite garantit une très bonne soudabilité.

Malgré ces propriétés remarquables, les aciers duplex peuvent subir un endommagement au cours de leur utilisation dans des conditions de service sévères. C'est le cas dans des conditions de fatigue thermique lorsque des organes subissent un cyclage thermique. Une fissuration se développe et peut conduire à la rupture causant des accidents graves. La situation des soudures est encore plus préoccupante car elle est plus fragile que l'acier. Ce problème a conduit à des études importantes dans le monde du comportement en condition de fatigue et de corrosion sévères.

Dans la présente étude, l'acier duplex utilisé est le S 31 803 (22% de Cr) soudé auparavant Tous les échantillons sont soumis à des variations de températures (alternance de l'échauffement et de refroidissement), ces derniers subissent une fissuration et par la suite une rupture. Ce phénomène est appelé : « fatigue thermique ».

Dans la présente étude, nos travaux ont pour objectif d'étudier le comportement des soudures en acier duplex de nuance S 31 803 (22% de Cr) soumises à des conditions de fatigue thermique, cette étude consiste à une caractérisation microstructurale et mécanique des soudures en aciers inoxydables duplex type SAF 2205 soumises à des essais de fatigue thermique.

La caractérisation microstructurale permet de mettre en évidence les transformations de la structure des soudures duplex (métal de base, la zone affectée thermiquement, la zone fondue), ainsi que les variations du taux de ferrite en fonction de nombre de cycle.

Pour la caractérisation mécanique, nous nous sommes intéressé aux variations de la résistance aux chocs (résilience) et de la dureté au cours du cyclage thermique Enfin nous tentons d'étudier qualitativement et quantitativement la fissuration développée au cours du cyclage thermique.

Afin de réaliser ce travail, on a élaboré un plan divisé en deux parties :

Une étude bibliographie constituée de trois chapitres :

- Le premier chapitre consiste à donner une vue générale sur les aciers inoxydables : les différents systèmes, l'influence des éléments d'additions et les différents classes, ainsi ce chapitre aborde en particulier les aciers inoxydables austéno-ferritiques : leur composition chimique, leurs propriétés physiques et mécaniques et la résistance à la corrosion.
- Le deuxième chapitre aborde la soudabilité des aciers inoxydables duplex.
- Le troisième chapitre est consacré au mécanisme de fatigue et de fissuration thermique.

Une étude expérimentale composée de deux chapitres :

- Un chapitre traite la procédure expérimentale dans lequel on présente la méthodologie et les techniques utilisées durant ce travail.
 Un chapitre traite les résultats obtenus et leurs interprétations.

On termine ce mémoire par des conclusions et des perspectives.

Chapitre I

Les aciers inoxydables duplex

I.1 aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base d'acier (alliage : fercarbone) qui doivent contenir au moins 13% de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel et dans une moindre mesure le molybdène **[1]**. L'inoxydabilité ou la résistance à l'oxydation est due à la formation d'une couche d'oxyde de chrome passive. La structure est influencée essentiellement par la nature et la teneur en élément d'alliage qui sont classés en deux catégories :

- Les éléments alpha gènes :

Ce sont des éléments qui favorisent la formation d'une structure cubique centrée (ferrite) comme : le chrome, molybdène, silicium, titane, niobium, vanadium et tungstène

- Les éléments gammagènes :

Ils favorisent la formation d'une structure cubique à face centrée (austénite) comme le nickel, carbone, azote et manganèse.

L'influence des éléments d'addition sur la structure des aciers est bien déterminée par les diagrammes d'équilibre binaires Fe-Cr, Fe-Ni et pseudo-binaires Fe-Cr-C et Fe-Cr-Ni.

I.1.1 Système fer-chrome

Le chrome est un élément alphagène, sa structure cristalline est cubique centrée, il favorise l'existence du domaine ferritique comme le montre la présence de la boucle γ sur le diagramme Fe-Cr (**Figure I.1**) [2,3]. On peut délimiter sur ce diagramme deux régions de teneur en chrome.



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

-Cr % < 13% : ces alliages sont susceptibles d'être totalement austénitique (γ) ou partiellement (α + γ) et peuvent donc subir la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ par un chauffage ou un refroidissement.

Chapitre I : Les aciers inoxydables duplex

-Cr % > 13 %: ces alliages sont toujours ferritiques à toutes températures et ne peuvent pas subir de trempe martensitique [2, 3,4].

Le détaille de la boucle γ (**Figure I.2**) montre que, pour des teneurs en chrome inférieur à 10,5%, l'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ et inversement au refroidissement. Pour des teneurs supérieurs à 11,5 % seul le domaine ferritique existe. Dans l'intervalle compris entre 10,5 et 11,5% de chrome, les deux phases α et γ coexistent sous la forme d'une structure biphasée ($\alpha + \gamma$).

L'étendue de domaine austénitique va être très fortement influencée par les éléments d'additions. Les éléments gammagènes (Ni, C, N) stabilisent et élargissent le domaine austénitique. Les éléments alphagènes (Cr, Mo) stabilisent le domaine ferritique et réduisent le domaine austénitique [1,4].



Figure I.2. Le détaille de la boucle Gamma [1].

Pour les alliages riches en chrome contenant entre 45 et 55% de chrome, précipite une phase intermétallique σ de structure quadratique complexe, dure et fragile qui se développe essentiellement dans les joints ferritiques au dessous d'une température de 820°C (**Figure I.3**).

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 500°C, il s'agit d'une démixtion de la phase α en deux phases ferritique dont l'une à teneur plus élevée en chrome et connue sous le terme : phase α ', elle se forme de très fins précipités dans la matrice ferritique. Ce phénomène entraîne une fragilisation de l'acier.



FigureI.3.Diagramme d'équilibre Fe-Cr au dessous de 850°C [1].

I.1.2 Système fer-chrome-carbone

Le carbone agit par son caractère gammagéne : il élargit le domaine d'existence de la phase austénitique (γ) considérablement en température et en concentration [4]. Il entre ainsi en compétition avec le chrome (élément alphagène prépondérant), comme le montre les coupes pseudo-binaires des ternaires Fe-Cr-C (**Figure I.4**). Le carbone à également une action stabilisatrice sur l'austénite formé à haute température [3].

En conséquence, par addition d'une teneur en carbone suffisante on peut obtenir une structure hors équilibre de type martensitique lorsqu'un traitement d'austénitisation entre T1 et T2 pour un alliage par exemple à 17% Cr, qui avant le traitement se trouve dans un état ferritique dans le domaine de température et peut être austénitique entre T1 et T2 [5].

Le carbone peut donner en présence d'un élément carburigéne comme le chrome des carbures : le cas le plus typique est la précipitation des carbures de type Cr23C6 dans les austénites jouant un rôle particulier dans la résistance à la corrosion (corrosion intergranulaire) [4].



Figure I.4. Coupe du diagramme Fe-Cr-C [1].

I.1.3 Système binaire fer-Nickel

Inversement au chrome, le Nickel élargit le domaine austénitique, c'est un élément gammagéne de structure cubique à face centrée (**Figure I.5**) [3,4]. D'après le diagramme Fe-Ni, on constate qu'aux fortes teneurs en nickel, les alliages sont austénitiques de structure cubique à face centrée à la température ambiante, alors qu'aux faibles teneurs en nickel (plus basse que 5%) ils peuvent être ferritique de structure cubique centrée. Mais aux teneurs intermédiaires les alliages Fe-Ni par refroidissement lent depuis le domaine austénitique γ se transforment en $\alpha + \gamma$ [5].



Figure I.5. Diagramme Fe-Ni [1].

I.1.4 Système fer-Chrome-Nickel

Le pouvoir gammagéne du nickel est plus fort que le pouvoir alphagéne du chrome. La présence d'une faible quantité du nickel dans l'alliage Fe-Cr élargit le domaine d'existence de la phase austénitique en température et en concentration [3,6]. La figure I.6 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les fortes teneurs en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel [1].



Figure I.6. Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [1].

I.1.5 Influence des éléments d'addition : [1, 4,6]

Les principaux éléments qui ont une influence sur la structure et les propriétés de l'acier duplex sont : le chrome, le nickel, le molybdène, le carbone et l'azote.

I.1.5.1. Le chrome

C'est élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables :

- Il stabilise le fer α .

- Il est à l'origine de la passivation de l'acier par la formation à la surface d'une couche de Cr₂O₃. Cette couche constitue une barrière à la diffusion de l'oxygène.

- Il augmente la résistance à la corrosion dans certains milieux (sauf en milieu sulfurique).

- Il provoque la formation des précipités tels que les carbures de chrome et les phases intermétalliques, ces phases provoquent souvent la réduction de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion.

I.1.5.2. Le nickel

- Elément stabilisateur de l'austénite. Il élargit le domaine d'existence de l'austénite en fonction de sa teneur jusqu'aux températures inférieurs à 20°c.

- Il améliore la ductilité de l'acier et favorise la mise en œuvre par déformation plastique.

- Il constitue avec le chrome l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables.

- Améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension.

I.1.5.3. Le molybdène

- Elément alphagène.

- Améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables presque dans tous les milieux,

à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

- Améliore la résistance par piqures en présence d'ions halogènes.

- Il augmente la résistance du film passif ainsi que la résistance mécanique à chaud.

- Il a tendance à former des carbures nettement plus stables et plus fins que le chrome.

I.1.5.4. Le carbone

- Elément fortement gammagéne, il élargit le domaine austénitique.

- Il provoque la formation de carbures de chrome Cr23C6 diminuant ainsi la résistance à la corrosion intergranulaire.

- Il augmente la résistance des alliages à l'action de l'oxygène, de l'air ou des gazs oxydants chauds.

- Améliore l'usinabilité.

I.1.5.5. L'azote

- Elément fortement gammagéne, stabilisateur du domaine austénitique.

- Sa solubilité augmente dans les aciers au chrome et au Cr-Ni avec l'accroissement de la teneur en chrome.

- Il permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.

- Il retard l'apparition de composés intermétalliques dans les aciers austeno-ferritique.

I.1.6. Principales familles d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont classés en quatre grandes familles selon leurs structures: martensitiques, ferritique, austénitiques et austéno-ferritiques (duplex). La structure d'un acier inoxydable est fixée par le rapport entre les fractions massiques (composition) entre les éléments alphagènes (Cr, Mo) et gamagènes (Ni, C, N) [7]. La classification des aciers austénitiques, ferritique et martensitique est présentée en annexe 1.

I.2. Les aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex sont équilibrés chimiquement en éléments alphagènes et gamagénes pour présenter à la température ambiante une structure mixte composée sensiblement de 50% d'austénite et 50% de ferrite [8]. Ils contiennent 22 à 25% de chrome et de 4 à 7% de nickel et une teneur en carbone inférieur à 0,03%. L'addition du molybdène et de l'azote leur confère une excellente résistance à la corrosion dans des nombreux milieux [7].

I.2.1. Les principaux aciers austéno-ferritiques (duplex)

Les teneurs en éléments alphagénes (Cr, Mo) et gammagènes (Ni, C, N) doivent être choisies de telle sorte que la proportion de ferrite et d'austénite obtenue soit de l'ordre de 50% [1]. De nombreuses nuances des aciers austéno-ferritiques ont été mises en œuvre pour élargir leur domaine d'utilisation. Les compositions chimiques des aciers duplex sont définies de la manière suivante (**Tableau. I.1**)

Tableau I.1 Composition chimique des aciers duplex [9]

Elément	Cr	Ni	Мо	Cu	Ν	С
%	19-26	4-8	1.5-4	≤ 2	< 0.3	≤ 0.03

On distingue deux familles d'aciers duplex selon le procédé de mise en œuvre:

- Les aciers de corroyage qui donnent des produits par laminage, forgeage, tréfilage et extrusion.
- Les aciers de moulage

Les aciers de laminage constituent la plus grande proportion en quantité de production. Ces aciers sont utilisés pour la fabrication de tubes et de réservoirs pour le transport et le stockage de produits pétroliers et les produits chimiques. La Figure I.7 représente les différentes étapes de mise en œuvre.



Figure I.7 : Les étapes de fabrication d'un acier laminée duplex de nuance SAF 2205 [10].

Les aciers laminés sont répartis en trois grandes familles [10] :

-aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 équivalente à Z3CN2304 AZ. Ces nuances sont utilisées pour remplacer les aciers austénitiques 304 et 316

- aciers laminés standard de type UNS S 31803 équivalente à Z3CND2205 AZ dont le nom commercial est SAF 2205

- aciers laminés fortement alliés utilisées spécialement dans les applications maritimes, pétrolières et chimiques de type UNS S 32760 équivalente à Z3 CNDU 2506.

Les différentes nuances des principaux aciers inoxydables austéno-ferritiques sont représentée dans les Tableaux I.2 et I.3.

Tahlaan I 2 • Comnos	ition chimiana	das nrincinguv	aciars dunlas da	corrovaga [11]
1 abicau 1.2 . Compos	nuon chimique	uts principaux	acters unplex ut	corroyage [11].

Nuance	С	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	Ν	Norme
Uranus45	≤0,03	≤2,0	≤1,0	4,5 /6,5	21/23	2,5/3,5	_	≤0,20	DIN 1.4462
									ASTM A 240
									UNS S 31803
Uranus47	≤0,03	≤2,0	≤1,0	6/8	24/26	2,5/3,5	_	≤0,20	Voisin de UNS
									32550 (avec
									Cu=0)
Uranus50	≤0,03	≤2,0	≤1,0	4,5/6,5	21/23	2,5/3,5	1/2	≤0,20	AFNOR
									Z3CND U 21 7
Uranus52	≤0,03	≤2,0	≤1,0	6/8	24/26	2,5/3,5	1/2	≤0,20	Voisin de UNS
									32550

Nuance	С	Mn	Si	Cr	Ni	Мо	Cu	Ν	Norme
Uranus45M	≤0,07	≤2,0	≤1,5	7/9	20/22	2,2/2,8	_	≤0,20	UNS 31803
									Voisin de
						1.0/0	1 /0		UNS J 92740
Uranus46M	≤0,05	≤2,0	≤1,5	5/7	23/26	1,2/2	1/2	≤0,20	Voisin de
									UNS J 92740
									UNS 32550
Uranus50M	≤0,07	≤2,0	≤1,5	5,5/9	20/22	2/3	1/2	≤0,20	AFNOR
									Z3CND U
									21 7 M
Uranus52M	≤0,05	≤2,0	≤1,5	7/9	24/26	2,5/3,5	1/2	≤0,20	UNS 32 200
Uranus55M	≤0,05	≤2,0	≤1,5	4,5/6	25/27	1,5/2,5	2,5/3,5	≤0,20	ASTM
									A351, Grade
									ACI CD 4M
									Cu
									UNS J 93730

 Tableau I.3: Composition chimique des principaux aciers duplex de moulage [11].

