

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
**Ecole Nationale Polytechnique**



Département de Métallurgie  
Mémoire de projet de fin d'études  
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en  
génie des matériaux

***Caractérisation microstructurale et  
mécanique d'un cordon de soudure  
d'un acier super duplex***

Réalisé par : - Abdeljalil DIHA

- Tawfiq BAKHOUCHE

Sous la direction de M. Mohamed Lamine DJEGHLAL

Présenté et soutenu publiquement le (18/06/2017)

**Composition du Jury :**

Président	M. Kamel ABADLI	Docteur	ENP Alger
Rapporteur/ Promoteur	M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur	ENP Alger
Examineur	M. Merzak LARIBI	Professeur	ENP Alger
	Mme. Hania HACHEMI	Docteur	ENST



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**Ecole Nationale Polytechnique**



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études  
pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en  
génie des matériaux

***Caractérisation microstructurale et  
mécanique d'un cordon de soudure  
d'un acier super duplex***

Réalisé par : - Abdeljalil DIHA

- Tawfiq BAKHOUCHE

Sous la direction de M. Mohamed Lamine DJEGHLAL

Présenté et soutenu publiquement le (18/06/2017)

**Composition du Jury :**

Président	M. Kamel ABADLI	Docteur	ENP Alger
Rapporteur/ Promoteur	M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur	ENP Alger
Examineur	M. Merzak LARIBI	Professeur	ENP Alger
	Mme. Hania HACHEMI	Docteur	ENST

## *Dédicace*

---

### ***Je dédie ce mémoire***

- ✓ *A mes parents.*
  - ✓ *A mes frères et ma sœur.*
  - ✓ *A toute ma famille.*
  - ✓ *A tous mes amis.*
  - ✓ *A tous mes collègues.*
  - ✓ *A tous ceux qui me sont chers.*
  - ✓ *A tous ceux qui m'ont aidé de loin et de près.*
- 

### ***Abdeldjalil***

### ***Je dédie ce travail***

- ✓ *A mes très chers parents.*
  - ✓ *A mes frères.*
  - ✓ *A toute ma famille.*
  - ✓ *A tous mes cousin et cousines.*
  - ✓ *A tous mes amis.*
  - ✓ *A tous mes collègues.*
  - ✓ *A tous ceux qui m'ont aidé de loin et de près.*
- 

### ***Tawfiq***

## *Remerciements*

---

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

Nous tenons également à remercier **M. DJEGHLAL Mohamed Lamine**, notre promoteur pour son acceptation d'encadrer ce travail, ses encouragements, son suivi attentif et ses précieux conseils.

Nous tenons à remercier **Mme. GUENDOUI Fouzia** et **M. AIT AMER Ahmed** qui ont bien voulu nous proposer ce thème de recherche, encadrer les travaux y afférents menés au niveau de l'entreprise GTP. Nous les remercions également pour ses disponibilités et pour les précieux conseils qu'ils n'ont cessés de nous prodiguer aux moments où ils m'ont été nécessaires.

Nous adressons notre vif remerciement à **M. TAIBI Kamel** pour nous avoir permis la réalisation de l'analyse de diffraction secondaire EDS au sein de laboratoire de l'USTHB, ainsi que **M. NAIT BOUDA Lamine** qui nous a aidés à réaliser le MEB au sein de CDTA.

Nos vifs remerciements vont à **M. ABADLI Kamel** qui m'a fait l'honneur de présider le jury, nous tenons à la remercier également pour sa pédagogie, son sérieux et sa sincérité envers les étudiants pendant ces trois années de spécialisation.

Nous voudrions remercier aussi nos enseignants **M. LARIBI Merzak** et **Mme. HACHEMI Hania** d'avoir accepté de faire partie du jury.

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

*Abdeldjalil et Tawfiq*

## ملخص:

يتمثل هذا العمل في تشخيص البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية للحام غير المتجانس للأصلاّب غير القابلة للصدأ السوبردوبلاكس 2507. يكمن التشخيص البنيوي في توضيح البنية الاستينوفيريتية في مختلف مناطق اللحام (المعدن الأساسي، المنطقة المتأثرة حرارياً). أما التشخيص الميكانيكي فيتمثل في إجراء عدة اختبارات هي: الصلابة، المد، الطي ومقاومة الصدمات.

**الكلمات المفتاحية:** البنية المجهرية، المعادن أأا متأكسدة، السوبردوبلاكس، التلحيم.

## Abstract:

This work aims to diagnose the microscopic structure and mechanical characteristics of the heterogeneous welding of the super duplex stainless steel 2507. The structural diagnosis is to elucidate the structure of the austeniteferritic structure in the different welding zones (base metal, heat affected zone). However, the Mechanical diagnosis consists of several tests: hardness, tensile, bending and impact.

**Key words:** microscopic structure, stainless steel, welding, superduplex.

## Résumé :

Ce travail consiste en une caractérisation microstructurale et mécanique de la soudure hétérogène de l'acier inoxydable super duplex 2507. La caractérisation structurale a pour but de mettre en évidence la structure au niveau des différentes zones de la soudure (métal de base et la zone affectée thermiquement), quant à la caractérisation mécanique permet de réaliser des différents essais : dureté, traction, pliage et résilience.

**Mots clés :** caractérisation microstructural, aciers inoxydables duplex, Soudage, austéno-ferritique.

# Table de matières

---

## Liste des tableaux

## Liste des figures

<b>Introduction générale</b> .....	<b>10</b>
<b>Chapitre 1 : Généralités sur les aciers inoxydables</b> .....	<b>11</b>
1.1 Introduction.....	12
1.2 Historique.....	12
1.3 Etude des aciers inoxydables .....	13
1.3.1 Etat structural.....	13
1.3.2 Diagrammes de phases.....	14
1.3.2.1 Système Fe-Cr.....	14
1.3.2.2 Système Fe-Cr-Ni .....	16
1.4 Influence des éléments d'addition sur les aciers inoxydables.....	17
1.4.1 Les éléments alphagènes.....	17
1.4.2 Les éléments gammagènes.....	18
1.5 Diagrammes de corrélation des différents éléments .....	19
1.5.1 Diagramme de Schaeffler.....	19
1.5.2 Diagramme de De Long.....	20
1.5.3 Diagramme WRC.....	21
1.6 Les différents types d'aciers inoxydables .....	21
1.6.1 Aciers inoxydables ferritiques .....	23
1.6.2 Aciers inoxydables martensitiques.....	23
1.6.3 Aciers inoxydables austénitiques .....	23
1.6.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex) .....	24
1.6.4.1 Transformations structurales consécutives à un traitement thermique .....	26
1.6.4.2 Précipitation de phase secondaire .....	26
1.7 Les principales applications des aciers inoxydables .....	32
1.8 Conclusion .....	33
<b>Chapitre 2 : La métallurgie de soudage des aciers inoxydables</b> .....	<b>34</b>
2.1 Introduction.....	35
2.2 Les principaux procédés de soudages .....	35
2.2.1 Le soudage à arc avec électrode enrobée (SMAW).....	35
2.2.2 Le soudage TIG.....	36
2.3 Caractéristique de soudure .....	37
2.4 Phénomènes thermiques de soudage.....	38
2.4.1 Cycles thermique de soudage.....	38
2.4.2 Soudage multi passes .....	39
2.5 Facteurs influençant des phénomènes thermiques .....	40
2.5.1. Influence de métal de base.....	40
2.5.2. Influence de la température initiale.....	40
2.5.3. Influence des conditions de soudage.....	40
2.6 Facteurs influençant des phénomènes liquides .....	41
2.7 Métallurgie du soudage des aciers inoxydables duplex .....	41
2.7.1 Evolution de la structure de la zone affectée thermiquement .....	42
2.7.2 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite.....	43
2.8 Conclusion .....	44
<b>Chapitre 3 : Techniques expérimentales</b> .....	<b>45</b>
3.1 Introduction.....	46
3.2 Matériaux utilisés.....	46
3.2.1 Métal de base .....	46

3.2.1 Métal d'apport.....	46
3.3 Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage.....	46
3.3.1 Conditions du mode opératoire.....	47
3.3.1.1 Préchauffage.....	47
3.3.1.2 Température entre passes.....	47
III.3.1.3 Energie de soudage.....	47
3.3.1.4 Protection envers.....	47
3.3.2 Procédés de soudage utilisés.....	48
3.4 Caractérisation structurale.....	48
3.4.1 Méthode de prélèvement.....	48
3.4.2 Préparation des échantillons.....	49
3.4.3 Observations macroscopiques.....	50
3.4.4 Observations microscopiques.....	50
3.4.4.1 Observation au microscope optique.....	50
3.4.4.2 Observation au microscope électronique à balayage.....	51
3.4.4.3 Analyse de la composition chimique par EDS.....	52
3.4.5 Estimation du taux de ferrite.....	52
3.4.5.1 Ferritoscopie.....	52
3.4.7.2 Traitement d'image.....	53
3.5 Caractérisation mécanique.....	53
3.5.1 Essai de traction.....	53
3.5.2 Essai de résilience.....	55
3.5.3 Essai de pliage.....	57
3.5.4 Essai de dureté.....	58
3.5.5 Essai de micro dureté.....	59
<b>Chapitre 4 : Résultats et discussions.....</b>	<b>61</b>
4.1 Introduction.....	62
4.2 Composition chimique.....	62
4.3 Résultats des caractérisations structurales.....	63
4.3.1 Macrographie.....	63
4.3.2 Micrographie.....	64
4.3.2.1 Examen au microscope optique.....	64
4.3.2.2 Examen au microscope électronique à balayage.....	66
4.3.2.3 Microanalyse ponctuelle par EDS.....	68
4.3.3 Estimation du taux de ferrite.....	70
4.3.3.1 Ferritoscopie.....	70
4.3.3.2 Traitement d'image.....	70
4.4 Résultats des caractérisations mécaniques.....	72
4.4.1 Essai de traction.....	72
4.4.2 Essai de résilience.....	73
4.4.3 Essai de pliage.....	74
4.4.4 Essai de dureté.....	75
4.4.5 Essai de micro dureté.....	77
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>78</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>79</b>
Annexe 1 : Soudage.....	82
Annexe 2 : Métal de base.....	83
Annexe 3 : Métal d'apport (soudage TIG).....	84
Annexe 4 : Métal d'apport (soudage SMAW).....	85



# Liste des tableaux

---

## **Chapitre 1 : Généralités sur les aciers inoxydables**

<b>Tableau 1.1:</b> Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes.....	13
<b>Tableau 1.2:</b> Les différentes classes des aciers inoxydables.....	22
<b>Tableau 1.3:</b> Composition de base des aciers austénoferritiques .....	24
<b>Tableau 1.4:</b> Principales applications des aciers inoxydables.....	32

## **Chapitre 3 : Techniques expérimentales**

<b>Tableau 3.1:</b> Composition chimique du métal de base.....	46
<b>Tableau 3.2:</b> Propriétés mécaniques de métal de base.....	46
<b>Tableau 3.3:</b> Composition chimique du métal d'apport.....	46
<b>Tableau 3.4:</b> Paramètres de soudage.....	48
<b>Tableau 3.5:</b> Dimensions des éprouvettes de traction.....	54
<b>Tableau 3.6:</b> Conditions de travail de l'essai de dureté.....	59

## **Chapitre 4 : Résultats et discussions**

<b>Tableau 4.1:</b> Composition chimique du métal de base.....	63
<b>Tableau 4.2:</b> Composition chimique des phases.....	68
<b>Tableau 4.3:</b> Composition chimique des différentes zones.....	69
<b>Tableau 4.4:</b> Tableau illustrant les résultats de l'estimation du taux de ferrite par ferritoscopie et par traitement d'image.....	71
<b>Tableau 4.5:</b> Résultats de l'essai de traction monotone.....	72
<b>Tableau 4.6:</b> Résultats de l'essai de résilience.....	73
<b>Tableau 4.7:</b> Résultats de l'essai de pliage.....	74
<b>Tableau 4.8:</b> Valeurs de dureté dans les différentes zones.....	75
<b>Tableau 4.9:</b> Valeurs moyennes de la dureté sur les deux lignes de points.....	76

# Liste des figures

---

## Chapitre 1 : Généralités sur les aciers inoxydables

<b>Figure 1.1 :</b> Diagramme d'équilibre des alliages binaires du système Fer-Chrome. ....	14
<b>Figure 1.2 :</b> Description de la boucle d'austénite $\gamma$ et de la zone biphasée ( $\gamma+\alpha$ ) du diagramme Fe-Cr. ....	15
<b>Figure 1.3 :</b> Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C.....	16
<b>Figure 1.4 :</b> Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle $\gamma$ .....	16
<b>Figure 1.5 :</b> Influence du nickel sur la structure à l'équilibre d'un acier à 18% Cr et à bas carbone(C<0.1%). ....	17
<b>Figure 1.6 :</b> Diagramme de Schaeffler.....	20
<b>Figure 1.7 :</b> Diagramme de Delong. ....	20
<b>Figure 1.8 :</b> Diagramme WRC 1992.....	21
<b>Figure 1.9 :</b> Les différentes classes des aciers inoxydables.....	22
<b>Figure 1.10 :</b> Microstructures des aciers inoxydables : ferritique (a), martensitique (b), austénitique (c), et austéno-ferritique (d).....	22
<b>Figure 1.11 :</b> Microstructure d'un acier inoxydable duplex ( $\alpha$ : ferrite / $\gamma$ Austénite).....	24
<b>Figure 1.12 :</b> Diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni à 1100 °C.....	25
<b>Figure 1.13 :</b> Évolution de la teneur en ferrite en fonction de la température.....	25
<b>Figure 1.14 :</b> Diagramme TTT, précipitation possible dans les aciers inoxydables duplex.....	27
<b>Figure 1.15 :</b> Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite formation des carbures.....	28
<b>Figure 1.16 :</b> Image obtenue par MEB, surface polie d'un acier super duplex 2207 vieilli pendant 10 min à 850°C.....	29
<b>Figure 1.17 :</b> Image obtenue par microscope électronique à transmission d'un acier soudé 22Cr-8Ni-3Mo après vieillissement de 24h à 600°C.....	30
<b>Figure 1.18 :</b> Microstructure d'aciers austéno-ferritiques : moulé (a) laminé (b) et forgé (c) (Ferrite en sombre, austénite en clair).....	31

## Chapitre 2 : La métallurgie de soudage des aciers inoxydables

<b>Figure 2.1:</b> Schéma représentatif du principe de soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée (SMAW).....	36
<b>Figure 2.2:</b> Principe du soudage à l'électrode réfractaire TIG manuel.....	37
<b>Figure 2.3:</b> Les différentes zones de soudure.....	38
<b>Figure 2.4:</b> Variation de la température $\theta$ en fonction du temps $t$ au point A lors de chauffage et de refroidissement.....	38
<b>Figure 2.5:</b> Variation de la température $\theta$ en fonction de la distance $x$ .....	39
<b>Figure 2.6:</b> Les effets thermiques du soudage en plusieurs passes, dans le cas d'une soudure sur bords chanfreinés en V, exécutée en trois passes sans préchauffage.....	40
<b>Figure 2.7:</b> Cycle thermique d'un duplex obtenu près de la ligne de fusion dans la zone affectée thermiquement.....	42
<b>Figure 2.8:</b> Effet de l'apport de chaleur sur la taille des grains ferritiques.....	43

## Chapitre 3 : Techniques expérimentales

<b>Figure 3.1:</b> Forme et dimensions du chanfrein préparé.....	47
<b>Figure 3.2:</b> Représentation schématique du mode de prélèvement des échantillons à partir du tube soudé. ....	49
<b>Figure 3.3:</b> Exemple typique d'un examen macrographique.....	50
<b>Figure 3.4:</b> Principe du microscope optique piloté par ordinateur. ....	51
<b>Figure 3.5 :</b> Ferritoscope utilisé pour l'estimation du taux de ferrite.....	52
<b>Figure 3.6 :</b> Schéma du prélèvement des micrographies pour le traitement d'image.....	53
<b>Figure 3.7 :</b> Géométrie d'éprouvettes de traction. ....	54

<i>Figure 3.8 : Eprouvettes de traction utilisés.</i> .....	54
<i>Figure 3.9 : Machine de traction utilisée.</i> .....	55
<i>Figure 3.10 : Différents types d'éprouvettes de résilience.</i> .....	55
<i>Figure 3.11 : Zones de prélèvement d'éprouvettes.</i> .....	55
<i>Figure 3.12 : Forme et dimensions de l'éprouvette de résilience utilisée.</i> .....	56
<i>Figure 3.13 : Eprouvtes de résilience utilisées.</i> .....	56
<i>Figure 3.14 : Représentation du mouton-pendule rotatif et des hauteurs à prendre en compte pour le calcul de l'énergie absorbée.</i> .....	57
<i>Figure 3.15 : Principe d'essai de pliage à côté.</i> .....	57
<i>Figure 3.16 : Représentation schématique des points d'essai de dureté.</i> .....	58
<i>Figure 3.17 : Schéma de principe d'un essai de Vickers.</i> .....	58
<i>Figure 3.18 : Machine de microdureté utilisée.</i> .....	60
<i>Figure 3.19 : Schéma représentatif des profils de micro-dureté.</i> .....	60

## **Chapitre 4 : Résultats et discussions**

<i>Figure 4.1: Echantillon après analyse.</i> .....	62
<i>Figure 4.2: Etude comparative de la composition chimique théorique et expérimentale.</i> .....	63
<i>Figure 4.3: Macrographie du profil du joint soudé.</i> .....	64
<i>Figure 4.4: Micrographie du MB duplex.</i> .....	64
<i>Figure 4.5: Micrographie de la ZF et de la ZAT.</i> .....	64
<i>Figure 4.6 : Micrographie de la ZF.</i> .....	65
<i>Figure 4.7: Micrographies électroniques à balayage de la ZAT.</i> .....	66
<i>Figure 4.8: Micrographies électroniques à balayage des précipités existantes dans la ZAT.</i> .....	66
<i>Figure 4.9 : Micrographie montrant la répartition des carbures dans la ferrite.</i> .....	67
<i>Figure 4.10 : Analyse chimique de la ZAT : (a) austénite ;(b) ferrite.</i> .....	68
<i>Figure 4.11: Spectres d'analyse de la composition chimique dans la ZAT : (a) austénite ; (b) ferrite.</i> ....	68
<i>Figure 4.12: Spectres d'analyse de la composition chimique des différentes zones : (A et B) ZAT ; (C) ZF</i> .....	69
<i>Figure 4.13: Taux de ferrite mesuré : (a) ZAT ; (b) MB.</i> .....	70
<i>Figure 4.14: Image traitée par « IMAGE J » pour le MB.</i> .....	71
<i>Figure 4.15: Image traitée par « IMAGE J » pour la ZAT.</i> .....	71
<i>Figure 4.16: Estimation de taux de ferrite dans la ZAT et MB.</i> .....	71
<i>Figure 4.17: Eprouvtes de traction après la rupture.</i> .....	73
<i>Figure 4.18: Energie absorbée lors de l'essai de résilience.</i> .....	74
<i>Figure 4.19: Eprouvtes après l'essai de pliage.</i> .....	75
<i>Figure 4.20: Représentation schématique des points de dureté.</i> .....	75
<i>Figure 4.21: Les valeurs moyennes de la dureté des deux lignes.</i> .....	76
<i>Figure 4.22: Représentation schématique des profils de micro-dureté.</i> .....	77
<i>Figure 4.23: Evolution de la micro dureté en fonction de la distance x.</i> .....	77

## **Introduction générale**

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques dit duplex ont été introduits sur le marché durant les années 1930. Depuis ce temps il y a eu un développement très accentué de la production et une diffusion rapide de leur utilisation surtout au cours des deux dernières décennies, en raison de leurs performances très élevées.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques « duplex » sont des alliages biphasés à base d'acier constitués d'environ 50% d'austénite  $\gamma$  et 50% de ferrite  $\delta$ . Leur utilisation est en expansion permanente.