I.2.2. L'état structural

La structure des aciers inoxydables austéno-ferritique est constituée d'un agrégat de ferrite et d'austénite [11], comme est montré dans la **Figure I.8** :



Figure I.8 : Microstructure typique des aciers inoxydables duplex (a) structure coulée ; (b) structure laminée [12].

D'après cette figure, on constate que dans les aciers laminés, les grains des deux phases sont sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage (**Figure I.7a**). Dans les aciers moulés, la structure est plus isotrope (**Figure I.7b**)

Par ailleurs, la proportion des deux phases peut varier dans d'assez larges limites suivant : d'une part les quantités relatives en éléments alphagénes (Cr et Mo) et des éléments gammagénes (Ni, C, N) et d'autre part, la température de traitement avant trempe, lorsque cette dernière augmente, la quantité de la phase ferritique augmente **[13]**.

La structure biphasée de ces aciers possède un inconvénient car leur emploi est limité dans la zone de -50 à 300°c, en dessous, les valeurs de résilience chutent et l'on risque des ruptures fragiles, par contre au dessus, on risque d'avoir des précipités qui affectent considérablement la résistance a la corrosion et la résistance mécanique de l'acier [11].

I.2.3. Transformation structurales consécutives à un traitement thermique

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

On peut distinguer essentiellement trois catégories d'évolutions structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques : **[13]**

- Celles se produisant au dessus de 1050°c.
- > Celles se produisant entre 600° c et 1050° c.
- \blacktriangleright Celles se produisant en dessous de 600°c.

I.2.3.1. Transformation à température supérieur à 1050°c

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques se solidifient entièrement en mode δ (α), ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation en phase solide δ (α) $\rightarrow \gamma$ se produit (**Figure I.9**). La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut être également incomplète si les vitesses de refroidissement sont grandes.



Figure I.9 : Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 65% fer [13].

Signalons aussi, l'influence de la composition chimique en particulier l'action stabilisatrice des additions d'azote sur la structure biphasée en rapportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \delta(\alpha)$ [13].

I.2.3.2.Transformation à température comprise entre 1050°c et 600°

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

Précipitation des carbures de chrome

C'est une précipitation qui se produit à la limite du joint α / γ (**Figure I.11**) et se produit par la formation d'un agrégat austénite-carbure [9]. Les précipités de type M₇ C₃ apparaissent entre 950°C et 1050°C. Tandis que des carbures de type M₂₃ C₆ se produisent à très basse température qui comprise entre 700°c et 900°c [13].



Figure I.10 : Courbe TTT des alliages UR 35N et UR 45N [13].

L'une des caractéristiques des aciers inoxydables austéno-ferritiques est que la précipitation des carbures de chrome sur les joints de grains est généralement discontinue et qu'elle s'accompagne d'un déplacement des joints de grains par formation de phase austénitique dans les zones déchromée **[13]**. Ces carbures précipitent lors de la trempe à l'eau si le refroidissement est trop lent.



Figure I.11 : Micrographie électronique de carbure de chrome [11].

Précipitation des nitrures

Pour les nuances duplex contenant des additions en azotes maîtrisés, une précipitation de chrome peut avoir lieu. La structure de ces nitrures est hexagonale et l'enthalpie de leur formation est voisine de celle des carbures M₂₃C₆ vers 900°c **[13]**.

Les précipités apparaissent tout d'abord sur les joints α / γ et α / α . Des précipités intergranulaires, principalement en zone affectée thermiquement fortement ferritique ont été également observées [11,13].

L'austénite de révision γ2

L'austénite se forme en fonction de la température. Par un refroidissement lent de l'alliage (austénite γ_1), il est possible d'augmenter la fraction volumique

de la phase austénitique par contre, un refroidissement brutal de l'alliage à partir d'une température voisine de 1100°c suivi d'un maintien ultérieur à 700/900°c, conduit à la formation d'une précipitation d'austénite intergranulaire dans les grains ferritiques (austénite γ_2).

De tels précipités peuvent être produit au sien de la ferrite soit sous forme fine latte non visible en microscope optique pour des vieillissements à des températures inférieurs à 400°c, soit sous forme de lentille pour des vieillissements à des températures supérieurs à 500°c **[10]**.

Précipitation de la phase sigma (σ)

La phase sigma est une phase intermétallique de structure tétragonale avec 30 atomes par maille : (Fe Ni) α (Cr Mo) γ Fe Cr ; (Fe Ni) α (Cr Mo) γ , elle apparaît entre 650°c et 1000°c préférentiellement au niveau de joint de phase α / γ et croit dans la ferrite (Figure I.12) [13].

La formation de cette phase, à l'intérieur des plages ferritiques est à éviter en raison de très grande fragilité qu'elle communique à l'alliage et une réduction de la résilience et de la résistance à la corrosion, le risque de fragilisation disparaît totalement au dessus de 550°c **[10]**.

Notons que la précipitation de cette phase ne dépend pas seulement de la composition de l'acier. Mais elle est influencée par la taille des grains (plus cette taille est petite plus la possibilité de la formation de la phase sigma sera élevée), même par l'énergie, tel que sa formation est facile aux niveaux des joints de grains et les interfaces dans les régions de grandes énergies. Elle est aussi influencée par la température de mise en solution de deux façons différentes :

1- Si les températures de mise en solution sont grandes, cela induit à un grossissement des grains, ce qui réduit le taux de la phase sigma formée.

2- Aux hautes températures, on assiste à une croissance de la teneur en ferrite, ce qui favorise la précipitation de la phase sigma durant le traitement de vieillissement [14].

Il faut également souligner que les vitesses d'apparition de la phase sigma est tributaire du traitement thermique. Elle apparaît ainsi plus rapidement pour les structures trempées à partir de 1050°c que pour celles trempées de 1150°c-1200°c. Ceci résulte de l'enrichissement de la phase ferritique en élément alphagéne (Cr, Mo) lors de recuit à plus basses températures [13].



Figure I.12 : Micrographie électronique de la phase sigma [11].

Précipitation de la phase chi (χ)

C'est une phase intermétallique de structure cubique centré : (Fe Ni) $_{36}$ C₁₈ Mo₄ ; Cr₆ Fe₁₈ Mo₅ Fe₃₆ Cr₁₂ Mo₁₀, elle précipite souvent dans l'intervalle de température entre 700°c et 900°c au niveau de joints de phase δ/γ et croit à l'intérieur du grain ferritique.

Cette phase influe sur la résistance à la résistance par piqure et la ténacité des aciers inoxydables duplex [12].

La phase laves R

Cette phase de structure hexagonal : Fe₂ Mo ; Fe₂ Ti ; Fe₂ Nb [12], se précipite en petite quantités à des températures comprise entre 550°c et 650°c. Elle se forme dans les sites intergranulaires et elle réduit la résistance à la corrosion par piqûre [12,13].

I.2.3.3.Transformation intervenant entre 600°c et la température ambiante

En raison de similitude des réseaux cristallins et de la taille des particules, ces transformations structurales ne sont pas mises en évidence par microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même par diffraction des rayons X. La microscopie électronique à transmission peut déceler la présence de ces phases de taille nanométrique.

Actuellement la technique la plus utilisée pour étudier ce type de transformation est la spectroscopie Mossbauer. Dans les aciers duplex, ces transformations sont essentiellement la démixtion $\alpha/\dot{\alpha}$ et la précipitation d'une phase intermétallique G **[10]**.

> Démixtion de la solution Fe-Cr

Les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter un phénomène de fragilisation à des températures inférieures à 600°c accompagner d'un durcissement important de la ferrite résultante de la formation de la phase α ' [13].

A des températures comprises entre 250°c et 516°c, la ferrite est instable car elle se décompose en deux phases, l'une est riche en fer (α) et l'autre est riche en chrome (α ') (**Figure I.3**), d'où la phase α ' est formée selon la teneur en chrome et la température suivant deux mécanismes :

- Par décomposition spinodale (température comprise entre 280°c et 475°c).
- Par germination et croissance (souvent à des températures voisines de 500°c) [11,12].

Dans le cas de la germination et la croissance, les précipités possèdent dés leurs apparitions, la composition finale. Par contre, dans le cas de la décomposition spinodale, les phases ont une composition qui évolue avec le temps vers une composition d'équilibre **[11]**.

La démixtion α/α' se fait à la fois par décomposition spinodale et par germination et croissance, mais dans la littérature, la décomposition spinodale est le mécanisme responsable de la démixtion, car c'est une transformation homogène qui se fait sans apport d'énergie. Le processus est du à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre de la ferrite. Les espèces identiques tendent spontanément à se rassembler **[10,13]**.

> Précipitation de la phase G

C'est une phase qui apparaît dans la ferrite des aciers duplex à des températures comprises entre 300°c et 400°c, elle est de structure cubique à face centrée, a pour formule Ni₁₆ Ti₆ Si₇, le Ni et Ti peuvent être substitués par le Cr, Fe, Mo, Mn, U, Nb. En effet, les plus grosses particules se développent sur les dislocations, par contre les autres se forment aux joints de grains α/α 'car le nickel et le silicium sont rejetés dans les zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G est donc pilotée par la décomposition spinodale, sa cinétique de précipitation est caractérisée par la taille des particules, leurs densités, leurs fractions volumiques [10].

I.2.4 propriétés physiques des aciers duplex

Les aciers austéno-ferritiques possèdent des conductivités thermiques importantes que celles des aciers austénitiques, comme elles présentent un certain degré de magnétisme grâce à la 50% de la ferrite qu'ils contiennent. En plus les cœfficients de dilatation thermique sont faibles, voisins de ceux des aciers aux carbones **[13,15]**. Les Tableaux I.4 et I.5 présentent les propriétés physiques des aciers inoxydables duplex.

Désignation	UNS nombre	Densité	Chaleur	Résistivité	Module d'
		(g/cm ³)	spécifique	électrique	
			$(J/Kg^{\circ} K^{\circ})$	(μΩ/m)	
2304	S 32 304	7,75	482		200
2205	S 31 803	7,85	482	0,80	200
255	S 32 550	7,81	488	0,84	210
2507	S 32 550	7,79	485		200

Tableau I.4	: propriétés	physiques	et la teneur	en ferrite [15].
-------------	--------------	-----------	--------------	------------------

Désignation	UNS nombre	20°c	100°c	200°c	300°c	400°c	500°c		
Module élastique en tension (Gpa)									
2304	S 32 304	200	190	180	170	160	150		
2205	S 31 803	200	190	180	170	160	150		
255	S 32 550	210	200	198	192	182	170		
2507	S 32 550	200	190	180	170	160	150		
Coefficient mo	Coefficient moyen de dilatation thermique à température 20°c (mm/°c×10								
2304	S 32 304	12,6	13,0	13,5	14,0	14,5	15,0		
2205	S 31 803	12,6	13,0	13,5	14,0	14,5	15,0		
255	S 32 550	11,7	12,1	12,6	13,0	13,3	13,6		
2507	S 32 550	12,6	13,0	13,5	14,0	14,5	15,0		
Conductivité thermique (W/m°c)									
2304	S 32 304	16,0	17,0	19,0	20,0	21,0	22,0		
2205	S 31 803	16,0	17,0	19,0	20,0	21,0	22,0		
255	S 32 550	13,5	15,1	17,2	19,1	20,9	22,5		
2507	S 32 550	16,0	17,0	19,0	20,0	21,0	22,0		

Tableau I.5 : Quelques propriétés physiques à la température ambiante de quelquesnuances austéno-ferritiques [16].

I.2.5. propriétés mécaniques des aciers duplex

Les aciers inoxydables duplex possèdent des propriétés mécaniques très importantes. Les limites d'élasticités sont élevées par contre la ductilité reste satisfaisante grâce à la présence de la matrice austénitique qui conserve aussi une bonne ténacité. La dépendance des propriétés mécaniques avec la teneur en ferrite est présente dans le Tableau I.6 [13]. Tableau I.6 : propriétés mécaniques et la teneur en ferrite [13].

Acier	[α]%	R0, 02(Mpa)	Rm (Mpa)	A%	KCU (J/cm)
Z6CN 18-10 (AISI 304L)	0	220	590	50	2200
Z3CNDU 21-8	65	350	670	35	180
Z5CNDU 26-6	80	800	850	20	100

Il faut bien noter que les propriétés des aciers inoxydables duplex sont influencées par la composition de l'acier et les températures de traitement thermique ainsi les durées de maintien **[13]**.

Tableau I.7: Quelques propriétés mécaniques selon la spécification ASTM pour tôles en aciers austéno-ferritiques [16].

Désignation	UNS	Résistance	Limite	Elongation	Dureté (min)
		à la traction (min)	élastique (min)	(min)	Brinell HRB
2304	S 32 304	600	400	25,0	290
2205	S 31 803	620	450	25,0	293
255	S 32 550	760	550	15,0	302
2507	S 32 550	795	550	15,0	310

D'après le tableau 4.7, les duretés Brinell et Rockwell (HRB) sont élevées. Ces duretés varient de 290 et 310 (HRB) selon les différentes nuances d'aciers. Les aciers austéno-ferritiques peuvent être durcis par traitement thermique ou par écrouissage **[15]**.

Chapitre I : Les aciers inoxydables duplex

La résistance aux chocs des aciers inoxydables duplex reste toujours excellente même à basses températures. La ténacité de ces aciers dépend de la composition chimique, ainsi, des éléments résiduels qui jouent un rôle important. Elle est améliorée par la réduction de la teneur en oxygène. La ténacité est affectée par toute précipitation des phases intermétalliques, notamment la phase sigma conduit a une diminution très accentuée de la ténacité [13,15].

Les résultats de l'essai de résilience à basse température pour différents aciers inoxydables duplex dont le plan de l'entaille est transversal à la direction du laminage sont montrés dans **la Figure I.13.a [15]**. Leur usage peut être envisagé jusqu'à – 50°c, voire des températures inférieurs avec des précautions particulières **[13]**.

La ténacité est inversement proportionnelle au taux de ferrite, en particulier quand le taux de ferrite est au voisinage de 80%, la ténacité est réduite et de même pour la température de transition ductile-fragile (**Figure I.13.b**) [15].



Figure I.13 :(a) résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex ; (b) effet de la ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex [16].

I.2.6. Résistance à la corrosion des aciers duplex

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques est due à l'existence d'une couche passive superficielle (épaisseur de l'ordre 10 à 12 μ m) **[13,15]**. La composition de cette couche passive est assez différente de celle de l'acier en raison des divers processus d'enrichissement, (élément d'addition Cr, Ni, Mo...), ou de dissolution préférentiel (Fe), qui se produisent au contact des divers milieux agressifs **[13]**.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont auto-passivables et le schéma le plus utilisé pour décrire le mécanisme de formation de leur couche passive est emprunté à Okamoto et Shibata, cette représentation est montrée dans **la Figure I.14 [15]**. On distingue différents types de corrosion :



Figure I.14:Représentation schématique du film passif [15].

I.2.6.1. Résistance à la corrosion intergranulaire

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques possèdent une bonne résistance à la corrosion intergranulaire, grâce à leur structure biphasée formée de la ferrite α qui est plus riche en chrome que l'austénite et de l'austénite qui est plus riche en carbone que la ferrite **[13]**.

La précipitation des carbures de chrome ne pourrait se produire qu'aux joints de phase α/γ . Notons bien que la diffusion du chrome étant beaucoup plus grande dans la ferrite, celle-ci est engendrée la précipitation des carbures de chrome préférentiellement dans cette phase (ferrite). Tenant compte de cette grande vitesse de diffusion en chrome d'une part, et le taux élevé en chrome maintien la zone déchromisée dans un niveau de protection qui rend le risque de sensibilisation est très faible.

De plus entre 700°c et 850°c, la précipitation des carbures de type M₂₃C₆ est discontinue et elle est perturbée par celle de nitrures de chrome Cr₂N. Même si le risque de sensibilisation par précipitation intergranulaire est faible, il est nécessaire de pratiquer un traitement d'hypertrempe entre 1050°c et 1150°c [**13,15**].

I.2.6.2. Résistance aux corrosions par piqûres et crevasses

La résistance des aciers inoxydables duplex à la corrosion localisée par piqûres ou crevasses en milieux chlorurés est excellente, elle dépend surtout de leur composition et de la propreté inclusionnaire (sulfures en particulier) et peu de leur structure **[15]**.

En ce qui concerne la résistance à l'amorçage, les éléments les plus efficaces semblent être le chrome, le molybdène et l'azote, alors que le nickel à une action faible et le cuivre une action quasi-nulle. Chrome et molybdène sont concentrés dans la ferrite, le nickel et l'azote dans l'austénite. En ce qui concerne la résistance à la propagation les éléments les plus favorables semblent être le molybdène, l'azote, le nickel et le cuivre. Le premier se trouve préférentiellement dans la ferrite et les autres dans l'austénite. Par ailleurs, d'autres éléments ont été cités comme améliorant à la résistance tel que : le soufre, titane **[11,13]**.

I.2.6.3. Résistance à la corrosion sous contrainte ; fatigue corrosion

La corrosion sous contrainte est relative à la formation des fissures dues à certains milieux corrosifs. Après une période d'incubation généralement assez longue, les fissures

peuvent se propager rapidement et conduisent à la destruction d'un matériau **[15]**. Les aciers inoxydables duplex ont en milieux chlorurés un comportement complexe **[13]**, à cause de leurs structures biphasées (50% de ferrite et 50% de l'austénite) **[15]**.

Ils ne sont pas insensibles à la fissuration mais peuvent dans certains cas apporter des améliorations sensibles par rapport aux nuances austénitiques. Ces propriétés sont liées à des effets de couplage mécanique du à la ferrite et électrochimique du à un couplage entre la ferrite et l'austénite **[13,15]**, ainsi qu'au mode de déformation par maclage mécanique de la ferrite jouent rôle déterminant.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont souvent une excellente résistance à la fissuration en milieu caustique, mais elle peut être dégradée par des traitements fragilisant la ferrite [13].

Chapitre II

Le soudage des aciers inoxydables
Le soudage est défini comme étant une opération qui consiste à réunir d'une façon permanente deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler. Cette continuité peut être obtenue de deux manières fondamentalement différentes soit par contacte liquide / liquide (fusion locale) ou par contacte solide /solide (diffusion). L'opération du soudage est associée généralement à la notion de soudabilité qui recouvre trois aspects :

- La soudabilité opératoire qui consiste à réaliser un joint soudé entre deux métaux.

- La soudabilité locale qui conserve l'étude de toutes modifications locales telles que : Les modifications structurales, physico-chimiques...

- La soudabilité globale qui conserve l'aptitude du joint soudé utilisé dans une construction, c'est-à-dire à supporter les conditions réelles du service **[13,17]**.

II.1. Procédés de soudage

Il existe de nombreuses classifications des procédés de soudage applicable aux aciers inoxydable tels que : soudage à l'arc avec électrode enrobée, sous flux, MIG, TIG, soudage ou plasma, soudage par faisceaux d'électrons et par faisceaux laser [17].

Les procédés les plus utilisés pour le soudage des aciers inoxydables avec d'excellents résultats sont : le soudage TIG (Tungsten Inert Gaz Welding) et le soudage à l'arc avec électrode enrobée.

II.1.1. Procédé TIG

Dans le soudage TIG, l'arc jaillit entre une électrode non consommable (réfractaire en Tungstène) et la pièce à souder, au sein d'une atmosphère inerte (Figure II.1) [17,18]. Cette électrode en Tungstène peut contenir des éléments qui favorisent l'émission électronique telle que le thorium. L'utilisation d'un gaz neutre permet de protéger l'arc et le bain fondu de l'atmosphère ambiante, d'où le bain de fusion est protégé de l'atmosphère par un cône invisible de gaz inerte de protection Argon ou par un mélange Argon-Hélium (sont utilisés lorsque l'on recherche un compromis entre la stabilité de l'arc et la facilité d'amorçage donné par l'Argon et la pénétration, ce type convient pour les aciers inoxydables austénitiques, ferritiques et martensitiques) ou par un mélange Argon-Hydrogène (sont largement utilisés pour le soudage des aciers inoxydables austénitiques, mais il est évitable pour le soudage des aciers inoxydables ferritiques, martensitiques et austénoferritiques car la présence de H2 dans le bain de fusion peut provoquer une fragilisation du joint soudé) [17,18,19].

Pour le soudage sans métal d'apport des aciers inoxydables austéno-ferritique, on utilise souvent un mélange Argon-Azote afin de maintenir l'équilibre ferrite-austénite dans le joint soudé, l'azote étant un puissant élément gammagène, il est utilisé pour diminuer la teneur en ferrite à la racine des joints soudés. Pour le soudage avec métal d'apport, les produits utilisés se présentent soit sous la forme de baguettes en soudage manuel, soit sous la forme de fil en soudage automatique **[17]**.



Figure II.1 : Principe du soudage manuel à l'arc électrique avec électrode réfractaire (GTAW ou TIG) [17].

Le procédé TIG ou GTAW (gaz tungesten avec welding) s'adapte donc bien au soudage des tôles minces et très minces, et peut être utilisé sur des tôles atteignant une épaisseur de 25mm. Il convient parfaitement pour le soudage des tubes minces et pour les pièces embouties de faible épaisseur **[18]**. Les principaux avantages de ce procédé peuvent être résumés comme suit :

- Une bonne qualité métallurgique du joint : compacité et constance des éléments d'alliages.
- Soudage avec ou sans métal d'apport.
- Une excellente stabilité de l'arc de soudage.
- Un soudage continu, régulier, avec une grande concentration des effets thermiques, d'où un bon rendement de l'opération, des déformations réduites et un cordon lisse et bel aspect, donc une finition réduite.
- Une bonne protection contre l'atmosphère, d'où : absence d'oxyde, réduction des opérations de nettoyage et suppression laitier.
- Très faible usure des électrodes.
- Idéal pour le soudage des métaux légers.
- Il permet d'exécuter des soudures sans inclusions, même sur des métaux difficilement soudables.

II.1.2. Procédé à arc avec électrode enrobées

Le procède est à la fois rapide et d'une bonne souplesse d'utilisation avec toutes les nuances d'aciers inoxydables. L'électrode enrobée est constituée par une âme métallique centrale autour de laquelle est disposé concentriquement l'enrobage. Généralement, l'âme est constituée par un fil plein en acier inoxydable, qui permet de conduire le courant, apporte le métal, forme le cordon et comporte les éléments d'alliages devant assurer une grande part des caractéristiques désirées de la soudure. L'enrobage des électrodes contient des oxydes complexes, des fondants et des carbonates intimement mélangés puis agglomérés à l'acide de silicate alcalin par dissociation à haute température des carbonates, il est possible de générer une protection gazeuse tandis que les oxydes sous forme d'un laitier participent aux réactions d'affinage du bain de fusion. Le procédé est illustré dans la **Figure II.2**.

Chapitre II : Le Soudage des aciers inoxydables



Figure II.2 : Principe du soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée [17].

L'enrobage procède un triple rôle [18] :

- Il protège le métal fondu du contact de l'acier et évite l'oxydation du chrome.
- contribue à la bonne qualité métallurgique du joint à sa résistance à la corrosion.
- contribue à la stabilisation de l'arc :

On envisage deux principaux types d'enrobages : type basique et type au rutile

Les enrobages basiques assurent une protection un peut meilleure des éléments d'alliages et une grande constance de la qualité analytique du métal dans le joint soudé .Ils ne sont utilisables qu'en courant continu, et généralement en polarité inverse, c'est-à-dire avec la baquette au pôle positif. Tandis que, les enrobages au rutile procurent de bonnes caractéristiques de l'arc et déposent un cordon plus lisse, ils peuvent s'employer en courant alternatif et en courant continu **[17,18]**.

II.2. les principaux défauts de soudage

Parmis les principaux défauts de soudage, on distingue ceux qui sont d'origine purement opératoire tel que : manque de pénétration, manque de fusion, et les défauts de soudage internes tel que : les fissures à chaud, les fissures à froid, les fissures au réchauffage et les porosités.

- Manque de pénétration

Ce défaut engendre un rétrécissement de la section du métal de la soudure et constitue une amorce de rupture.

- Manque de fusion

Il apparaît quant le métal de base n'a pas été chauffé a une température suffisante, donc absence de liaison entre le métal de base et le métal déposé.

- La fissuration a chaud

On deux types de fissures :

1- Les fissures de solidification apparaissent en fin de solidification, elles peuvent être internes ou déboucher en surface mais elles sont localisées dans les directions de solidification.

2- Les fissures de liquation se rencontrent principalement dans la zone affectée thermiquement du métal de base au voisinage de la zone de liaison, elles se prolongent généralement sous forme de fissure de solidification dans la passe en cours d'exécution.

- La fissuration a froid

Ces fissures apparaissent a basse température ($<200^{\circ}c$). De ce fait, elles sont fines et n'ont pas d'orientation privilégiée par rapport à la microstructure, elles se développent le plus souvent dans la zone affectée thermiquement mais parfois peuvent se rencontres dans le métal fondu.

- La fissuration au réchauffage

Elle est de caractère intergranulaire, se rencontre essentiellement dans la zone affectée thermiquement à gros grains et occasionnent dans le métal fondu. Elle s'initie lors du traitement thermique post-soudage ou en service à température élevée.

- Les porosités

On distingue quatre mécanismes susceptibles de donner naissance à des porosités dans le métal fondu :

- L'instabilité du capillaire gazeux dans le cas des soudures effectuées au moyen des procédés à haute densité d'énergie.

- Une suppression gazeuse sans la racine du cordon.

- Une teneur en gaz dissous dans le métal liquide supérieur à la limite de solubilité dans le métal solide à la température de solidification.

- Une réaction chimique au sein du bain liquide donnant naissance à un gaz [7].

En plus de ce défaut, on peut également trouver d'autres défauts relatifs à la forme de cordon, qui sont en nombres de trois **[12,20]** :

- 1. Les cordons trop bombés sont dus à une intensité trop faible et d'un balancement insuffisant de l'électrode.
- 2. Les cordons trop étalés indiquent que les pièces sont surchauffées et que l'intensité du courant est trop importante.

Les cordons réguliers sont souvent le résultat d'une utilisation d'électrode non appropriée et un choix imparfait de l'intensité du courant de soudage.

II.3. Cycle thermique de soudage

Le cycle thermique de soudage permet l'interprétation quantitatif des différentes phénomènes métallurgiques ainsi par la suite de prévoir ces phénomènes afin de déterminer le choix des procèdes de soudage et des modes opératoires.

Cette interprétation requiert comme condition nécessaire, la connaissance de la température atteinte. A cette condition de température s'ajoute une ou plusieurs conditions de temps (il s'agit de l'échauffement ou du refroidissement).

Afin d'interpréter ces phénomènes qui prennent place durant l'opération du soudage, en un point donné de l'assemblage, il faut donc savoir la variation de la température en fonction du temps (le cycle thermique de soudage).

La courbe $\theta = f(t)$ tracé en un point A voisin d'une soudure est représentée dans la **Figure II.3**.



Figure II.3 : Variation de la température θ en fonction du temps t [21].

D'où :

 Θ m : la température maximale atteinte.

Ts : le temps de séjour au dessus d'une température Θ s.

TR (Θ 1, Θ 2) : temps de refroidissement entre 2 températures Θ 1 et Θ 2.

VR: vitesse de refroidissement à une température ΘR .

Ces grandeurs nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent place en ce point. La répartition thermique aux alentours d'une soudure se détermine par la courbe $\Theta m = f(x)$ qui donne la variation de la température maximale Θm atteinte en chaque point en fonction de la distance x (**Figure II.4**).



Figure II.4 : Variation de la température 0m en fonction de la distance x [21].

Durant le cycle de soudage, des changements microstructuraux dans le métal de base sont provoqués. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point. Après le soudage, on distingue successivement les zones citées ci-dessous (**Figure II.5**) :

- Métal de base (MB) : métal des pièces à assembler, il est caractérisé par une structure en bande constituée de grain d'austénite et de ferrite.

- La zone affectée thermiquement (ZAT) : c'est une partie de métal de base qui n'a pas été fondu, mais elle a subit des modifications microstructuraux à cause de la chaleur du soudage. Elle est caractérisée par une structure granulaire.

- La zone de liaison (ZL) : c'est une zone de frontière entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

- La zone fondue (ZF) : c'est une zone de métal fondu après solidification, cette zone est caractérisée par une structure aciculaire de type de Widmanstatten.



Figure II.5 : Schéma représentatif d'une structure austéno-ferritique soudé dans les trois zones principales [22].

II.4. Soudabilité des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables ont une bonne soudabilité, ils se solidifie en ferrite (phase δ) et subissent une transformation partielle en austénite au cours du refroidissement.

De ce fait, on plus de la dépendance de l'équilibrage entre les éléments alphagènes et gammagènes, la structure à l'état brute de soudage va aussi dépendre de cycle thermique de l'assemblage :

- Les cycles thermiques rapides conduisent à une forte proportion de ferrite dans le joint soudé ce qui à pour effet de détériorer les caractéristiques de résilience.
- > Les cycles thermiques lents favorisent la formation d'austénite au refroidissement ce qui pourrai être considérer comme positif, mais ils provoquent aussi la précipitation des nitrures et la formation des composes intermétalliques (phase $\sigma...$) dont les effets sur la résilience et la résistance à la corrosion sont extrêmement néfastes.

Généralement, pour éviter ces phénomènes, il faudra conserver l'énergie de soudage entre 8 et 18 Kj/cm et prendre soin de contrôler la température entre passes pour la maintenir en dessous de 100 à 120 °c [7].

II.4.1. Solidification et structure des soudures duplex

Le mode de solidification et de refroidissement influent sur les propriétés de soudages des métaux. La microstructure du métal soudé et celle du métal de base est différente.