De nos jours, ils sont largement répandus dans l'industrie grâce à leurs propriétés mécaniques et leur grande résistance à la corrosion dans de nombreux domaines combinant des milieux agressifs et des sollicitations mécaniques élevées. Leur composition a progressivement évolué, notamment avec l'apparition d'alliage avec des teneurs en azote plus élevées conférant au matériau plus de stabilité et de résistance à la corrosion par piqûres.

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

Nous proposons donc d'étudier ces assemblages par le biais d'une caractérisation microstructurale et mécanique d'un joint de soudure réalisé d'une combinaison d'acier austéno-ferritique (super duplex) de type **A790-S32750**, avec un métal d'apport à base de nickel (**NiCrMo-4**) par les procédés de soudage **GTAW (TIG)** et **SMAW**.

Le soudage a été réalisé au niveau de l'entreprise de **GTP (Grandes Travaux Pétrolières)** qui se situe à Réghaia Alger, où nous avons également réalisé une partie de nos investigations.

Pour cela nous avons procédé à :

- La caractérisation structurale qui est basée sur la détermination de la composition chimique et les structures métallographiques à l'aide d'un spectromètre, cette caractérisation a été suivie par l'observation à l'aide d'un microscope optique et un microscope électronique à balayage les microstructures au niveau du métal de base (MB), de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone fondue (ZF).

- La caractérisation mécanique qui est basée sur la réalisation de quelques essais mécaniques tels que : essai de traction, essai de pliage, essai de résilience, essai de dureté et de microdureté, afin d'étudier la résistance mécanique de métal de base ainsi que la zone fondue.

***Chapitre 1 : Généralités sur les aciers  
inoxydables***

## **1.1 Introduction**

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer, plus exactement à base d'acier, qui doivent contenir au moins 10,5 % de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel et, dans une moindre mesure, le molybdène [1].

Les aciers inoxydables sont des alliages Fe-Cr et Fe-Cr-Ni contenant éventuellement des éléments d'alliage soit de type interstitiel comme le carbone ou l'azote, soit de type métallique tel que le molybdène, le titane... Le qualificatif "inoxydable" est habituellement attribué lorsque l'alliage présente une concentration minimale d'environ 11 à 12% de chrome [2].

Le chrome est l'élément « magique » qui transforme l'acier en inox. La résistance à la corrosion de ces aciers repose sur le phénomène de passivité. Il est dû à la formation d'un film protecteur très mince (la couche passive) sur la surface d'un acier contenant au moins 10,5% de chrome. Son épaisseur ne dépasse pas quelques nanomètres. Elle est invisible à l'œil nu et se comporte comme une véritable barrière entre l'alliage et le milieu extérieur [3,4].

Si l'on se réfère à une classification selon la composition chimique de l'alliage, les désignations d'aciers inoxydables au chrome, d'aciers inoxydables au chrome-nickel ou d'aciers inoxydables au chrome-nickel-molybdène sont employées. Cette classification est cependant un peu restrictive car l'addition d'éléments d'alliage leur confère une large variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et chimiques [2].

On dit qu'un acier est considéré comme inoxydable s'il possède les caractéristiques suivantes :

- Haute résistance contre les éléments chimiques agressifs.
- Bonne résistance à la corrosion (surtout au milieu aqueux et au contact de l'air humide).
- Résistance aux tâches, aux rouilles et aux piqûres ainsi qu'à l'oxydation à chaud.

## **1.2 Historique**

L'histoire des aciers inoxydables est intimement liée à celle du chrome et aux travaux du chimiste français Nicolas-Louis Vauquelin (1763-1889) qui, en 1797, fut le premier à isoler cet élément.

Les premières observations des propriétés « inoxydables » du fer allié au chrome furent faites par Berthier, un autre français. Il montra dès 1821 que l'alliage fer-chrome était d'autant plus résistant à certains acides que sa teneur en chrome était plus élevée. Par contre, la quasi-impossibilité d'abaisser la teneur en carbone de l'alliage constitua un obstacle majeur à son développement.

En 1904, Léon Guillet puis Albert Portevin publièrent une série d'études relatives à la structure et aux propriétés des alliages fer-chrome couvrant les nuances martensitiques à 13 % de chrome et les nuances ferritiques à 17 % de chrome.

En 1909, L. Guillet publia une étude sur les aciers inoxydables au chrome-nickel ou aciers inoxydables austénitiques complétant ainsi ses études précédentes sur les alliages fer-chrome et couvrant pratiquement l'ensemble de la famille des aciers inoxydables. Le métallurgiste allemand W. Giesen fit, de son côté, et à la même époque, des recherches comparables.

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

Le passage au stade industriel est attribué à Harry Brearley pour les aciers inoxydables martensitiques. Il serait à l'origine de la première élaboration réalisée à Sheffield en 1913. Un mérite analogue reviendrait aux allemands Benno Strauss et Eduard Maurer pour la production des aciers inoxydables austénitiques et aux américains Frederick Becket et Christian Dantsizen pour celle des aciers inoxydables ferritiques.

La première description de la passivité des aciers inoxydables est attribuée à l'allemand Philipp Monnartz.

Les recherches ultérieures ont notamment porté sur le rôle des éléments d'alliage. Elles ont conduit à la mise au point des nuances à durcissement structural dont les propriétés aux températures élevées ont été mises en évidence par Pierre Chevenard. Enfin, c'est au début des années 1930 que J. Hochmann a découvert les nuances biphasées austéno-ferritiques appelées de nos jours duplex.

Si la période comprise entre 1904 et 1920 a été riche en travaux de laboratoire, il a fallu attendre presque un demi-siècle pour atteindre un stade véritablement industriel [5].

## 1.3 Etude des aciers inoxydables

### 1.3.1 Etat structural

Avant d'examiner les différents diagrammes d'équilibre, il est utile de rappeler les variétés allotropiques du fer. Le fer, présente deux variétés allotropiques de structures cristallines en fonction de la température :

- Aux basses températures et jusqu'à  $910\text{ °C}$ , le fer a une structure cubique centrée, c'est le fer  $\alpha$ .
- A partir de  $910\text{ °C}$ , il se transforme en fer  $\gamma$  dont la structure est cubique à faces centrées.
- Une nouvelle transformation intervient à  $1400\text{ °C}$  pour donner le fer  $\delta$  dont la structure est cubique centrée.

Ces transformations qui sont réversibles peuvent se résumer suivant le tableau 1.1 [5].

*Tableau 1.1: Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes [5].*

Fer $\alpha$ (ferrite) ( $T < 910\text{ °C}$ )	Fer $\gamma$ (austénite) ( $910\text{ °C} < T < 1400\text{ °C}$ )	Fer $\delta$ (forme haute température) ( $T > 1400\text{ °C}$ )
<b>Structure cubique centrée</b>	<b>Structure cubique à faces centrées</b>	<b>Structure cubique Centrée</b>

Cette structure sera notamment influencée par la nature et la teneur en élément d'alliage, ils sont classés en deux groupes :

- **Eléments alphagènes**

Ils favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique centrée (ferrite) comme le chrome, molybdène, silicium, titane, niobium, vanadium, tungstène, l'aluminium.

- **Eléments gammagènes**

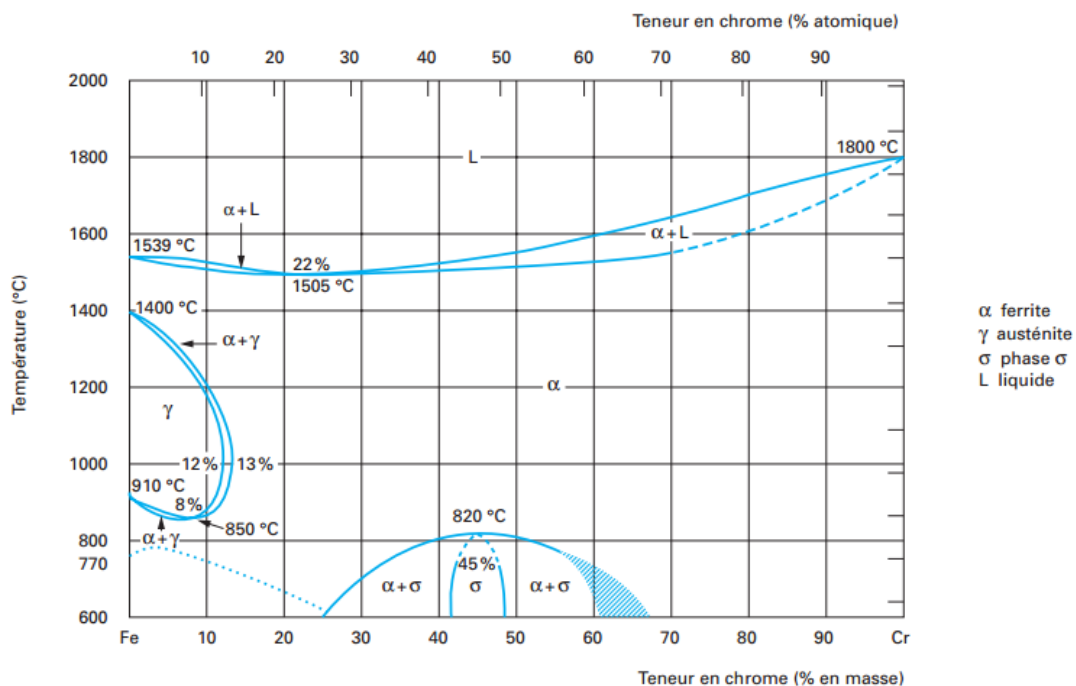
Ce sont les éléments qui favorisent la formation d'une structure cristallographique cubique à faces centrées (austénite) comme le nickel, carbone, azote, cobalt et le manganèse. C'est sur ces bases que plusieurs diagrammes ont été proposés, les diagrammes Fe-Cr et Fe-Cr-Ni nous renseignons sur la structure des aciers inoxydables [5].