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se font suivant le mode épitaxie à partir du métal de base aux joints fusionnés, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique **[12]**.

La formation de l'austénite débute initialement sur des sites intergranulaires, ensuite, elle est suivie par la formation de l'austénite type Widmanstatten.

Etant donné que la germination de l'austénite a lieu dans les joints de grains, une petite taille des grains ferritiques engendrent des taux d'austénite élevés. Généralement, le taux de ferrite dans le métal fondu dépend de la composition chimique et des vitesses de refroidissement, pour des vitesses de refroidissement lentes on aura la formation de plus d'austénite, par contre, pour des vitesses en aura la formation de peut d'austénite [12].

La **Figure** présentée ci-dessous récapitule les différentes zones dans un joint soudé austénoferritique. L'étendue de ces zones dépend fortement des paramètres de soudage et des procèdes utilisés.



Figure II.6 : Différentes zones d'un joint soudé austénoferritique [27].

II.4.2. Contrôle de ferrite dans les joints soudés

Le problème essentiel pour maîtriser la soudabilité de l'acier est le contrôle de la teneur en ferrite du joint soudé (zone fondue, zone affectée thermiquement) **[13]**. Lors de l'opération de soudage, on assiste à une augmentation importante de taux de ferrite dans la zone fondue et la zone affectée thermiquement. Cela est dû au cycle thermique de soudage **[12]**.

La possibilité de déterminer la teneur en ferrite que l'on va trouver à l'état brut de soudage et ce à la température ambiante est très essentielle. Cela est rendu possible grâce à un certain nombre de techniques

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

- le diagramme de Schaeffler

Le diagramme de Schaeffler est représenté dans la **Figure II.7**, il permet de prévoir la microstructure à l'ambiante des zones soudées, ce diagramme utilise la notion du nickel et de chrome équivalent pour tenir compte des teneurs respectives en éléments γ -gène et α -gène **[4]**.

Notons bien que le diagramme de Schaeffler ne prédit pas les microstructures duplex, ce dernier a été modifié par Dulong en tenant compte de l'Azote **[4,13]**.

Les équilibres chrome-nickel sont : Cr eq = % Cr + % Mo + 1,5 % Si + 0,5 % Nb Ni eq = % Ni + 0,5 % Mn + 30% C



Figure II.7 : Diagramme de Schaeffler [7].

- Diagramme de WRC - 1992

Ce diagramme est représenté dans la **Figure II.8**, il a prit en considération l'influence de l'azote et du cuivre, ce diagramme est devenu plus récent et plus précis.

Les équivalents chrome et nickel sont : Cr eq = % Cr + % Mo + 0,7 % Nb Ni eq = % Ni + 35 % C + 0,25 %Cu + 20 %N



II.4.3. Transformation des phases durant le soudage des aciers duplex

Les transformations microstructurales qui se produisent au cours du soudage par fusion des aciers inoxydables duplex sont complexes et dépendent de la composition du matériau et aussi du cycle thermique du soudage.

Durant cette opération, la zone affectée thermiquement est chauffée à haute température en provoquant la transformation de l'austénite à la ferrite et à la croissance du grain ferritique (δ), à cet effet, l'acier devient totalement ferritique, mais au refroidissement apparaît la phase austénitique [24,25]. La transformation $\gamma \rightarrow \delta$ est très dominante dans cette zone durant les deux cycles de soudage chauffage et refroidissement [25].

La zone affectée peut être le siège d'une précipitation de carbures de chrome à une certaine distance de la zone fondue. Car les températures atteintes au cours du soudage et la vitesse de refroidissement le permettent. D'autres transformations de phases qui se produisent dans les aciers inoxydables duplex, parmis lesquelles, on cite : la précipitation des nitrures de chrome (Cr2 N) dans la matrice ferritique et la précipitation des composés intermétallique (phase σ , phase χ , phase π et la phase R), ainsi que, la précipitation de l'austénite secondaire dans la ferrite [12,25].

II.5. Traitements thermiques des soudures duplex

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

Toutefois, le processus du soudage peut déstabiliser l'équilibre ferrite/austénite dans un joint soudé. Afin de rétablir cet équilibre, l'unique traitement thermique convenable après soudage est l'hypertrempe [1].

Ce traitement permettra l'obtention de joints soudés avec structure homogène (50% de ferrite, 50% de l'austénite), par la diminution de la teneur en ferrite en zone affectée thermiquement et en zone fondue. La température de l'hypertrempe sera de l'ordre de 1050°C pour les nuances sans Molybdène et de 1100°C pour les nuances avec Molybdène [13].

Chapitre III

La fatigue thermique

Lorsqu'un matériau subit localement des variations cycliques de température (chauffage + refroidissement brutal) des gradients de contrainte se forment par contraction ou compression. Ces variations de température engendrent des variations cycliques de contrainte. Des contraintes résiduelles se forment dans l'acier (ou la soudure) et conduisent à la fissuration et à la rupture du composant. Ce phénomène est appelé fatigue thermique **[26]**.

L'endommagement qui se manifeste généralement par l'apparition des réseaux de fissures (faïençage thermique, fissures multiples parallèles) **[26]** se produit dans de nombreuses structures en service, tels que les moules et outillages de mise en forme à haute température, des disques de frein, certains circuits des réacteurs à eau.

III.1. Les contraintes thermiques

De nombreuses pièces industrielles sont soumises à des variations des températures rapides en cours de fonctionnement. Les gradients dans ces pièces entraînent des régimes transitoires et engendrent des contraintes d'origine thermiques **[27]**, formulées par l'équation ci-dessous :

 $\varepsilon_{\text{th}} = \alpha \times \Delta T$ Où :

 α : est le coefficient d'expansion thermique (k⁻¹).

 ε th : est l'expansion thermique (mm/mm).

 ΔT : est la variation de température causant l'expansion.

Les contraintes thermiques peuvent surgir en raison des contraintes externes ou internes. Des contraintes internes peuvent être provoquées par distribution non uniforme de la température. Si les contraintes thermiques surgissent en raison des contraintes internes, le chargement s'appelle : chargement thermique. Si les efforts sont dus aux contraintes externes, le chargement est thermomécanique **[28]**.

La théorie élémentaire des contraintes thermique est bien établie. Des solutions analytiques pour la résolution des problèmes thermiques élastiques dans diverses géométries ont été présentées, par exemple :

Les contraintes thermiques dans un cylindre ou un tube élastique avec la distribution radiale de la température sont données comme suit :

$$\sigma_{r}(r) = \frac{\alpha E}{(1-\nu)r^{2}} \left[\frac{r^{2}-r_{I}^{2}}{r_{o}^{2}-r_{I}^{2}} \int_{r_{I}}^{r_{O}} Tr dr - \int_{r_{I}}^{r} Tr dr \right]$$
$$\sigma_{t}(r) = \frac{\alpha E}{(1-\nu)r^{2}} \left[\frac{r^{2}+r_{I}^{2}}{r_{o}^{2}-r_{I}^{2}} \int_{r_{I}}^{r_{O}} Tr dr + \int_{r_{I}}^{r} Tr dr - Tr^{2} \right],$$

Avec :

 σ : la contrainte radiale (MPa).

 σ_{\cdot} : la contrainte tangentielle (MPa).

 α : coefficient d'expansion linéaire thermique (K⁻¹).

- E: module de Young (GPa).
- v: coefficient de Poisson.

T(r): température (K). r: le rayon (mm). r : le rayon intérieur du tube (mm).

r₀: le rayon extérieur du tube (mm).

III.2. Les contraintes thermiques résiduelles

Additivement aux charges externes, des contraintes résiduelles thermiques ou mécaniques peuvent être présent dans un matériau. Ces contraintes se résultent par plusieurs processus de fabrication (forgeage, laminage, soudage) ou par des traitements thermiques. Il est difficile de mesurer ou modéliser ces contraintes qui sont souvent un facteur inconnu dans la fatigue.

Dans un matériau biphasé tel que les aciers inoxydables duplex, les contraintes résiduelles microscopiques dans les deux phases constitutives peuvent se développer. Ces microcontraintes peuvent résulter de l'inégalité de la limite de déformation plastique ou d'une expansion thermique différente des deux phases. Indépendamment de leur origine, les contraintes résiduelles ont un fort impacte sur le comportement mécanique, particulièrement sur les propriétés de la fatigue du matériau.

La limite de déformation plastique provoque des microcontraintes résiduelles. La contrainte totale dans une phase est la somme de micro et macrocontraintes :

 $\sigma_{\text{phase}} = \sigma_{M} + \sigma_{\mu'}$ D'où :

 σ phase : contrainte moyenne dans une phase.

 σ M : contrainte macroscopique dans une phase.

 σ_{μ} ' : contrainte microscopique dans une phase.

Dans une microstructure orientée aléatoirement, les contraintes microscopiques des phases constitutives sont connexes par l'état d'équilibre suivant :

Va. $\sigma_{\mu\alpha} + V_{\gamma}$. $\sigma_{\mu\gamma} = 0$

Où : V α et V γ sont les fractions volumiques des phases α et γ respectivement.

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

Durant le chauffage, les contraintes dans la phase austénitique sont déplacées vers la compression, et les contraintes de la phase ferritique vers la traction, cela est du à la grande expansion thermique de la phase austénitique. Par contre, durant le refroidissement les contraintes sont inversées **[28].**

III.3. Mécanisme de la fatigue thermique

Le mécanisme de la fatigue thermique est mis en évidence par un diagramme de contrainte-déformation (diagramme de North Cott et Baron). La Figure III.1 illustre le principe de ce mécanisme.

Le point O correspond à l'état de contrainte nulle. Lorsque la surface d'une pièce métallique est soumise à une variation de température pour induire un écoulement plastique alterné. De nouveau, cette pièce sera immobilisée à la température minimale, de sorte que les contraintes développées lors du premier échauffement sont des contraintes de compression

(courbe OAB) **[29]**. Ces contraintes peuvent être élastique (branche OA) pour un échauffement faible, puis plastique pour un échauffement plus intense (branche AB).

A la fin du l'échauffement et pendant la phase du refroidissement des contraintes de contraction sont provoquées (courbe BCD). Ces contraintes se développent rapidement et peuvent être élastique par un refroidissement léger (branche BC), puis plastique pour un refroidissement plus sévère (branche CD).

Quand la déformation plastique se produit, des contraintes thermiques résiduelles de traction apparaissent au cours du refroidissement, tandis que des contraintes thermiques résiduelles de compression apparaissent au cours de l'échauffement.

Signalons que les fissures par fatigue thermique apparaissent durant l'étape de refroidissement grâce aux contraintes résiduelles de traction **[30]**.



Figure III.1 : Mécanisme de la fatigue thermique, diagramme de North Cott et baron [30].

III.4. Endommagement par fatigue thermique

L'endommagement se manifeste principalement par l'apparition et l'intensification des lignes de glissement en surface au cours de cyclage, mais aussi par l'oxydation de la surface.

- Les lignes de glissement

Ces lignes de glissement apparaissent très tôt dans un matériau. Elles sont le signe de l'existence d'une déformation plastique du matériau dans la zone de trempe. Ces lignes sont visibles après 1000 cycles, elles s'intensifient au cours du cyclages ultérieurs.

La phase de glissement double est difficilement observable, car elle se produit simultanément à la croissance des oxydes en surface.

- Oxydation

Cette oxydation va se manifester d'une part par croissance d'une couche d'oxyde, qui va progressivement recouvrir les lignes de glissement, d'autre part par une légère consommation de matière au niveau des imperfections du matériau.

L'occurrence d'un tel phénomène est faible, mais ces défauts, ainsi accentués par l'oxydation, constituent souvent des sites privilégiés d'amorçage en surface [26].

III.5. la fissuration

Les phénomènes de fissuration multiples et de faïençage sont présents tant dans notre environnement de tous les jours que dans le milieu industriel (outils de mise en forme à chaud, disques de freins...). Même si les phénomènes à l'origine de cet endommagement sont variés, ils sont associés à la fatigue thermique.

On appelle réseau de fissures ou faïençage tout ensemble de fissure aux minimums bidirectionnels dans les plans d'observations (en deux dimensions), formant des cellules plus ou moins fermées (**Figure III.2.a**).

Par contre la fissuration multiple, est un ensemble de fissures, globalement prallèlles les unes aux autres, et ne formant des cellules (**Figure III.2.b**) **[26]**.



Figure III.2 : Représentation schématique du faïençage et de fissures multiples [30].

III.5.1.L'amorçage

L'amorçage est défini comme l'apparition d'au moins une fissure détectable en microscope optique.

D'une façon général, l'amorçage ainsi défini est multiple et les premiers fissures détectables ont une longueur en surface d'environ de 100µm.

Il existe deux mécanismes d'amorçage de fissure en fatigue thermique : l'amorçage sous contrainte thermique et l'amorçage par la fragmentation cellulaire de la couche d'oxyde.

- Amorçage sous contrainte thermique cyclique

Quand une surface est soumise à des sollicitations par des échauffements et des refroidissements, des contraintes thermiques changent de signe pour chaque cycle et de même pour leurs composantes tangentielles. Ces composantes tangentielles exercées sur les

plans proches de la surface vont engendrer des déformations d'expansion et de contraction alternées de ces plans **[30]**.

Après un certain nombre de cycle, des bandes de glissement se manifestent comme des irrégularités (intrusions et extrusions) sur la surface sollicitée. Le mécanisme principal de formation des irrégularités superficielles est représenté dans **la Figure III.3**.

La déformation plastique du au cyclage thermique commence par s'accommoder au sein des bandes de glissement, ce qui conduit, par irréversibilité partiel du glissement, à la formation d'intrusions et d'extrusions. Ces intrusions deviennent de plus en plus profondes au cours du cyclage thermique, créant ainsi des zones de concentration de contrainte, sites privilégiés d'amorçage des microfissures.

Les microfissures qui en résultent se propagent ensuite en surface et suivant l'orientation des bandes de glissement [26].



Figure III.3 : Mécanisme d'amorçage des fissures sous contrainte thermique cyclique [30].

- Amorçage par la fragmentation cellulaire de la couche d'oxyde

Ce mécanisme est principalement reposé sur la différence entre les propriétés physiques de la couche d'oxyde et le matériau.

Cette couche d'oxyde se fissure sous l'effet des contraintes thermiques et favorise par corrosion locale l'initiation de la fissure de fatigue thermique dans le métal lui-même.

Généralement, l'oxydation tendra à se localiser préférentiellement aux joints de grains, aux joints de macles et aussi dans les bandes de glissement. Des résultats expérimentaux ont montré que les fissures se sont initiées brusquement grâce à la formation des oxydes, car la majorité des fissures de fatigue sont remplies d'oxydes [31].