### 1.3.2 Diagrammes de phases

Les aciers inoxydables sont essentiellement des alliages Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni à teneur en carbone variant de 0,02% à 1% selon les nuances. Bien qu'un certain nombre d'autres éléments tels que Mo, Cu, Si, Ti, Nb...etc., soient ajoutés pour améliorer la tenue à la corrosion ou les propriétés mécaniques, l'essentiel des propriétés des aciers inoxydables est lié à la connaissance des diagrammes de phases. Les diagrammes d'équilibre peuvent être utilisés pour décrire les transformations de phases et leurs stabilités dans les aciers inoxydables [6].

#### 1.3.2.1 Système Fe-Cr

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome (figure 1.1) montre que l'existence de la phase  $\gamma$  est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle  $\gamma$  » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique, favorise le développement du domaine  $\alpha$  [5].



*Figure 1.1 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires du système Fer-Chrome [5].*



Le détail de la boucle  $\gamma$  est le suivant :

➤ **Teneurs en chrome inférieures à 10.5 %**

L'alliage Fe-Cr subit au chauffage une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  et inversement au refroidissement.

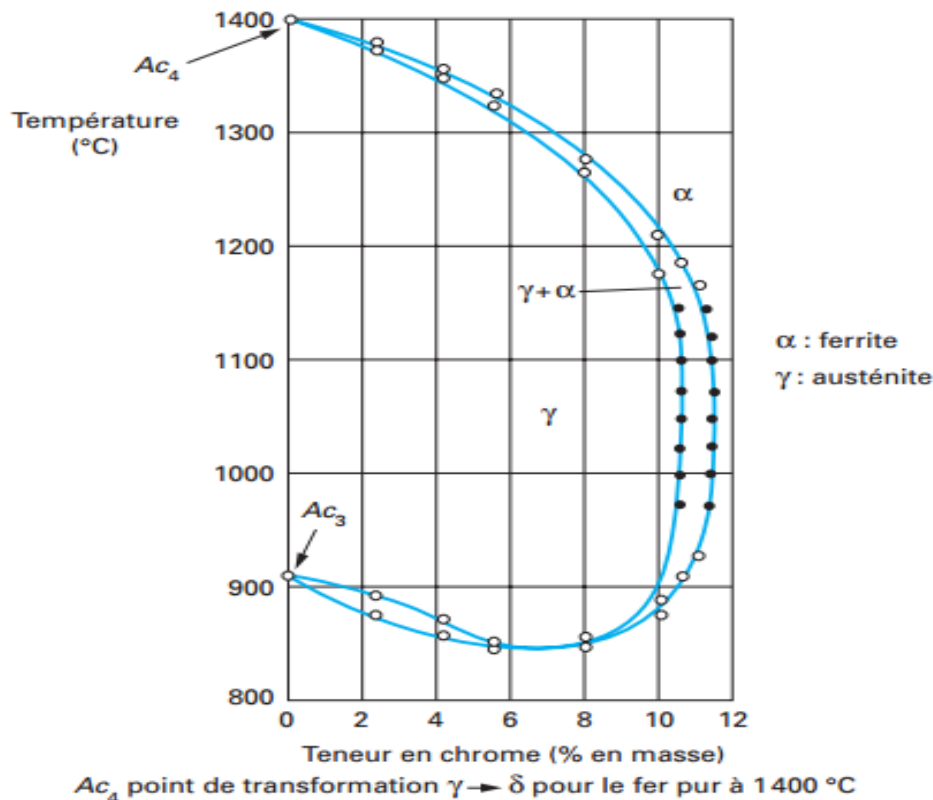
➤ **Teneurs en chrome comprises entre 10.5 et 11.5 %**

Les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent sous la forme d'une structure biphasée  $\alpha+\gamma$ .

➤ **Teneurs en chrome supérieures à 11.5 %**

Seul le domaine  $\alpha$  a existé. L'alliage ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique ; cependant pour des teneurs suffisantes en chrome, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermédiaire, dure et fragile, dite phase  $\sigma$ .

L'étendue du domaine  $\gamma$  est fortement influencée par d'autres éléments d'addition dont certains sont alphagènes (Mo, Si, Ti, Nb, V, W, Al) et d'autres sont gammagènes élargissant le domaine austénitique (Ni, C, N, Co, Mn, Cu) [5].



**Figure 1.2 :** Description de la boucle d'austénite  $\gamma$  et de la zone biphasée ( $\gamma+\alpha$ ) du diagramme Fe-Cr [5].

Pour être complet, il faut noter que les alliages fer-chrome peuvent former une phase intermétallique dite « phase  $\sigma$  » qui se développe en dessous de 820 °C (figure 1.1). Les alliages à très haute teneur en chrome ( $Cr > 30\%$ ) sont particulièrement sensibles à ce phénomène. Cependant, son domaine d'existence peut également être rencontré dans des nuances à 17 % de chrome ayant subi un long maintien en température dans l'intervalle 550 à 850 °C. Cette situation est rare et elle ne peut se présenter que, soit lors du refroidissement de pièces moulées présentant une très grande inertie thermique, soit lors du soudage multi passe à l'arc d'assemblages de forte section.

Une dernière transformation peut se produire entre 400 et 550 °C (figure 1.3). Il s'agit d'une démixtion de la phase  $\alpha$  en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase  $\alpha'$ . Elle se présente sous la forme de très fins précipités dans la matrice  $\alpha$ . Ce mécanisme est analogue à un phénomène de durcissement structural mais il peut entraîner une fragilisation de l'alliage [5].

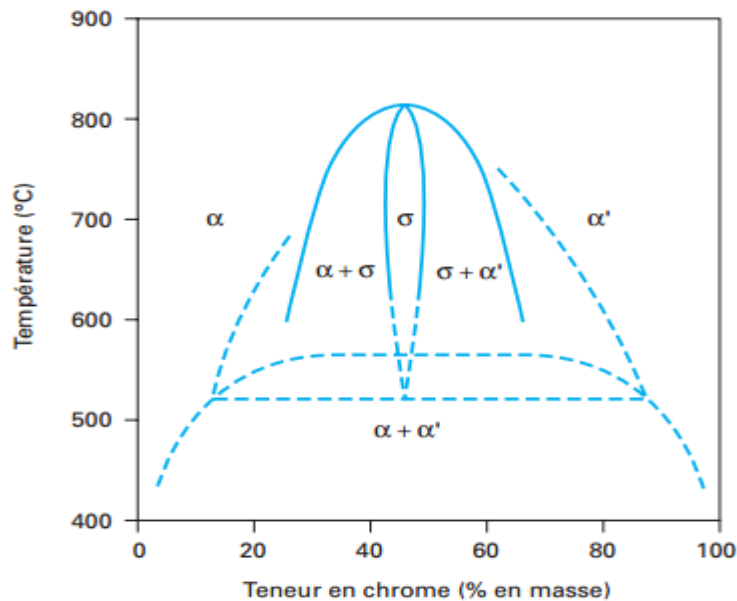


Figure 1.3 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C [5].

### 1.3.2.2 Système Fe-Cr-Ni

Le nickel est un élément gammagène qui fait élargir le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure 1.4 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle  $\gamma$  vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel.

L'effet gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Si, par convention, l'effet gammagène du nickel est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30 [5].

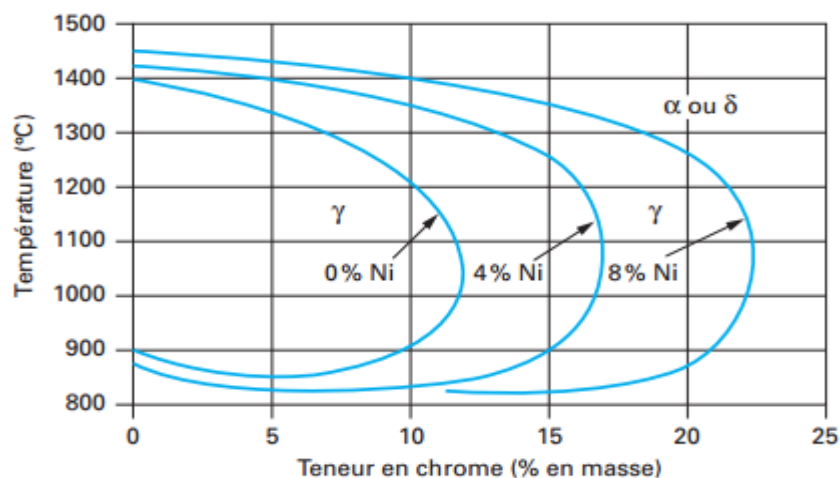
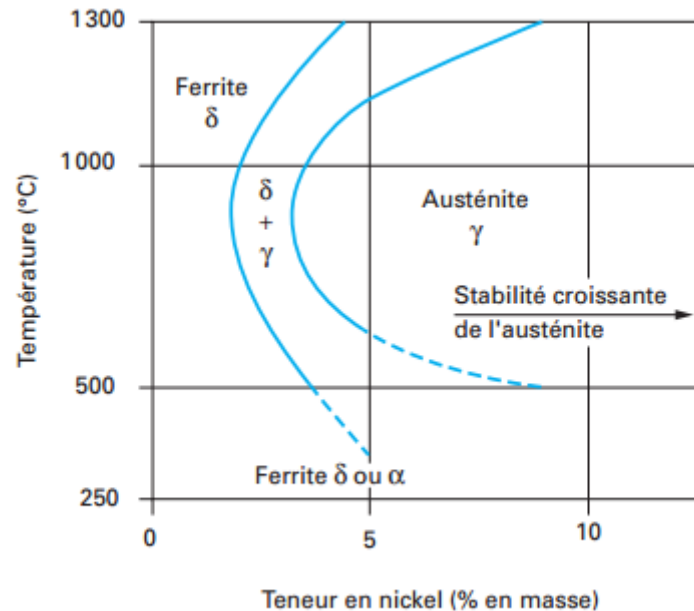


Figure 1.4 : Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle  $\gamma$  [5].

Pour un alliage contenant 18 % de chrome (le plus représentatif des nuances austénitiques), on constate, d'après la figure 1.5, ce qui suit :

- ✓ % Ni < 2 % : la structure demeure ferritique dans tout l'intervalle de température.
- ✓ % Ni > 2 % : apparition d'une structure biphasée  $\alpha + \gamma$  dite austénoferritique.
- ✓ % Ni > 4 % : le domaine austénitique s'élargit depuis la température de fusion jusqu'à environ 500 °C pour des teneurs en nickel de 8 à 10 % [5].



**Figure 1.5 :** Influence du nickel sur la structure à l'équilibre d'un acier à 18% Cr et à bas carbone ( $C < 0.1\%$ ) [5].

## 1.4 Influence des éléments d'addition sur les aciers inoxydables

### 1.4.1 Les éléments alphas

#### Le Chrome :

C'est un élément stabilisateur de fer ( $\alpha$ ). Il est la cause de la passivation de l'acier et constitue, et augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique), au-delà de 12%, l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables.

#### Le molybdène :

C'est un élément formateur de fer ( $\alpha$ ). Il améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables en milieux réducteurs. En présence d'ions halogènes, il améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûres. De plus, il augmente la résistance du film passif et la résistance mécanique à chaud. L'alliage contenant 2 à 5% de molybdène, exposé à des températures de 500 à 1000°C pendant des durées allant de 1 à 1000 heures manifeste la formation de différents composés intermétalliques (altération de la résistance à la corrosion ainsi que les caractéristiques mécaniques).

#### Le silicium :

C'est un élément également formateur de fer ( $\alpha$ ). Il améliore les propriétés d'emploi à haute température (la résistance à l'oxydation à chaud) mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

A teneurs élevées et dans certaines conditions, il augmente la résistance à la corrosion par exemple en milieux concentrés d'acide nitrique. Il possède un effet sigmagène.

#### **Le vanadium :**

Formateur de fer ( $\alpha$ ), intervient qu'en faible quantité dans les aciers martensitiques au chrome par formation de carbures pour rendre des aciers insensibles à la surchauffe. De plus il élève la résistance mécanique à chaud.

#### **Le tungstène :**

Le tungstène est ajouté aux aciers inoxydables duplex, pour améliorer la résistance à la corrosion par piqûres. Le tungstène favorise la formation des phases intermétalliques dans l'intervalle de température entre 700 et 1000 °C, et encourage la formation de l'austénite secondaire dans les structures soudées. Concernant la formation de la phase sigma, le tungstène est thermodynamiquement équivalent mais cinétiquement non équivalent au Molybdène. Des additions en tungstène entre 1% et 3% permettent de limiter la formation de la phase sigma.

#### **Le titane :**

C'est un formateur de ferrite. Il se combine dans les aciers ferritiques et austénitiques avec le carbone pour former un carbure de titane et avec l'azote pour former un nitrure de titane dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion intergranulaire.

#### **Le niobium :**

Il s'agit d'un formateur de ferrite. Il se combine également avec le carbone dans les aciers au Cr et au Cr-Ni et s'oppose à la corrosion intergranulaire [7].

### **1.4.2 Les éléments gammagènes**

#### **Le nickel :**

C'est un élément stabilisateur du fer ( $\gamma$ ). Il élargit en effet le domaine d'existence de l'austénite en fonction de sa teneur jusqu'aux températures inférieures à 20°C. Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliage des aciers inoxydables austénitiques. Le Ni améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension, et favorise la mise en œuvre par déformation plastique.

#### **Le manganèse :**

Il stabilise le fer ( $\gamma$ ) et n'a pas d'influence reconnue sur la résistance à la corrosion, Classé comme élément gammagène mais il joue toutefois un rôle alphasène pour des teneurs supérieures à 7%.

#### **Le cuivre :**

Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid [7].

Le cuivre améliore la résistance à la corrosion en milieu acide grâce à la formation, à la surface de la couche passive, d'un film métallique obtenu à partir des cations  $\text{Cu}^+$  et  $\text{Cu}^{2+}$  passés en solution [8].

#### **Le carbone :**

Il favorise le fer ( $\gamma$ ). C'est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers. Il élargit fortement le domaine austénitique. Son effet aux basses teneurs est d'environ 30 fois celui du nickel.

Pour des raisons de corrosion chimique, la teneur en C est dans la plupart des cas maintenue très basse. Il provoque la formation de carbures de chrome  $\text{Cr}_23\text{C}_6$  en diminuant la résistance à la corrosion intergranulaire.

#### **L'azote :**

Stabilisateur d'austénite. Il agit comme le carbone. La solubilité de l'azote augmente dans les aciers au Cr et au Cr-Ni avec l'accroissement de la teneur en Cr.

Dans les aciers austénitiques l'azote accroît la stabilité de l'austénite et les caractéristiques mécaniques sans compromettre les valeurs de ténacité. Il retarde l'apparition de composés intermétalliques dans les aciers austéno-ferritiques.

#### **Le soufre :**

Il améliore l'usinabilité par enlèvement de copeaux. L'augmentation de la teneur en S conduit cependant à remettre en cause la résistance à la corrosion ce qui est à considérer lors du choix des aciers dans certaines conditions de sollicitations [7].

## **1.5 Diagrammes de corrélation des différents éléments**

Plusieurs diagrammes ont été proposés pour déterminer la structure de ces alliages métalliques en fonction d'un nickel équivalent (effet pondéré des principaux éléments gammagènes) et d'un chrome équivalent (effet pondéré des principaux éléments alphas).

### **1.5.1 Diagramme de Schaeffler**

Le plus connu de ces diagrammes est le diagramme de Schaeffler (figure 1.6). Il permet de prévoir, à température ambiante, la structure de joints soudés à l'état brut de soudage c'est-à-dire directement après solidification rapide ; les équivalents chrome et nickel sont :

- $Cr_{eq} = \% Cr + \% Mo + 1.5 (\% Si) + 0.5 (\% Nb)$
- $Ni_{eq} = \% Ni + 30 (\% C) + 0.5 (\% Mn)$

Il est particulièrement utilisé dans le cas d'un soudage hétérogène (les deux métaux de base et le métal d'apport sont de nature différente) et donne une bonne approximation de la structure dans le cordon de soudure. Ce diagramme est de plus en plus remplacé par des diagrammes plus récents [9].

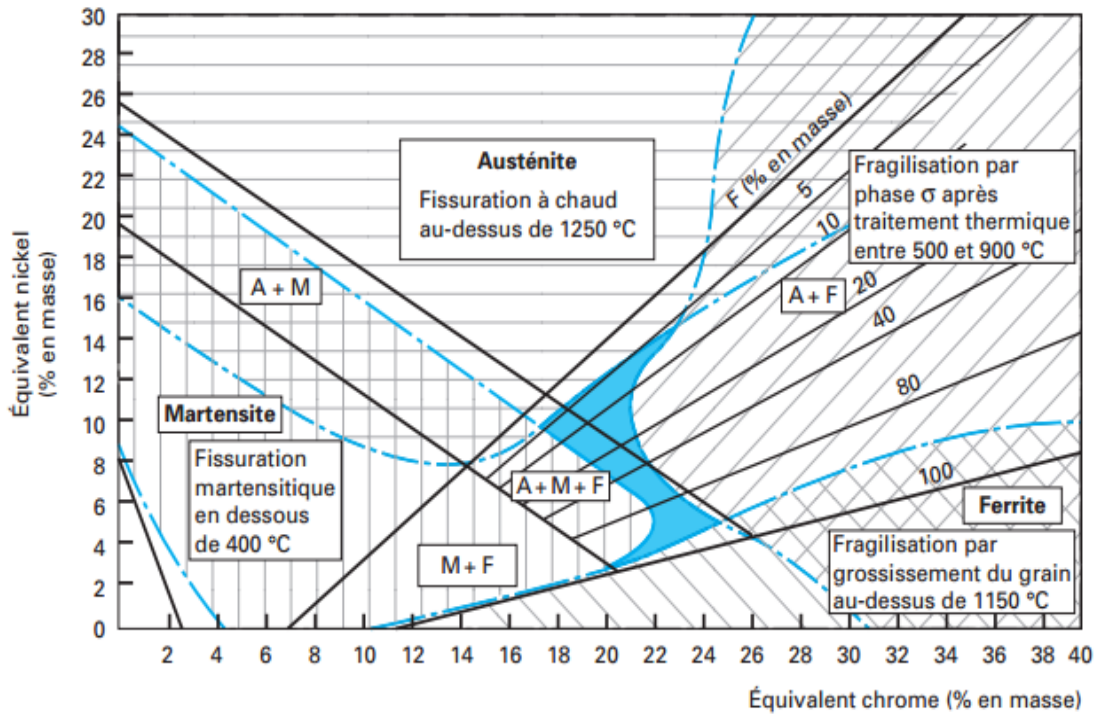


Figure 1.6 : Diagramme de Schaeffler [5].