III.5.2.la propagation

Les premières fissures apparues commencent à se propager, tandis que de nouvelles apparaissent, ensuit, la formation du réseau implique la coalescence des fissures amorcées. Cette coalescence se fait le plus souvent par création de points triples, et rarement par coalescence de deux fissures droites dans le prolongement l'une dans l'autre **[26]**.

Le réseau constitué continue à se propager, mais uniquement en profondeur, et non plus en surface. Cette propagation en profondeur se traduit par l'ouverture de plus en plus grande des fissures principales du réseau. La croissance des fissures dépend du matériau, de l'environnement et de la sollicitation.

Le mode de propagation peut-être intergranulaire ou transgranulaire. Dans l'un ou l'autre, les fissures d'origine thermique privilégient la propagation à travers les phases durcissantes qui s'agglomèrent aux joints de grains, d'où la prépondérance de l'aspect intergranulaire [30].

La vitesse de propagation des fissures dépond de nombreux paramètres. Le mode de propagation est souvent le premier indicateur de vitesse de propagation :

- La propagation intergranulaire donne en général, lieu à des vitesses de propagation élevées.

- La propagation transgranulaire engendre, quant à elle, des vitesses de propagation les plus faibles **[32]**.

III.6. Le vieillissement thermique des aciers inoxydables duplex

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés des matériaux à des températures proches de la température ambiante. Ce vieillissement ne provoque que des modifications limitées des propriétés (léger durcissement, diminution de la ductilité, diminution de la ténacité) [33].

Le vieillissement thermique des aciers inoxydables duplex provoque le durcissement de la ferrite et la chute de la résistance de la résilience du matériau. Ce derniers est caractérisé principalement par la démixtion de la ferrite en α riche en fer et en α ' riche en chrome. Le phénomène de durcissement de la ferrite est attribué au cisaillement des précipités α ' [10]. La forte friction du réseau dans les zones riches en chrome qui crée sur les dislocations une force de rappel connu sous le nom Peierls-Nabarro. De plus, l'énergie totale du système est augmentée par la création d'interfaces précipités/matrice suite au cisaillement des zones α' .

La différence de paramètre de maille entre les zones α et α' provoque un écart de cohérence entre les deux réseaux cristallins, écart de cohérence qui induit des contraintes internes. Enfin, la différence entre les modules d'élasticité de α' et α est le dernier phénomène durcissant. Etant donné que l'énergie élastique d'une dislocation dépend du module d'élasticité, l'énergie nécessaire pour faire bouger une dislocation dépend de sa position vis-à-vis des phases α' qui sont plus dures que la matrice. Les dislocations vont donc subir une force de rappel qui va provoquer le durcissement du matériau [10].

III.7. Facteurs de la fatigue thermique

Les facteurs de la fatigue thermique peuvent être classés en deux types. Type concernant les conditions de travail de pièces tels que la nature du cyclage thermique et l'environnement, le second type comprend les facteurs propres au matériau tels que les caractéristiques physiques, métallurgiques, géométriques.

III.7.1.La nature de cyclage thermique

III.7.1.1. Les variations de température

L'augmentation de la température moyenne (ou maximale) va engendrer des modifications dans les propriétés métallurgiques d'un matériau. Ceci va provoquer un endommagement rapide et une durée de vie réduite.

Pour des variations de températures élevées, les gradients thermiques résultant sont importants et de même pour les contraintes. Ceci va activer la dégradation du matériau **[29]**.

III.7.1.2. Le temps de maintien

La vitesse de variation de la température et de la durée pendant laquelle l'éprouvette est maintenue à haute température peut modifier de façon sensible le nombre de cycles amenant à la rupture. Si des éprouvettes sont maintenues longtemps à haute température, les effets du fluage et aussi les effets métallurgiques dépendant du temps peuvent se faire sentir. Plusieurs expériences sont réalisées sur un acier inoxydable de type 347 montrent que le nombre de cycles à rupture diminuait lorsque le temps de maintien à haute température augmentait. Touts fois, il y a dispersion considérable dans les résultats et l'interprétation est difficile car plusieurs facteurs sont affectés par l'augmentation des temps de maintien [29].

III.7.2. Facteur d'environnement

La croissance des fissures résultant de la fatigue tend à accélérer dans les environnements agressifs. Les effets de l'environnement sur la croissance des fissures peuvent être divisé en : fatigue-corrosion et la fatigue corrosion sous contrainte **[28]**.

III.7.3. Facteurs thermiques

Pour le choix des matériaux confrontés aux problèmes de la fatigue thermique, on doit tenir compte des grandeurs thermiques, parmi elles on cite :

- 1- La conductivité thermique K : une diminution de la conductivité thermique, provoque une diminution des gradients thermiques générés et donc des contraintes induites [30].
- 2- Le coefficient de dilatation thermique α : Un coefficient de dilatation élevé, engendre la réduction de la durée de vie du matériau, car plus la dilatation est importante et plus la résistance est réduite.

III.7.4. Facteurs mécaniques

Afin d'assurer une bonne tenue à la fatigue, on doit réduire l'amplitude de la déformation plastique induite au cours de cyclage thermique. Cela ce fait par un choix d'un

matériau ayant une limite d'écoulement élevée à toutes températures du cyclage thermique. La résistance à la fatigue thermique est améliorée quand la ductilité peut être augmentée sans diminuer la résistance.

III.7.5. Facteurs géométriques

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

III.7.6. Facteurs métallurgiques

La structure métallurgique est d'une grande importance pour la tenue à la fatigue thermique. Elle comporte des sites préférentiels pour l'amorçage et la croissance des fissures. Le comportement du matériau au cours d'un cyclage thermique, dépend de sa structure initiale et des transformations de phases qui se produisent au cours du cyclage. Les facteurs métallurgiques intervenant dans le comportement en fatigue sont :

- la présence de phases durcissantes sous forme de précipites
- la densité des joints de grains
- la proportion des phases et constituants
- la densité des dislocations
- la morphologie des constituants
- les propriétés mécaniques des constituants

Dans le cas des aciers inoxydables, les structures austénoferritiques et austénitiques possèdent une meilleure résistance à la fissuration que les structures ferritiques et martensitiques. Ceci est due aux propriétés de l'austénite qui s'adapte mieux a l'effet des contraintes par sa plus grande plasticité **[10,32]**.

Dans les soudures en aciers inoxydables, les variations du taux de ferrite aussi bien dans l'acier de base que dans la soudure a une grande influence sur la résistance à la fissuration. Les travaux de KHOUF, de LAZAZI [34,35] sur les soudures austénitiques et de LOUCIF [23] sur les soudures en aciers duplex ont montré que la fraction de la ferrite subit une variation au cours du cyclage thermique. Il faut établir une relation entre cette variation du taux de ferrite et la fissuration.

L'influence des joints de grains comme sites préférentiels d'oxydations n'est pas négligeable aussi. Ceci a pour conséquence, la formation d'oxydes conduisant à des concentrations de contraintes qui favorisent par la suite l'amorçage des fissures **[10,32]**.

Chapitre IV

Techniques expérimentales

IV.1 Matériau de l'étude :

Dans cette étude, nous avons choisi l'acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de désignation ASTM A 790 UNS S 31803 selon la norme ASTM et dont le nom commercial est SAF 2205 (**Figure IV.1**). Ce choix est justifié par les deux raisons suivantes :

- Sa bonne soudabilité.aux basses températures
- Sa bonne résistance à la corrosion a la corrosion aux basses températures

Les échantillons ont été prélevés d'un tube de diamètre de 8 pouces (17.92 cm) et d'une épaisseur de 9.7 mm, fourni par l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (ENGTP) de Réghaia.

Le diagramme d'équilibre de la figure IV.1 Permet de décrire l'état et les transformations de phases depuis l'état liquide à la température ambiante.

- l'acier est à l'état liquide pour une température supérieure à 1480 °C
- dans l'intervalle 1480 et 1460 °C Précipitation de la ferrite δ l'alliage est à l'état (Liquide + ferrite δ)
- à partir de 1460 °C l'acier est solidifié à l'état ferritique δ .
- dans l'intervalle 1460 et 1220 °C, l'acier subit un refroidissement sans changement de composition.
- A partir de 1220 °C l'austénite précipite jusqu'à l'ambiante.

Cette structure mixte (ferrite, austénite) est stable Mais la proportion des deux phases dépend des conditions thermodynamiques et de composition chimique.

- pour une composition chimique de 22% en chrome, 5% en nickel et 3 % en molybdène, la structure est équilibrée avec 50 % de ferrite et 50 % d'austénite.
- Cette proportion peut changer par traitement thermique en fonction de trois paramètres :
 - Température de maintien a chaud entre 1000 et 1350 °C
 - Durée de maintien à chaud
 - Vitesse de refroidissement



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

IV.1.1 Analyse chimique

Des analyses chimiques ont été effectuées au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND), par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X. La composition chimique de l'acier inoxydable duplex 2205 est donnée dans le **Tableau IV**

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

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

Les résultats obtenus dans le **tableau IV.1** sont conformes à ceux indiqués par la norme ASTM (**tableau IV.2**).

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

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

IV.1.2 Caractéristiques mécaniques de l'acier étudié

Les propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex UNS S 31803 sont présentées dans le tableau suivant

Tableau IV.3: Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.

Désignation	Re0.002 (MPa)	Rm (MPa)	A%	KCV daJ/cm ²	HRC
31803	523	677	36	22,5	23

IV.2 Méthode expérimentale

L'objectif de notre étude est de réaliser une caractérisation des soudures en acier inoxydable duplex présentée ci-dessus soumise à des conditions de fatigue thermique. La préparation des soudures et des éprouvettes de résilience ont été réalisées dans une précédente étude par LOUCIF et ABADLI [23]. Nous avons réalisé les travaux suivants :

- essais de résilience.
- préparation métallographique et attaque électrolytique.
- caractérisation structurale par microscopie optique.
- caractérisation structurale par microscopie électronique à balayage.
- analyse quantitative : mesure du taux de ferrite.
- analyse par diffraction RX.
- mesure de dureté des phases.

La réalisation des soudures et la préparation des éprouvettes ont été réalisées au département de l'entreprise G.T.P. de Reghaia.

Les essais de résilience ont été réalisés au laboratoire de l'entreprise GTP de Reghaia

La préparation métallographique et la mesure de microdureté ont été réalisées au laboratoire de métallurgie de l'Ecole nationale Polytechnique.

La caractérisation par microscopie optique a été faite au laboratoire du CREDEG de la SONALGAZ.

La caractérisation par microscopie électronique à balayage à été réalisée au laboratoire de métallurgie de l'Ecole Polytechnique Militaire.

L'analyse par diffraction X a été réalisée au laboratoire du Centre de Recherche Nucléaire d'Alger.

IV.2.1 Réalisation des soudures

IV.2.1.1 Choix des procédés de soudage

Pour notre étude le choix du procédé de soudage est porté sur : les procédés TIG manuel et l'arc électrique avec électrode enrobée. Le procédé TIG est utilisé pour réalisation de la première passe (passe de pénétration). Le procédé à l'arc avec électrode enrobée, il a été utilisé pour réalisation des autres passes (les passes de bourrage et de finition). Le choix de ce procédé est conforme à la norme en raison de la très bonne qualité de la soudure obtenue.

IV.2.1.2 Métal d'apport

Le métal d'apport doit avoir une composition chimique aussi proche que possible de celle de métal de base afin d'assurer une continuité aux niveaux des joints soudés. Le choix de métal d'apport utilisé est selon la norme ASME SECTION IX 2000 : ER2209 pour le procédé TIG sous forme de baguette et l'E2209 pour le procédé à l'arc électrique avec électrode enrobée. La composition chimique du métal d'apport utilisé est présentée dans le **tableau IV.4**:

% massique	С	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	Р	S	Cu	Ν
2209	0.015	0.5	1.3	8.5	3.0	22.5	-	-	-	0.14

En comparant la composition du métal de base à celle du métal d'apport, on remarque que la teneur en Carbone dans le métal d'apport (0.015%) est inférieure à celle du métal de base (0.04%), ce qui minimise le risque de précipitation des carbures de Chrome, alors que le taux de Nickel dans le métal d'apport est plus élevé que dans le métal de base, ceci dans le but de stabiliser l'austénite dans la zone fondue. En ce qui concerne le taux chrome, On constate aussi une légère augmentation dans le métal d'apport par rapport au métal de base pour compenser toute éventuelle perte causée par la volatilisation. On remarque enfin que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables duplex.

IV.2.1.3 Paramètres de soudage

Les paramètres sont choisis en fonction du matériau, des dimensions de l'assemblage et des procédés utilisés. Dans notre cas, les paramètres utilisés sont ceux définis par la norme ASME SECTION IX 2000 et bien précisés par la procédure de soudages présentés en annexe II.

IV.2.1.4 Soudage des tubes

L'opération de soudage a été réalisée avec les étapes suivantes :

1- Tronçonnage du tube : Le tube initial a été tronçonné à froid, avec une scie électrique selon les longueurs suivantes :



Figure IV.2 : Longueur des tubes à souder

2- Préparation des bords : les tubes à souder ont été chanfreinés en V, avec un angle de $75 \pm 5^{\circ}$ et un talon de 1 ± 0.3 mm. Ces chanfreins ont été réalisés à l'aide d'un tour.

3- Nettoyage des bords : les bords ont été nettoyés afin d'éviter toute contamination du bain fondu au cours de l'exécution du soudage.

4- Pointage des tubes à souder : la fixation des bords des tubes à souder a été faite par la réalisation d'un pointage à l'aide de plaquettes distantes et réparties le long du périmètre des tubes. Ce pointage a permi un soudage à position fixe. Les plaquettes seront dessoudées au cours du soudage.

5- Réalisation de la protection à l'envers : cette protection a été réalisée à cause du risque d'oxydation à l'envers du tube.une fente d'un petit diamètre a été faite pour permettre l'accès du gaz protecteur - qui est l'argon – à l'intérieur du tube pendant l'opération de soudage.

6- Réalisation de la première passe (passe de pénétration) : cette passe a été réalisée par le procédé TIG, avec une baguette de diamètre 2.4mm. Après, que cette passe est terminée la protection à l'envers a été enlevée et le cordon a subi un nettoyage à l'aide d'une brosse métallique en acier inoxydable.

7- Contrôle de la température d'interpasses : à l'aide d'un crayon thermochrome. La température d'interpasses doit être aux environs de 150°C.

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

9- Réalisation de la troisième passe (passe de finition) : après contrôle de la température d'interpasses, qui est de 150°C, cette passe a été réalisée avec les mêmes conditions que la deuxième passe, sauf qu'avant l'exécution du soudage, le laitier de la deuxième passe a été enlevé par meulage et le cordon a été nettoyé par brossage.

10-Finition de la soudure : après soudage, le joint soudé a subi un nettoyage pour enlever le laitier par meulage et brossage.