### 1.5.2 Diagramme de De Long

Le diagramme de DeLong (figure 1.7) constitue un détail du diagramme de Schaeffler et indique, à la température ambiante, la teneur en ferrite, en tenant compte de la teneur en azote (puissant élément gammagène) [9].

Le diagramme de DeLong permet de calculer un indice de ferrite présentant une assez bonne corrélation avec la teneur en ferrite δ mesurée, à la température ambiante, à l'aide d'un capteur magnétique. Il permet ainsi de prévoir le risque de fissuration à chaud d'une structure obtenue par soudage [5].

L'équivalent chrome reste inchangé tandis que l'équivalent nickel devient [9] :

$$Ni_{eq} = \% Ni + 30 (\% C) + 30 (\% N) + 0.5 (\% Mn)$$

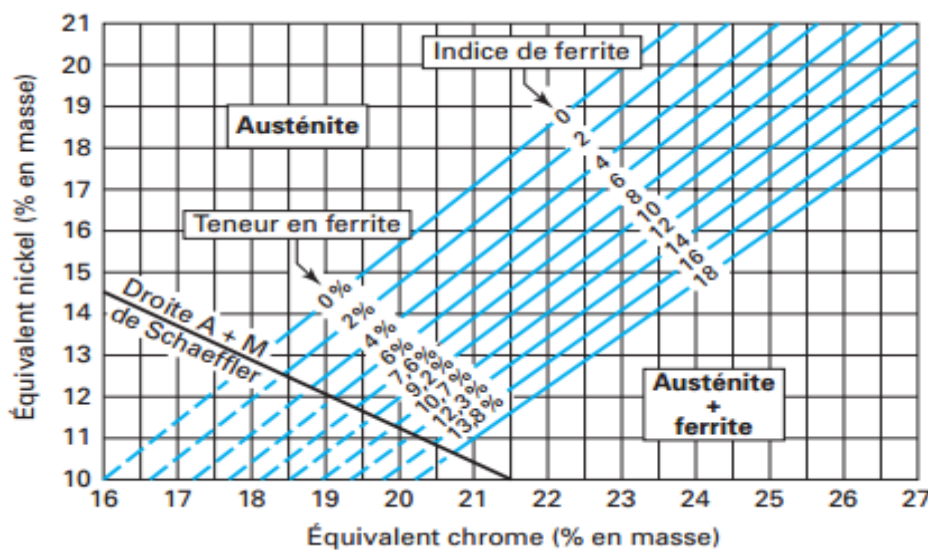


Figure 1.7 : Diagramme de DeLong [5].

### 1.5.3 Diagramme WRC

Dans cette évolution permanente des aciers inoxydables d'une nouvelle génération, à structure austéno-ferritique (aciers duplex) ne peuvent plus s'inscrire dans le diagramme de Schaeffler. Ainsi le diagramme WRC 1992 doit être utilisé pour prendre en considération l'influence de l'azote et du cuivre [10].

Le diagramme WRC-1992 prévoit une teneur en ferrite pour une grande gamme de métal déposé inox, y compris les types duplex et super duplex. Les métaux déposés se solidifiant dans les zones FA et F possèdent la meilleure résistance à la fissuration à chaud ; ceux situés dans la zone totalement austénitique (A) sont plus sensibles [11].

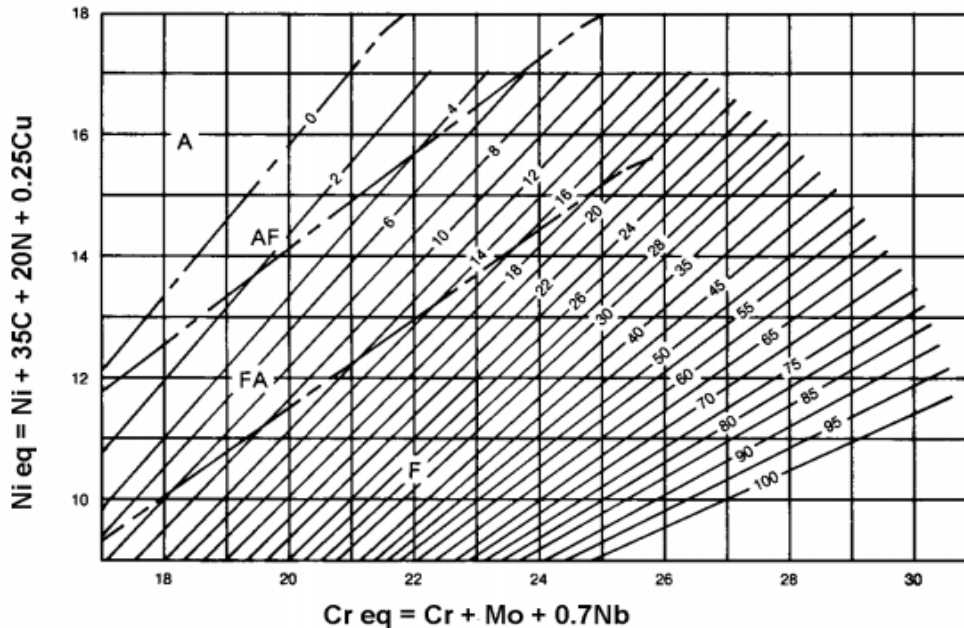


Figure 1.8 : Diagramme WRC 1992 [11].

### 1.6 Les différents types d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont plus couramment classés selon leur structure micrographique [4]. Dans l'industrie il existe plus de deux milles compositions chimiques d'acier inoxydable chacune avec ses propres propriétés. Généralement ils sont classés selon leurs structures en 04 grandes familles. Cette classification est basée sur la composition chimique et les traitements thermiques appliqués comme suit :

- Les aciers ferritiques (structure cubique centrée).
- Les aciers martensitiques (structure quadratique).
- Les aciers austénitiques (structure cubique à faces centrées).
- Les aciers austéno-ferritiques (duplex) [12].

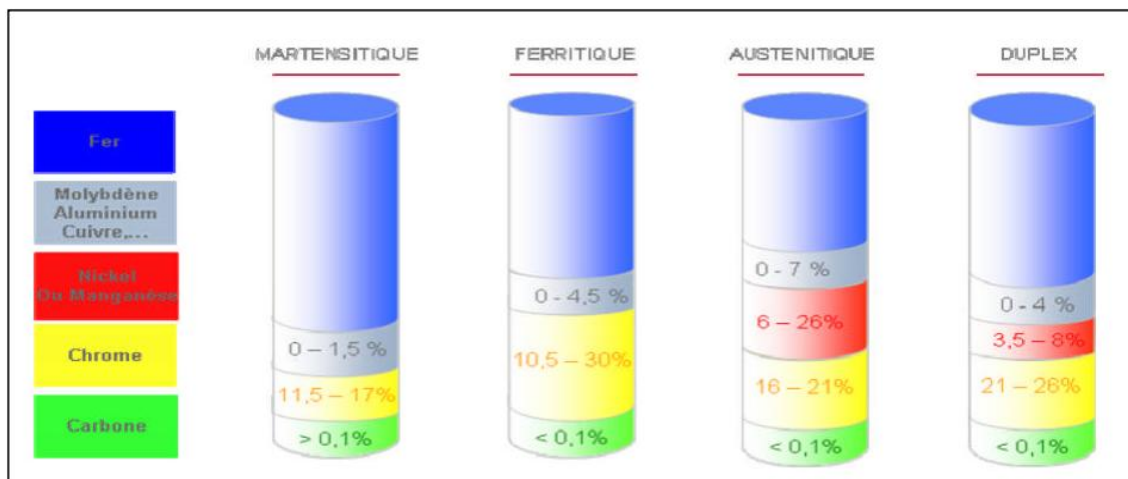


Figure 1.9 : Les différentes classes des aciers inoxydables [12].

Le tableau 1.2 résume les caractéristiques mécaniques des différentes classes d'aciers inoxydables :

Tableau 1.2: Les différentes classes des aciers inoxydables [13,14,15].

Classes d'aciers inoxydables	Caractéristiques mécaniques				
	Limites d'élasticité Re (MPa)	Charges de ruptures Rm(MPa)	Ductilité (allongement) A% (%)	Module d'élasticité E (GPa)	dureté Hv (HB)
Ferrite	250 - 400	300 – 650	18-25	220	190-220
Martensitique	540 - 700	500 – 1000	15-20	215	220
Austénitique	200 - 250	570 – 900	50 - 60	200	210
Austéno-ferritique	450 - 650	730 – 900	25 - 30	200	260-290

La figure 1.10 montre la microstructure des différents types d'aciers inoxydables :

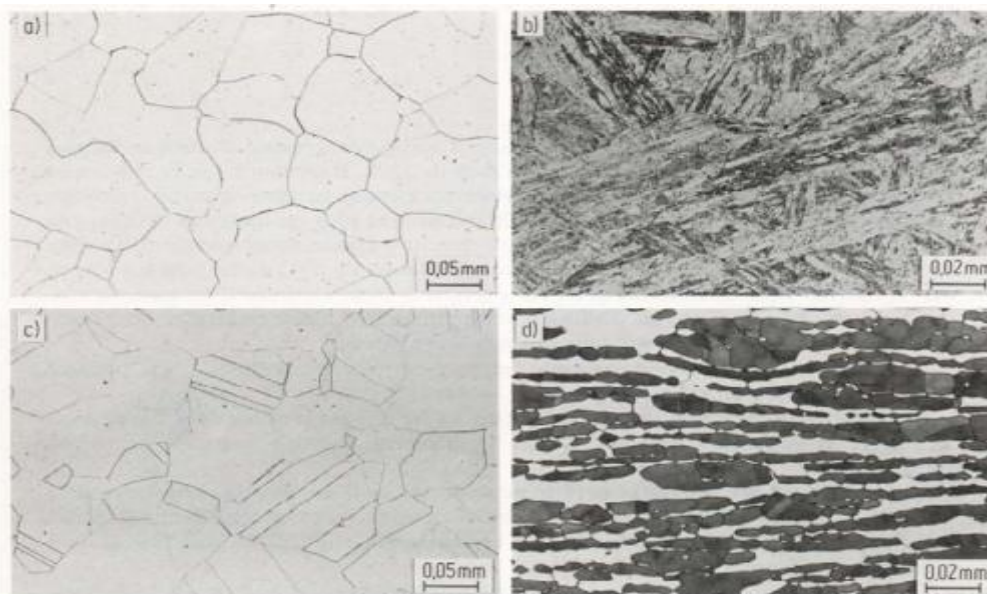


Figure 1.10 : Microstructures des aciers inoxydables : ferritique (a), martensitique (b), austénitique (c) et austéno-ferritique (d) [13].



### 1.6.1 Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par le fait que leur structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température, c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation ( $\alpha \leftrightarrow \gamma$ ) [16].

La proportion de chrome dans ces alliages varie de 11 à 17% et peut atteindre jusqu'à 24 à 28 %. On parle alors d'aciers ferritiques à haute teneur en chrome ou encore d'aciers super-ferritique. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres et par crevasse en milieux riches en chlorures [17].

Ces aciers ont une très bonne résistance à la corrosion mais des caractéristiques mécaniques faibles. Ils sont ainsi facilement mis en forme par emboutissage. Ils sont utilisés dans le domaine des ustensiles ménagers (cuillères, éviers...), dans le domaine alimentaire et en milieu très agressif (eau de mer) [18].

**Exemples :** X6Cr13 (ASTM 403), X8CrMo17-01 (ASTM 430 F).

### 1.6.2 Aciers inoxydables martensitiques

Ces alliages comprennent de 12 à 18% de chrome et des teneurs en carbone pouvant atteindre environ 1% et ils peuvent contenir jusqu'à 7% de nickel, et jusqu'à 3% de molybdène.

Les aciers martensitiques possèdent une structure martensitique (quadratique), notée  $\alpha'$  obtenue après trempe de la phase austénitique.

Cette transformation homogène se produit avec une augmentation de volume, responsable de fortes contraintes de compression et qui tend à stabiliser de l'austénite résiduelle. Ces aciers sont utilisés pour leur résistance mécanique élevée (après un traitement de revenu à 200 - 300 °C) [18].

Pour obtenir un acier inoxydable de structure martensitique, deux conditions sine qua non doivent être satisfaites :

- Présence d'une teneur en chrome supérieure à 11 % pour assurer l'inoxidabilité,
- Existence d'un domaine de température où l'acier prend la structure austénitique.

L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces aciers inoxydables une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté élevées, conjuguées à une résistance à la corrosion. De tels aciers inoxydables sont utilisés pour les instruments chirurgicaux et en coutellerie [16].

**Exemples :** X20Cr13 (ASTM 420), X100CrMo17 (ASTM 440).

### 1.6.3 Aciers inoxydables austénitiques

Les nuances les plus utilisées sont caractérisées par des teneurs en chrome et en nickel respectivement de 17 à 18% et 8 à 14%. L'addition de molybdène (de 2 à 3%) leur confère une bonne tenue dans les milieux acides et ceux générateurs de piqûres ou de corrosion cavernueuse.

Dans les aciers austénitiques, la forte proportion de nickel donne à ces aciers une structure cubique à faces centrées, notée  $\gamma$ . Cette structure est thermodynamiquement instable à température ambiante, mais elle confère une ductilité et une ténacité exceptionnelle. Elle est obtenue grâce à des trempes depuis 1000 ou 1150 °C.

Les aciers austénitiques associent une bonne résistance à la corrosion à une résistance mécanique élevée. Même si leur teneur en carbone est relativement faible, ces aciers sont très sensibles à la corrosion inter-granulaire due à la précipitation de carbures. Ils sont utilisés dans les domaines de l'agro-alimentaire, du nucléaire, du bâtiment, des transports, de l'industrie chimique, de l'électroménager, etc... [18].

**Exemples :** X5CrNi18-10(1.4301, ASTM 304), X5CrNiMo17-12-2 (1.4401, ASTM 316).

#### 1.6.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

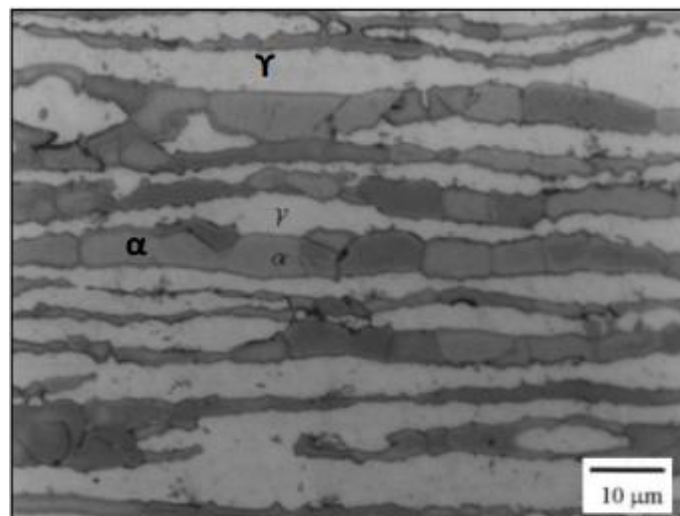
Les aciers austéno-ferritiques sont des mélanges biphasés ferrite et austénite. Ces aciers sont communément appelés aciers « duplex ». Les aciers duplex sont obtenus par trempe depuis une structure mixte austénite-ferrite [18].

Lors de la solidification, la phase ferritique apparaît d'abord et la phase austénitique germe ensuite dans la ferrite. La structure finale se compose donc de grains d'austénite dans une matrice ferritique comme le montre la figure 1.11 [19].

La composition de base, qui englobe plusieurs nuances, est donnée dans le tableau 1.3 :

*Tableau 1.3: Composition de base des aciers austéno-ferritiques [20].*

Composants	Teneurs (%)	Composants	Teneurs (%)
Carbone .....	≤ 0,05	Silicium.....	≤ 1
Chrome .....	21 à 26	Soufre .....	≤ 0,01
Nickel .....	3,5 à 7,5	Phosphore .....	≤ 0,035
Manganèse .....	≤ 2		



*Figure 1.11 : Microstructure d'un acier inoxydable duplex ( $\alpha$  : ferrite /  $\gamma$  Austénite) [19].*

Le pourcentage des trois constituants principaux est équilibré pour que, vers 1000 à 1100 °C, l'alliage soit biphasé et constitué par un agrégat ferrite-austénite comportant, en moyenne, environ 50 % de ferrite.

Cette proportion de ferrite dépend, bien sûr, de la composition, comme illustré sur la figure I.12 mais également, et dans de fortes proportions, de la température à laquelle les produits ont été traités thermiquement, comme le montre la figure 1.13.

Les additions rencontrées et qui ne modifient pas, dans des proportions sensibles, le comportement de ces aciers sont :

- le cuivre et /ou le molybdène pour améliorer la tenue à la corrosion vis-à-vis de certains fluides corrosifs.
- l'azote pour remonter les caractéristiques mécaniques [20].