IV.2.2 Tronçonnage des éprouvettes

Avant le tronçonnage, un contrôle radiographique (rayons γ) a été effectué pour s'assurer que les soudures ne présentent aucuns défauts. La lecture du film radiographique, nous a permis de constater que les soudures étaient parfaitement saines et exempts de défauts. Donc les soudures sont de très bonne qualité et le tronçonnage peut se faire à n'importe qu'elle région des cordons.

Le tronçonnage a été réalisé de la manière suivante:

1/ à l'aide d'une tronçonneuse, chaque tube soudé a été coupé dans le sens longitudinal, pour obtenir deux demi-cylindres, comme montré dans la **figure IV.3**.



Figure IV.3 : Tronçonnage de tube en deux

2/ Chaque demi-tube a été tronçonné à froid en plusieurs éprouvettes à l'aide d'une scie électrique, selon le schéma suivant :



Figure IV.4 : Schéma de tronçonnage des éprouvettes

IV.2.3 Usinage des éprouvettes

Après l'opération de tronçonnage, les éprouvettes ont été usinées à l'aide d'une fraiseuse afin de réaliser des éprouvettes de résilience dont les entailles ont été réalisées dans les zones fondues. La localisation de ces éprouvettes est montrée dans la **figure IV.5**.



Figure IV.5 : Localisation des éprouvettes de résilience

IV.3 Essais de fatigue thermique

IV.3.1 Dispositif de fatigue thermique

Les essais de fatigue thermique sont effectués sur un banc de fatigue thermique, qui a été conçu et réalisé au sein du Laboratoire de Métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique. Ce dispositif permet une simulation assez réaliste des conditions de fonctionnement en service, et ceci par le contrôle des différents paramètres du cyclage thermique (température maximale, température minimale, temps de chauffage et temps de refroidissement). Les éprouvettes sont soumises a des cycles chauffage a une température de 320 °C pendant 236 s et trempe dans un bain d'eau pendant 2 s La température minimale de l'éprouvette atteint 45 °C. L'essai a été réalisé jusqu'à 3000 cycles. Le dispositif de fatigue thermique utilisé et son fonctionnement sont présentés dans l'annexe IV. Le cycle thermique choisi dans cette étude est présenté dans la Figure IV.6.



IV.6 : Forme du cycle thermique

IV.4 Méthodes de caractérisation

IV.4.1. Caractérisation structurale

IV.4.1.1. Préparation des échantillons

Pour l'analyse structurale, en microscopie optique et électronique, nous avons préparé les échantillons par polissage au papier abrasif de granulométrie décroissante (papier de 120, 220, 300, 400, 600, 1000 et 1200 sous lubrification d'eau, ce processus est achevé par un polissage de finition sur papier feutre avec de la pâte diamantée de granulométries décroissantes (6 μ m, 3 μ m, 1 μ m).

IV.4.1.2. Attaque métallographique

L'analyse métallographique nécessite une bonne préparation des surfaces par polissage suivi d'une attaque appropriée afin de révéler les joints des grains, et de différencier entre les phases existantes. On a réalisé, sur nos échantillons, deux attaques, la première chimique et la seconde électrolytique.

IV.4.1.2.1 Attaque chimique

L'attaque chimique provoque une dissolution différentielle des phases suivant leur nature et leur composition. Dans notre étude, on a utilisé comme réactif le Glycérégia, ce dernier permet de révéler les joints de grains ferritiques et austénitiques, les interfaces, les joints de macles, la précipitation des phases intermétalliques et la morphologie de la structure.

IV.4.1.2.2 Attaque électrolytique

L'appareillage utilisé se compose d'un bêcher contenant l'électrolyte. D'une alimentation en courant continue. L'échantillon est relié à la borne + du générateur en position d'anode.La cathode en acier inoxydable est reliée à la borne – du générateur. Dans cette étude nous avons pratiqué deux attaques électrolytiques. Attaque avec une solution de KOH et avec une solution d'acide oxalique. Les paramètres utilisés dans l'opération d'attaque sont représentés dans le **Tableau IV.6**. La cellule électrolytique est schématisée dans la **Figure IV.8**.

Type de solution		Composition et paramètres
Chimique	Gleceregia	10 ml HNO3 20 ml HCL 30 ml Glycérol Temps : 3mn
Electrolytique	КОН	Concentration : 10N (56 g de KOH, 100 ml H2O) Tension : 3 V Temps : quelques secondes
	Acide oxalique	Concentration 10 % Tension 5V Temps 30 s

Tableau IV.5 : Description des solutions d'attaque utilisées





IV.4.1.3. Observation microscopique

L'observation des microstructures a été effectuée au GREDEG (centre de recherche et de développement de l'électricité et de gaz) SONALGAZ, à l'aide d'un microscope optique type

OLYMPUS BX51M muni d'une caméra numérique avec logiciel (ANALYSIS), ce qui facilite la sauvegarde des micrographies obtenues. On a pris les microstructures des différentes régions du joint soudé : zone fondue, zone de liaison, zone affectée thermiquement ainsi que du métal de base de nos échantillons.

IV.4.1.4. Traitement et analyse d'image : calcul du taux de ferrite

La technique de traitement d'image a pour but de quantifier la phase ferritique. Pour cela on a choisi aléatoirement cinq micrographies de chaque zone comme illustré sur la **Figure IV.8**. On a utilisé pour quantifier le taux de ferrite les micrographies obtenues à partir de l'attaque électrolytique car cette attaque permet de colorer différemment les phases existantes. Le logiciel utilisé dans notre étude est le logiciel **Image J** (**Figure IV.9**). Ainsi, dans l'image initiale les deux

phases ($\delta e \gamma$) apparaissent en couleurs différentes, ensuite, après transformations, elles apparaissent en nuances de gris, enfin et en ajustant la luminosité et le contraste de l'image transformée, on obtient une image finale binaire où apparaît la phase ferritique en une couleur noire et le reste en blanc. Toutes ces étapes sont illustrées dans la **Figure IV.10**.on a calculé le taux de ferrite en fonction de nombre de cycle dans les trois zones de la soudure (MB, ZAT, ZF).



Figure IV.8 : Schéma du prélèvement aléatoire pour traitement d'image



Figure IV.9 : Logiciel d'analyse et traitement d'image



Figure IV.10 : Les étapes utilisées pour le traitement d'image : (a) L'image initiale non, (b) image transformée en nuances de gris (c) image finale binaire.

(c)

IV.4.1.5 Observation par microscopie électronique à balayage

Pour affiner l'investigation des microstructures et confirmer les résultats obtenus par microscopie optique, on a été appelé à utiliser la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) investigation réalisée au laboratoire de l'Ecole Polytechnique Militaire, le microscope électronique utilisé est de type JEOL JSM- 6360 LV en utilisant le signal produit par l'émission d'électrons secondaires qui sont sensibles au micro relief de la surface optique (**Figure IV.8**). Il est couplé à un système de microanalyse (EDX). Les échantillons doivent présenter une conductibilité superficielle de l'électricité pour écouler les charges.

IV.4.1.6. Analyse ponctuelle par EDX

Pour identifier les différentes phases existantes, nous avons utilisé l'analyse ponctuelle par EDX (pour Energy Dispersive X-ray). 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, en général du Silicium dopé au Lithium (Si (Li)).



Figure IV.11. : Interaction électron/matière

Ce détecteur est soumis à une tension de prépolarisation. Lorsqu'un photon X pénètre dans le détecteur, il engendre des défauts (paires électron/trou) qui permettent le passage d'un courant électrique. Ce courant est une impulsion électrique. Plus un photon a de l'énergie, plus il crée des défauts dans le Si(Li), donc plus l'impulsion générée sera forte. La hauteur de l'impulsion est proportionnelle au nombre du photon, on peut ainsi immédiatement savoir de quel photon il s'agit. Après, il suffit de compter le nombre d'impulsions d'une hauteur donnée pour savoir le nombre de photons d'une énergie que le détecteur a reçu. Il est alors possible de stopper le balayage et donc d'analyser en un point de l'image de son choix. Le détecteur détermine l'énergie des photons qu'il reçoit, on tracera ensuite un histogramme avec en abscisse les énergies des photons et en ordonnée le nombre de photons reçus. L'interprétation des spectres est facilitée par une base de données qui contient pour chaque élément les énergies et les intensités des raies qu'il produit. Il est possible de faire apparaître pour chaque énergie du spectre la liste des éléments qui possèdent une raie dans ce domaine énergétique.

IV.4.1.7. Diffraction des rayons X

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule. Ils sont accélérés par un champ électrique créé par une différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par la cible (l'échantillon). Cette technique consiste à soumettre l'échantillon à un faisceau de rayons X, et à récupérer le signal diffracté par les atomes qui forment les plans cristallins (hkl) à chaque fois que la loi de BRAGG est vérifiée :

 $n\lambda = 2d \sin \theta$

- *n* : ordre de la diffraction.
- λ : longueur d'onde du faisceau de rayon X.
- *d* : distance interréticulaires.
- θ : angle de diffraction..

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est à dire que la différence de marche (**Figure IV.12**) des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de **rayons X** est dévié est égal à l'angle d'incidence θ et est caractéristique de la distance interplanaire ou interréticulaire **d**. Si l'on connaît la longueur d'onde du faisceau de **rayons X**, on peut mesurer à partir de l'angle θ l'équidistance **d** et ainsi identifier la structure du cristal.



Figure IV.12 : Géométrie de la diffraction de Bragg.

V.4.2. Caractérisation mécanique

Dans notre étude, nous avons réalisé des essais de résilience et des mesures de microdurté

IV.4.2.1. Essai de résilience

La résilience caractérise la capacité d'un matériau à absorber les chocs sans se rompre. L'essai consiste à rompre d'un seul coup de mouton pendule (Charpy) (**Figure IV.13**), une éprouvette entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis. On détermine l'énergie absorbée dont en déduit la résilience. La résilience est l'énergie de rupture exprime en joules/cm².

Résilience = énergie absorbée par la rupture W (joules)/ section au droite de l'entaille (cm^2)



Figure IV.13 : Schéma illustratif du mouton Charpy [5].

L'essai de résilience se fait sur le cordon de soudure appelé zone fondue.

IV.4.2.3. Essai de microdureté

L'essai de microdureté consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. Les duretés des phases ferritique et austénitique ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases. Les mesures de microdureté ont été effectuées avec une charge de 50g avec un microduromètre de marque BUEHLER Micromet. Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l'austénite dans la zone affectée thermiquement et dans le métal de base et dans la zone fondue. Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes de résilience avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.

Chapitre V

Résultats et interprétations

L'acier inoxydable duplex à une bonne soudabilité aux basses températures et dans des milieux de corrosion qui peuvent provoquer la dégradation des soudures austénitiques et ferritiques. Pour les installations ou les composants fonctionnant à haute température ou dans des conditions d'un cyclage thermique, le comportement des soudures change car d'autres facteurs liés à la température ou au cyclage thermique interviennent.

La température peut provoquer des transformations de phases, un grossissement du grain et la modification de la configuration des dislocations.

Le cyclage thermique, par le développement des contraintes thermiques et par l'effet des maintiens à chaud, engendrent une modification de la structure et surtout une fissuration qui peut provoquer la rupture.

L'objet de nos travaux est de déterminer les effets du cyclage thermique sur la structure de la soudure, sur la résistance aux chocs et sur la fissuration de la soudure.

V.1. Présentations des résultats

V.1.1.- Evolution de la structure de la soudure

Pour étudier l'évolution de la structure d'une soudure en condition de fatigue thermique d'un acier inoxydable duplex UNS S31803, nous avons effectués des observations micrographiques au microscope optique ainsi qu'au microscope électronique à balayage sur les éprouvettes qui ont subit respectivement 100, 500, 1000, 1500, 2000, 2500 et 3000 cycles.

V.1.1.1. Structure de l'état initial

1 – Structure de l'acier :

L'acier étudié est un acier de laminage. Sa structure est constituée de grains de ferrite et d'austénite allongée selon la direction de laminage. La ferrite et l'austénite forment des bandes parallèles alternées (**Figure V.1**). Les interfaces ferrite / austénite sont très visibles (**Figure V.2**). Le taux moyen de ferrite est de 50.1



Figure V.1. Structure de l'acier



Figure V.2. Structure de l'acier : forme des grains

Nous avons réalisé une analyse chimique ponctuelle dans les deux phases ferrite et austénite pour connaître la répartition des éléments importants alphagénes et gammagénes. Les résultats de l'analyse sont donnés dans le tableau suivant :

Tubleuu VII . Reput tition des clements entre la territe et l'austeinte								
Elément	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Si (%)	Fe (%)			
α	21.71	4.00	3.91	0.79	64.89			
γ	20.04	7.00	1.82	0.54	70.60			

Tableau V.1 : Répartition des éléments entre la ferrite et l'austénite

Ce résultat confirme la localisation des éléments alphagénes (Cr, Mo, Si) dans la ferrite et les éléments gammagénes (Ni) dans l'austénite.

2 - Structure de la soudure :

La soudure présente trois zones : le métal de base MB, la zone affectée thermiquement ZAT et la zone fondue ZF. La zone fondue et la zone affectée sont séparées par un domaine très étroit qui est la zone de liaison ZL. Dans la **figure V.3** nous constatons la structure des trois zones.


Figure V.3 : Structure globale des trois zones principales de soudage

Chaque zone est constituée des deux phases ferrite et austénite. Elles se distinguent par la morphologie des phases. Le métal de base possède une structure identique à celle de l'acier non soudé présenté dans la figure V.1.La zone affectée ZAT possède une structure granulaire différente de celle du métal de base. Les grains de ferrite et d'austénite ont une forme équiaxe régulière. La ZAT a subit une recristallisation qui a fait disparaître la structure de laminage et un grossissement du grain. Nous pouvons déduire que les températures atteintes dans cette zone sont importantes. La zone fondue présente une structure typique qui a la forme d'une structure de solidification. La ferrite est sous forme de dendrites et l'austénite occupe les espaces interdendritiques. Les dendrites ferritiques ont des tailles variables et sont orientés de manière dans différentes directions (**Figures V.4** et **V.5**).



Figure V. 4. Structure de la zone affectée thermiquement



Figure V. 5 : Structure de la zone fondue

V.1.1.2. Effets du cyclage thermique sur la structure

1- Structure du métal de base :

L'étude des échantillons jusqu'à 3000 cycles montre que le métal de base conserve sa structure initiale caractérisé par une structure en bande composée de grains d'austénite et de ferrite allongés dans la direction de laminage. Les figures V.6, V.7, V8, V.9 présentent les micrographies optiques du métal de base pour 100, 1000, 1500, 2500, 3000 cycles. Le soudage n'a pas affecté la structure de cette zone. Ceci permet de confirmer que la température atteinte dans cette zone n'est pas suffisante pour provoquer la modification de la structure.



Figure V.6: Micrographie optique de métal de base pour 100 cycles

Figure V.7: Micrographie optique de métal de base pour 1500 cycles



Figure V.8: Micrographie optique de métal de base pour 2500 cycles

Figure V.9 : Micrographie optique de métal de base pour 3000 cycles

2- Structure de la zone affectée thermiquement

La ZAT est caractérisée par une structure granulaire de recristallisation des deux phases plus ou moins grossière. On constate la disparition de la structure en bande et l'apparition d'une zone de liaison (la frontière) entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue (figure V.15). Les figures V.10, V.11, V.12, V.13 présentent la microscopie optique de la ZAT pour 100, 1000, 2500, 3000 cycles respectivement, tandis que la figure V.14 montre la microscopie électronique de la zone affectée thermique. La taille et la forme des grains ne varient pas, l'austénite se trouve sous forme de grains polyédriques ou dans les joints de la ferrite.





Figure V.12: Micrographie optique de la ZAT pour 2500 cycles

Figure V.13: Micrographie optique de la ZAT pour 3000 cycles



Figure V.14 : Micrographie électronique de la ZAT aprés1000 cycles.



Figure V.15 : Structure de la soudure après 2500 cycles.

3- Structure de la zone fondue

La zone fondue est caractérisée par une structure biphasée (austénite et ferrite) aciculaire de type Wedmanstatten. L'austénite se trouve dans les zones interdendritiques de la ferrite. Les dendrites se présentent en plusieurs directions avec des tailles différentes. Les figures V.16, V.17, V.18, V.19 montrent l'état structural de la zone fondue pour 100, 1000, 2500, 3000 cycles respectivement. On constate que la morphologie des deux phases n'a été modifiée par le cyclage thermique. Les figures V.20, V.21 présentent la microscopie électronique après 100 et 1500 cycles respectivement.



Figure V.16: Micrographie de la ZF pour 100 cycles

Figure V.17: Micrographie optique de la ZF pour 1000 cycles





Figure V.19: Micrographie optique de la ZF pour 3000 cycles



Figure V.20 : Structure de la ZF aprés100 cycles



Figure V.21 : Structure de la zone fondue après 1500 cycles

V. .1.1.3. Résultats de la diffraction X

Les figures V.22, V.23 montrent les diffractogrammes de deux échantillons après cyclage thermique (pour 1000, 3000 cycle respectivement). Sur ces diffractogrammes, on constate la présence des pics de ferrite et d'austénite qui sont les deux phases constituant l'alliage. L'analyse a été effectuée dans le métal de base et la zone affectée thermiquement. Les Pics identifiés sont :

- Pour l'austénite

(111) (200) (220) (311)

- Pour la ferrite

(110) (200) (211)

On peut constater l'absence de précipitation de carbures ou de la phase σ . D'autre part, nous constatons que la structure biphasée n'a pas subit de modification.



Figure V.22: Diagramme RX après 1000 cycles



Figure V.23: Diagramme RX après 3000 cycles.

 $1: \gamma(111); 2: \alpha(110); 3: \gamma(200); 4: \alpha(200); 5: \gamma(220); 6: \alpha(211); 7: \gamma(311)$

V.1.1.4. Taux de ferrite :

En calculons le taux de ferrite dans les trois principales zones de la soudure (attaque électrolytique au KOH, voir Tableau), on constate que le taux de ferrite diffère d'une zone à une autre. Le taux le plus élevé est dans la zone fondue, puis la zone affectée thermiquement et en fin le métal de base avec une valeur de $50,02\% \alpha$.

1- Métal de base

L'évolution de taux de ferrite pour le métal de base au cours de cyclage thermique est tracée dans la figure V.24, on se basant sur cette figure, on constate que le taux de ferrite diminue continument quand le nombre de cycle augmente. A partir de 500 cycles, le taux de ferrite décroit pour atteindre une valeur de 6% quant les 3000 cycles sont atteintes.



Figure V.24 : Variation du taux de ferrite dans le MB

2 - La zone affectée thermiquement

On remarque tout d'abord, que le taux de ferrite dans la ZAT pour 0 cycle est plus élevé que celui du métal de base à cause des conditions de soudage et de refroidissement. D'après la figure V.25, le taux de ferrite décroit pour atteindre une valeur de 9,61% lorsque le nombre de cycle atteint 3000 cycles.



Figure V.25 Variation du taux de ferrite dans la ZAT

3 - La zone fondue

Le taux de ferrite dans la zone fondue à 0 cycle est de l'ordre de 56%, cette valeur est supérieur à celle de métal de base et de la ZAT, cela est du aux conditions de soudage. La figure V.26 donne l'évolution de taux de ferrite en fonction de nombre de cycles. D'après cette figure, on remarque que le taux de ferrite diminue rapidement pour atteindre une valeur de 12,20% lorsque les 3000 cycles sont atteints.



Figure V.26 : Variation du taux de ferrite dans la zone fondue

V.1.2 – Durcissement de la structure

La figure V.27 présente la variation de la microdureté des deux phases ferrite et austénite en fonction de nombre de cycles. Les mesures ont été réalisées dans le métal de base et dans la zone fondue. Nous avons constaté que les duretés des deux phases sont identiques dans les deux zones. D'après cette courbe, l'augmentation de la dureté se produit dans les deux phases mais elle est plus marquée dans la ferrite car la phase austénitique n'a pas subit des transformations structurales.



Figure V.27: Durcissement de la ferrite et de l'austénite

V.1.3.Fissuration par fatigue thermique

La sensibilité à la fissuration est différente dans les trois zones (métal de base, la zone affectée thermiquement, la zone fondue), vu leurs différentes caractéristiques telles que : la microstructure, la sensibilité à la fragilisation ainsi que l'historique thermique. Cette sensibilité est différente aussi pour les deux phases. La ferrite étant moins plastique que l'austénite.

V.1.3.1.Fissuration dans le métal de base

L'observation à la microscopie électronique nous a permis de déceler les microfissures qui se développent au cours de cyclage thermique.



Figure V.28 : Structure du métal de base pour 100 cycles

Ces microfissures sont de type intergranulaire (aux niveaux de joints de grains) ou des interfaces, elles se forment entre les joints de grains ferritiques et austénitiques et suit le chemin de l'interface α/γ . Les figures V.28, V.29 présentent la microscopie électronique de l'évolution de la fissure dans le métal de base pour 100, 3000 cycles respectivement.



Figure V.29 : Structure du métal de base après 3000 cycles

V.1.3.2.Fissuration dans la zone affectée thermiquement

Dans la zone affectée thermiquement, les microfissures se développent au cours du cyclage thermique. Les figures V.30, V.31, V.32, V.33 montrent l'état de la ZAT après 100, 1000, 1500, 3000 cycles respectivement. Les microfissures formées aux interfaces sont remplies d'oxydes et

s'arrangent en réseau sous forme d'un faïençage thermique (Figure V.32). Dans la figure V.33, on constate une décohésion des joints de grains.



V.1.3.3.Fissuration dans la zone fondue

D'après la microscopie électronique de cette zone, on constate la présence des microfissures intergranulaires à 1500 cycles, qui deviennent plus importantes à 3000 cycles. A 3000 cycles, on remarque la présence d'un réseau de fissures (faïençage thermique). Les figures V.31, V.32, V.33 montrent la microscopie électronique de la zone fondue pour 1000, 1500, 3000 cycles respectivement.



Figure V.34: Micrographie électronique de la ZF pour 1000 cycles



V.1.4.- Oxydation des fissures

Au cours du cyclage thermique entre 320 et 45 °C, Les microfissures formées subissent une oxydation. Celle-ci se traduit par la formation d'oxydes complexes et fragiles dans les joints. Nous avons réalisé une analyse chimique ponctuelle dans les joints fissurés (voir annexe V).Cette analyse montre que le taux d'oxygène atteint les 6 %. Les figures V.37 et V.38 montrent l'état d'une fissure dans la zone affectée thermiquement.



Figure V.37 Oxydation des interfaces Austénite/Ferrite



Figure V.38 Oxydation des interfaces Austénite/Ferrite

V.1.5. Evolution de La résistance aux chocs

La figure V.36 montre l'effet du cyclage thermique sur la résilience de la soudure. On constate qu'à l'état initial, la résilience est de l'ordre de 15 daJ/cm². Jusqu'a 500 cycles, la résilience ne change pas et après elle décroît considérablement pour atteindre 5 daJ/cm². C'est une baisse considérable de la résistance de la soudure. Elle atteint 67 %



Figure V.39 : Effets du cyclage thermique sur la résilience de la soudure

V.2.- Interprétation des résultats

Les résultats obtenus montrent que la soudure, au cours d'un cyclage thermique subit des modifications dans sa structure (par l'abaissement du taux de ferrite) dans ses propriétés mécaniques (chute de la résilience) et subit une fissuration et une oxydation importante.

V.2.1. Structure de la soudure

Les résultats obtenus après soudage et essai de thermique montrent l'absence de toutes précipitations des phases intermétalliques et des carbures dans toutes les zones (métal de base, zone affectée thermiquement, la zone fondue), et toutes les zones conservent la structure initiale. Cela est dû à la faible température de cyclage thermique (320° C). D'après la Courbe TTT des alliages l'UNS S 31803 (Figure I.10), à cette température les précipités α ' et G peuvent se former dans la ferrite, mais ces précipités ne sont pas détectables par les méthodes utilisées (microscopie optique, MEB, rayons X) à cause de leurs petites tailles et de leur dispersion.

V.2.2. taux de ferrite

Au cours de cyclage thermique, le taux de ferrite subit une diminution dans les trois zones de la manière suivante.

- > Dans le métal de base le taux de ferrite diminue de 6%.
- > Dans la zone affectée thermiquement, le taux de ferrite chute de 9.61%.
- Dans la zone fondue, le taux de ferrite diminue de 12.20%.

L'abaissement du taux de ferrite est du a une transformation de la ferrite en alpha prime. Résultat confirmé par le durcissement important de cette phase qui est dure et fragile. Car la précipitation se fait localement dans les grains ferritiques

La formation ou la précipitation de la phase α ' lors du maintien à chaud au cours de cyclage par transformation de la ferrite. Cette précipitation résulte du phénomène de démixtion de la solution Fe-Cr qui se produit dans l'intervalle 250-500 °C

V.2.3. la dureté des phases

On peut interpréter le durcissement important de la ferrite dans la soudure par deux causes :

- la précipitation de α ' riche en chrome, dure et fragile au sein de la ferrite en plus du durcissement provoqué par la formation des contraintes thermiques. Cette précipitation est la cause de la fragilisation de la ferrite et du vieillissement de l'acier. La mise en évidence de cette précipitation se fait de manière indirecte par la mesure de la dureté de la ferrite.
- la formation et le développement des contraintes thermiques qui sont mesurables par technique de diffractométrie

Le durcissement de l'austénite est du uniquement aux contraintes thermiques développées car à ce niveau de température, il n'y a pas de transformation structurale.

V.2.4. La fissuration

L'apparition et le développement des microfissures au cours de cyclage thermique sont observées dans la structure des aciers inoxydables duplex soudée. La fissuration est due aux contraintes thermiques résiduelles qui sont provoquées par le gradient thermique du cyclage, et la différence entre les coefficients d'expansion thermique entre les deux phases austénitique et ferritique.

Ces contraintes engendrent la décohésion des joints de grains, ce phénomène va être la cause de l'amorçage des microfissures. La fissuration est de type intergranulaire. Une fois les microfissures amorcées, elles vont être le siège du phénomène d'oxydation.

En comparant les microfissures de la zone affectée thermiquement et la zone fondue à 3000 cycles, on constate que les microfissures de la zone fondue sont beaucoup plus importantes que ceux de la zone affectée thermique. Cela est dû à la structure aciculaire de la zone fondue qui présente une densité de joints et d'interface beaucoup plus importante que dans la zone affectée thermiquement et de ce fait, cette zone est plus sensible à la fissuration. La présence du réseau de faïençage thermique présenté dans les figures V.29 et V.33 est due à la nature biaxiale des contraintes thermiques.

V.2.5. La résilience

Concernant les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex, Les résultats obtenus montrent la présence d'une chute importante de la résilience du matériau. Ces résultats indiquent que la structure a subi une fragilisation considérable. L'origine de cette fragilisation est liée à plusieurs facteurs:

- le rôle important des contraintes thermiques résiduelles qui plastifie la structure et conduit à l'amorçage et à la propagation de la fissuration intergranulaire.

- le vieillissement de la ferrite par la précipitation d'une phase dure et fragile.

- l'oxydation des fissures qui fragilise la cohésion de la soudure.

Ces phénomènes sont plus importants dans la zone fondue et dans la zone affectée. Ces deux zones vont être les endroits de l'endommagement par corrosion et par fatigue plus que l'acier duplex.

Conclusion Générale

L'utilisation de l'acier inoxydable duplex comme solution de substitution aux aciers austénitiques, ferritiques et martensitiques se confirme dans les secteurs de l'industrie ou les phénomènes de corrosion et de fatigue posent de sérieuses préoccupations pour les spécialistes. Parmi les domaines concernés, nous citons

- l'industrie pétrolière
- l'industrie militaire
- l'industrie chimique

L'acier inoxydable duplex se distingue, à cause de sa structure, par sa meilleure tenue à la corrosion et à la fatigue. Il possède une bonne soudabilité. Ces propriétés sont valables aux basses températures. En effet, pour une température supérieure à 300 °C, l'acier devient le siège de précipitations de phases fragilisantes et dure (carbure de chrome, α' , σ et γ_2).

La tenue de la soudure duplex à la température de 300 °C et sous un cyclage thermique à cette température intéresse les spécialistes et les utilisateurs pour la conception de composants soudés travaillant a chaud.

L'objectif de nos travaux est d'approfondir les travaux déjà entamés par ABADLI et LOUCIF sur la tenue de la soudure en conditions de fatigue thermique.

Les résultats obtenus montrent que dans les conditions de l'essai de fatigue, la dégradation de la soudure est avancée. La soudure perd son caractère de résistance à la corrosion par oxydation et de résistance mécanique par fissuration. Ces résultats limitent l'emploi de la soudure.

Pour compléter ce travail, il sera intéressant de faire des études suivantes

1- sur le plan expérimental :

- mise en évidence de la précipitation de la phase α^\prime et de son effet exact sur le durcissement

- mesure des contraintes résiduelles
- analyse structurale poussée (diffraction X)
- étude quantitative de la fissuration
- 2- étude de modélisation qui complétera l'étude expérimentale
 - transformations structurales sous contrainte thermique
 - fissuration sous contrainte thermique

Références bibliographiques

Références bibliographiques

[1] P.J.Cunat

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

[2] M.Colombie et coll

Matériaux métalliques, DUNOD Paris, 2000.

[3] J. Barralis, G. Mader

Précis de Métallurgie, élaboration, structures- propriétés et normalisation.

[4] J. Barralis, G. Mader

Métallurgie, tome 2, alliage ferreux, 1983.

[5] P.Lacombe, B.Baroux

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

[6] G.David

Les aciers inoxydables, propriétés, mise en œuvre, emploi et norme, Technique et documentation, Paris 1990.

[7] C. Bonnet

Le soudage, Métallurgie et produit.

[8] Fiche d'information des aciers inoxydable.

[9] P.Lefèvre, M.Poupard, L.Primot, Y.Vendeville, A.Vieu

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

[10] V. Calonne

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

[11] A. Desestret, R. Mayoud

Les aciers inoxydables austéno- ferritiques et la fabrication d'appareils en aciers austéno- ferritiques, Revue de Métallurgie, 1984.

[12] R. N. Gunn

Duplex stainless steels, 2000.

[13] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger

Les aciers inoxydables, Editions physique, 1990.

[14] I. Zucato, M. C. Moreira, I. F. Machado, S. M. Giampietri Lebao

Microstructural charactrization and the effect of phase tranformation on Toughness of the UNS S 31803 Duplex stailess steels aged treated at 850°c, Material recherch, 2002.

[15] P. J. Cunat

Propriétés, Résistance à la corrosion, Technique de l'ingénieur, M 4541, 2000.

[16] W. C. Kovach

High perfermance stainless steels, Technical Marketing Ressources.

[17] P. G. Cunat

Mise en œuvre des aciers inoxydables, Technique de l'ingénieur, M 4544, 2000.

[18] F. Delattre

Le soudage des aciers inoxydables, Dunod Paris, 1969.

[19] Welding of stainless steels, Euro Inox, Paris, 1998.

[20] R. Raus, W. Chapeau Raus

Application du soudage aux constructions, Paris 1979.

[21] H. Gonjon

Bases métallurgiques, Publication de la soudure Hotogéne, 1995.

[22] Dr. C. P. Chen

Investigation laser beam welded duplex stainless steels, 2001.

[23] A. Loucif

Comportement en condition de fatigue thermique d'une soudure en aciers inoxydables duplex 2205, Thèse de Magistère, Ecole National Polytechnique, Alger, 2006.

[24] S. S. M. Tavares, V. F. Terra, J. M. Pardal, M. P. Cinda Fonseca

Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steels UNS S 31803, Journal of materials science, 2005.

[25] T. A. Palmer, J. W. Elemerand Jeo Wong

In situ observations of ferrite- austenite transformations in duplex stainless steels weldements using synchrotron radiation, Science an Technology of welding and joining, 2002.

[26] V. Maillo

Amorçage et propagation de réseaux de fissures de fatigue dans un acier inoxydable austénitique type 304L, Thèse de doctorat, Ecole central de LILLE, 2003.

[27] Fatigue sollicitation thermique, Journées organisées par la commission de fatigue de la société Française de Métallurgie et de métaux.

[28] I. Virkkunen

Thernal fatigue of austenitic and duplex stainless steel, These of doctor of science, Helsinki University of Technology, 2001.

[29] S.S.Manson

Les contraintes d'origine thermique, edition Dunod, Paris, 1967.

[30] M. E. Djeghlal

Contribution à l'étude du comportement en fatigue et en choc thermique d'une fonte à graphite sphéroïdale en fonction de la structure de la matrice et élément d'alliages, Thèse de magister, USTHB, Alger, 1990.

[31] C. Bathias, J. P. Bailon

La fatigue des matériaux et des structures, Maloine S. A éditeur Paris, 1980.

[32] F. Alexander

Aspect probabilistes et microstructuraux de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage INCO 718, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2004.

[33] M. Trimbach

Vieillissement des aciers, Technique de l'ingénieur, M 235, MB3.

[34] K. LAZAZI

Comportement en conditions de fatigue thermique de l'acier inoxydable austénitique 304 soudé par procède TIG, thèse de Magister, Ecole Nationale Polytechnique, 2008.

[35] S. KHOUF

Etude de comportement d'une soudure sur acier inoxydable austénitique type 18/8 (A 312 TP 304) en fatigue thermique, memoire de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, Juin 2001.

Annexes

1. Les aciers inoxydables martensitiques

Ils contiennent de 12 à 18% de chrome avec une addition de 1 à 4% de nickel et une teneur en carbone d'autant plus forte varie de 0,1 à 1,2%, afin de conserver une transformation complète en austénite à haute température.

Ces aciers sont utilisés à l'état trempé et revenu et sont essentiellement choisis en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques alliés à une résistance à la corrosion relativement élevée. Les principaux aciers martensitiques sont représentés dans **le Tableau 1**

Norme		С	Mn	Si	S	Р	Cr	Autres
AISI	AFNOR		max	Max	Max	Max		
403	Z8C13	< 0,15	1,00	0,50	0,030	0,040	11,5/13	_
410	Z12C13	< 0,15	1,00	1,00	0,030	0,040	11,5/13	-
414	_	< 0,15	1,00	1,00	0,030	0,040	11,5/13	Ni : 1,25/2,50
416	Z12CF13	< 0,15	1,25	1,00	0,15	> 0,060	12/14	Zr, Mo<0,60
420	Z20C13	< 0,15	1,00	1,00	0,030	0,040	12/14	_
431	_	< 0,20	1,00	1,00	0,030	0,040	15/17	Ni : 1,25/2,50
440A	-	0,60/0,75	1,00	1,00	0,030	0,040	16/18	Mo<0,75
440B	-	0,75/0,95	1,00	1,00	0,030	0,040	16/18	-
440L	Z100CD17	0,95/1,2	1,00	1,00	0,030	0,040	16/18	Mo<0,75

 Tableau 1 : Composition chimique des principaux aciers inoxydables martensitiques

2. Les aciers inoxydables ferritiques

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

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

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

Tableau 2 : Composition chimique des principaux aciers inoxydables ferritiques

3. Les aciers inoxydables austénitiques

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

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

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

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

Tableau 3 : principaux aciers inoxydables austénitiques

N	ORME	С	Ni	Cr	Мо	Autres
AISI	AFNOR	Max				
304L	Z2CN18 10	0,030	9/11	17/19	_	-
304	Z6CN18 09	0,07	8/10	17/19	_	_
321	Z6CNT18 11	0,08	10/12	17/19	-	5C < Ti < 0,6
347	Z6CNTb18 11	0,08	10/12	17/19	-	10C < Nb + Ta< 1
316L	Z2CND17 12	0,030	11/13	16/18	2/2,5	_
316	Z6CND17 11	0,07	10/12	16/18	2/2,5	-
310	Z12CN25 20	0,12	19/21	24/26	_	-

ANNEXE II : PROCEDURES DE SOUDAGE

GTP		Wel	ding Procedu Specification	Page 1/2					
ł			•		1				
<u>Title:</u>			WELDING O	F DUPLEX PIPING 22% Cr					
Welding	g process	ses		Joint preparation:					
Base M	(GTAW-SMAW	7	μα E					
Base M	<u>etai</u>								
type	type grade $\Phi('')$ Thickness (mm) Mini Maxi Mini Maxi								
A790	S31803	1/2	3.17 12.7						
				E: Thickne Joint design Root Face Backing m Forme :	$\begin{array}{ll} \text{ss} \\ \text{n} \text{V} & \text{angle} : \alpha = 37.5^\circ \pm 2.5 \\ \text{:} a = 1.6 \pm 0.8 & \text{Root Gap } e = 2.6 \pm 1.6 \\ \text{aterial} : & \text{N/A} \\ & \text{Dimensions} \end{array}$				
Other :	Equivaler Piping fit	nt steels ttings		Preparation: by cutting, bevelling and grinding remove all excess oxide rust paint and grease 25mm each side of preparation Other : Fillet Weld Qualification					
Filler m La Cl Diame	yers ass ter(mm)	WS-ASTM/Cl Root ER2209 E 2.0-2.4	ass) Fill Cap 2209 E2209 3.25 3.25	Gas: Shielding g Flow Rate Backing ga Flow Rate Other : Backin	gas(es) percent comp. : Ar 99.99% (l/min) : 10.0-20.0 as composition : Ar 99.99% (l/min) : 8.0-12.0 ag gas to be maintained for min 2 layers				
Flux : A Other :	AWS Cla	ss N/A		Adjustment : Method of adjustment : By external clamp or tack weld Duration of adjustment : Until the end of the root pass.					

ANNEXE II : PROCEDURES DE SOUDAGE

GTP	We	Page 2/2							
Welding positio	<u>n :</u>		<u>Prehea</u>	<u>Preheat :</u>					
Passes	Root	t Fill Can		Base		V	Wall thickness		
ASME Position	A11	A11	Δ11	metal			/		
Rotation or fix	Fix	Fix	Fix						
Welding proces	s Up Hill	Up Hill	Up Hill						
Rotation directio	Rotation direction :								
Other :				Method : Control : Other :					
Electrical chara	cteristics & 🛛	<u>[echnique</u>							
Passes		Root		Fill			Cap		
Welding Proc	esses	GTAW		SMAW			SMA	W	
Welding Pos	ition	All		All			All		
Current and p	olarity	DC(-)		DC (+)			DC (+)		
Filer met	al	ER2209		E2209			E2209		
Φ Electrode	(mm)	Tungsten 2.4		-			-		
Φ Rod (m	m)	2.0-2.4		3.25			3.25		
Amperage ran	ge (A)	100-135		80-110			80-11	.0	
Volt range	(V)	11-18		11-18			11-1	8	
Gas		Ar 99.9	-			-			
Flow Rate (L	/min)	10-20)		-		-		
The number of po	asses in filling	g and cap d	epends on ti	ne thickne	ss to be	e welded.			
Interpasses tem	perature			Postweld heat treatment					
Between the root Temperature :150 Between other pa Temperature :150	Heating rate: Holding temperature/time: Duration: Cooling rate: Cooling temperature Controlled unt Material:			ne: ontrolled until	:				
Other	Other								

ANNEXE III CONTROLE DES SOUDURES

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

1. Contrôle non destructif

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

- Contrôle par ressuage
- Contrôle par ultrasons
- Contrôle par vidéo endoscopie
- \succ Contrôle par radiographie γ

1.1. Contrôle par ressuage

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

Les phases successives du contrôle par ressuage sont les suivants :

- Un nettoyage soigné de la pièce.
- L'application d'un produit coloré ou fluorescence, ce liquide pénètre à l'intérieur des défauts débouchant.
- Après élimination par lavage de l'excès de pénétrant, la surface est recouverte d'une fine couche de révélateur qui agissant comme buvard, « aspire » le pénétrant contenu dans les défauts et donne une tache colorée.

1.2.Contrôle par ultrasons :

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

Le contrôle est basé sur la transmission et la réflexion d'onde de type ultrasons à l'intérieur d'un matériau. Cette onde est émise par un palpeur placé sur la surface du matériau à contrôler et se propage dans le matériau. Il existe des méthodes par contact (le palpeur est en contact avec la pièce) ou par immersion (la pièce et le palpeur sont immergés dans de l'eau). Dans le cas de la méthode par contact, il est nécessaire d'ajouter un couplant (eau ou gel) entre le palpeur et la pièce pour assurer la transmission des ondes. Lorsque ces ultrasons rencontrent une interface délimitant deux milieux ayant des impédances acoustiques différentes, il y a réflexion. Les ultrasons réfléchis sont captés par un palpeur (qui peut être le même que l'émetteur). Il y a création d'un « écho ».

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



1.3.Contrôle par vidéo endoscopie

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

L'Avantages de ce contrôle :

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

1.4. Contrôle par radiographie γ

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

2. Contrôle destructif

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

2.2. Contrôle métallographique des soudures

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

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

2.3. Teste de corrosion

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

Constitution du dispositif :

Le schéma du dispositif de fatigue thermique est présenté dans la figure1. Ce dispositif est constitué des composants suivants :

(1) Un moteur à courant continu.

(2) Manivelle.

(3) Bielle.

(4) Une fin de course.

(5) Guides.

(6) Un bâti, auquel sont fixés solidement les autres composants tels que le four, le moteur et les guides.

(7) Un four tubulaire de marque ADAMEL, qui peut chauffer jusqu'à 1050°C.

(8) Une tige filetée.

(9) Eprouvettes plus porte éprouvettes.

(10)Un bac de trempe en plexiglas, rempli d'eau et d'une capacité de 40 litres. Ce bac est situé en dessous du four.

(11) Thermocouples chrome-alumel.

(12) Un temporisateur pour commander le moteur.

(13) Régulateur de température.

(14) Un indicateur de température digital, pour donner la température des échantillons.

(15) Bloc de puissance pour alimenter et contrôler la marche du four.

(16)Une armoire de régulation.

(17)Un redresseur pour alimenter le moteur et fixer sa vitesse.

(18) Une table potentiométrique pour tracer l'allure du cycle thermique de fatigue, c'est-à-dire la courbe de température en fonction du temps.



Figure 1: Schéma du dispositif de fatigue thermique

Principe de fonctionnement du dispositif

Le dispositif permet de réaliser des cycles de chauffage et de refroidissement entre deux niveaux de temperatures.Les éprouvettes sont chauffées dans le four tubulaire à une température T_{max} pendant une durée t_c , ensuite elles sont refroidies dans le bac d'eau pendant t_f pour atteindre une température T_{min} . Ces cycles thermiques sont réalisés à l'aide d'un système électromécanique composé d'un moteur électrique à courant continu et du couple bielle manivelle. Ce système permet d'obtenir un mouvement oscillatoire vertical avec une fréquence constante. La vitesse d'oscillation désirée est obtenue par la fixation de la puissance d'alimentation du moteur, qui dépend de la tension fournie au moteur par le redresseur.

Les éprouvettes de résiliencesont placés dans une porte éprouvette fixée à la partie inférieure de la tige filetée, alors que la partie supérieure de cette dernière est fixée à l'extrémité de la bielle.

Le temps de chauffage est réglé par le temporisateur et le temps de refroidissement est réglé à la fois par le temporisateur et la vitesse du moteur. Le temporisateur commande les séquences de marche et d'arrêt du moteur. Ce temporisateur fonctionne à deux temps : le temps repos « off » et le temps marche « on ». Les durées de ceux-ci sont indépendantes et peuvent être fixées entre 1 secondes et 30 minutes. Lorsque le temporisateur est à l'arrêt (mode off), le moteur est aussi à l'arrêt et les éprouvettes sont maintenues au milieu du four, cette période correspond à la période de chauffage t_où les éprouvettes sont chauffées jusqu'à la température maximale voulue. Une fois

le temporisateur est en marche (mode on), les éprouvettes se déplacent avec un mouvement de descente et de montée pour subir une trempe (un refroidissement) dans le bac d'eau pendant t. Cette trempe va diminuer la température des éprouvettes jusqu'à la température minimale T_{min} et quand la tige atteint sa fin de parcours le cycle se répète.

ANNEXE V : ANALYSE PONCTUELLE DANS LES JOINTS FISSURES



Figure 1 : Analyse ponctuelle dans les joints fissurés de la ZAT pour 3000 cycles

ANNEXE V : ANALYSE PONCTUELLE DANS LES JOINTS FISSURES



Figure 2 : Analyse ponctuelle dans les joints fissurés de la ZAT pour 3000 cycles