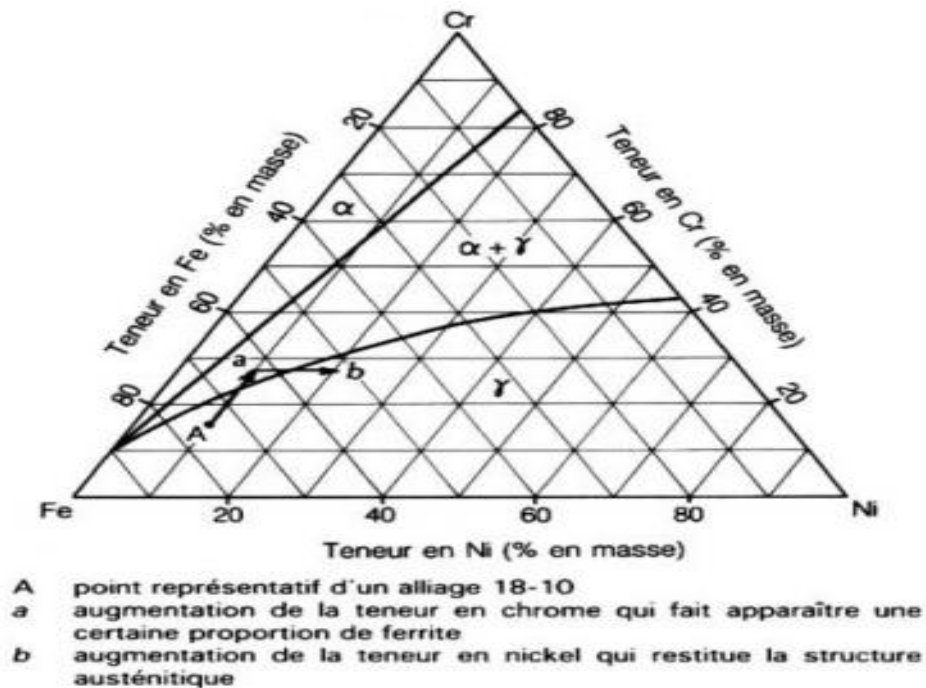
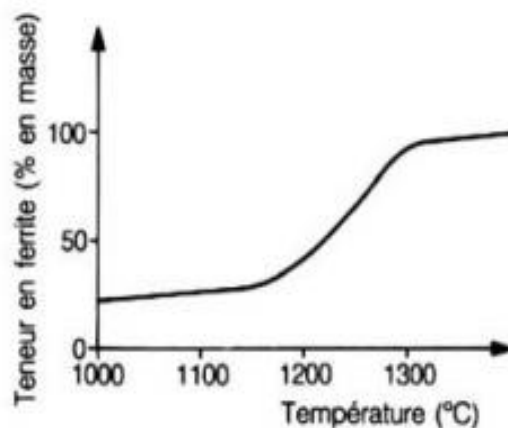


Figure 1.12 : Diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni à 1100 °C [20].



L'éprouvette est maintenue 1 heure à la température d'essai et subit ensuite une trempe à l'eau.

Figure 1.13 : Évolution de la teneur en ferrite en fonction de la température [20].

Le maintien à haute température est destiné à mettre tous les éléments d'alliage en solution solide dans la matrice austénoferritique, de manière à éviter les phases intermétalliques et les précipités. La teneur en ferrite augmente avec la température d'hypertrempe [21].

Divers changements structuraux peuvent se produire dans les aciers inoxydables duplex durant les traitements thermiques isothermes ou anisothermes. La plupart de ces transformations concernent la phase ferritique, pour deux raisons principales :

- D'une part celle-ci présente des vitesses de diffusion plus élevées. Les éléments d'alliage (comme le chrome) diffusent dans la ferrite cent fois plus rapidement que dans l'austénite, cela est principalement la conséquence de la faible compacité de la ferrite (réseau C.C) par rapport à l'austénite (réseau C.F.C).

- D'autre part, la ferrite est riche en Cr et Mo, ces deux éléments représentent les constituants privilégiés des phases intermétalliques. En outre, la solubilité des éléments dans la ferrite diminue avec la chute de température, ce qui favorise la précipitation lors des traitements à haute température.

En pratique, la température de traitement thermique doit être choisie aussi basse que possible mais suffisante pour remettre en solution toutes les précipitations.

Les proportions relatives de ferrite et d'austénite sont alors essentiellement déterminées par la composition chimique de la nuance, particulièrement par l'équilibrage entre éléments stabilisateurs de la ferrite (Cr, Mo, Si) et éléments stabilisateurs de l'austénite (Ni, N, C) [22].

#### **1.6.4.1 Transformations structurales consécutives à un traitement thermique**

Nous regrouperons en trois catégories les évolutions structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques :

- ✓ Celles se produisant au-dessus de 1050 °C (Cette transformation peut présenter une structure de type Widmanstätten ou ferrite aciculaire).
- ✓ Celles se produisant dans l'intervalle 600-1050 °C (précipitation des carbures et des nitrures et formation des phases intermétalliques).
- ✓ Celles se produisant en dessous de 600 °C (Les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter un phénomène de fragilisation à température inférieure à 600 °C) [23].

#### **1.6.4.2 Précipitation de phase secondaire**

En exposant les aciers inoxydables duplex à des températures inférieures à 1000°C plusieurs transformations peuvent se produire au niveau de la microstructure. Ces transformations peuvent être divisées en deux groupes selon les intervalles de température dans lesquels elles se produisent comme montré sur la figure 1.14.

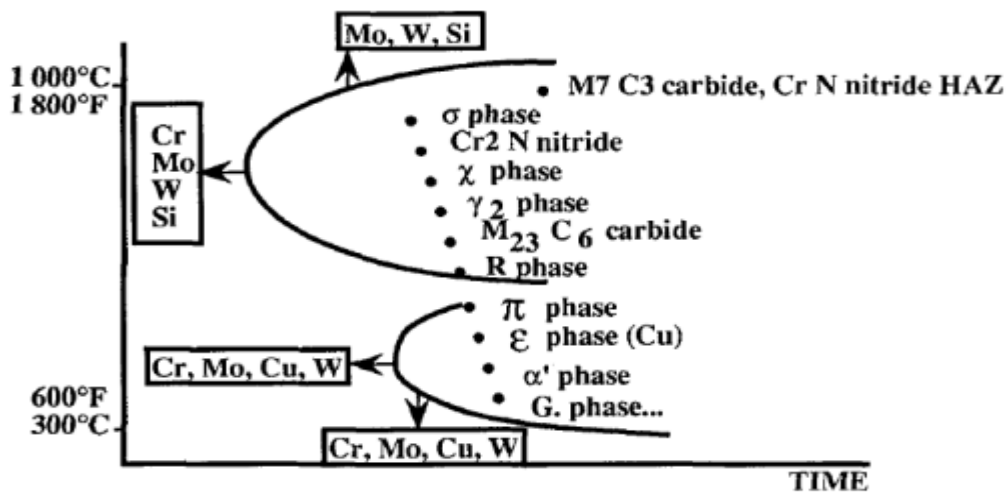


Figure 1.14 : Diagramme TTT, précipitation possible dans les aciers inoxydables duplex [24].

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

Une séparation spontanée de la ferrite en deux phases non miscibles à 475°C forme une structure submicronique de deux phases alpha  $\alpha$  et alpha prime  $\alpha'$ , (riche en chrome). Cette dernière favorise la précipitation du nitrure  $\text{Cr}_2\text{N}$  sous forme d'un réseau aiguillé. Une phase appelée phase G peut se générer à l'interface  $\alpha/\alpha'$  après de longues heures de maintien à une température entre 300 et 400°C avec un enrichissement local en Si et Ni.

La présence du cuivre dans l'alliage produit un durcissement complémentaire en lien avec la précipitation de la phase  $\epsilon$  très riche en Cu dans la ferrite [24, 25, 26].

Dans ce qui suit on va discuter et décrire les différents précipités :

- **Les carbures**

La plupart des duplex contiennent un bas taux de carbone. Malgré cela et à cause de sa grande mobilité les précipitations de carbure se produisent en priorité par rapport aux autres phases. Dans les carbures de type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , l'élément M est principalement le chrome, partiellement substitué par le Fe, Mo ou le Ni, il se précipite entre 900 et 700°C lors des courtes expositions (inf à 0.5h) mais aussi après de longues expositions à des températures allant de 550 à 700°C.

Les carbures se précipitent principalement et préférentiellement aux joints de grains à l'interface ferrite/austénite suivant la réaction eutectoïde :  $\alpha \rightarrow \text{M}_{23}\text{C}_6 + \gamma_2$ , causant la migration de l'interface  $\alpha/\gamma$  dans le sens de la ferrite. La zone de ferrite proche de l'interface se transforme en austénite secondaire du fait que cette zone s'appauvrit en chrome et la résistance à la corrosion est affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. Le mécanisme de la formation de ces précipitations est montré schématiquement sur figure 1.15.

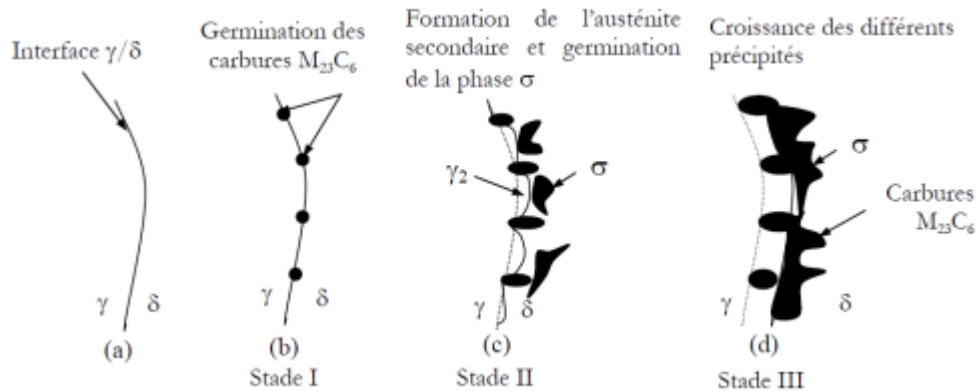


Figure 1.15 : Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite formation des carbures [27].

- **Les nitrures**

Avec l'augmentation de l'utilisation de l'Azote (jusqu'à 0.35%), élément fortement gamma-gène qui en solution solide retarde la formation des phases intermétallique, dans les aciers duplex et particulièrement dans les super duplex la précipitation des nitrures est devenue plus importante.

La précipitation des nitrures de Chrome de type  $Cr_2N$  se produit généralement dans les joints de grains où l'austénite est sursaturée en azote dans le même intervalle de température de la précipitation des carbures. Ces deux précipitations peuvent se produire simultanément.

Durant le soudage la microstructure refroidie rapidement, la ferrite devient sursaturée en Azote, il en résulte une compétition entre la précipitation de l'austénite et celle des nitrures de chrome. Il a été observé que durant le refroidissement rapide la microstructure se compose de grains ferritiques larges avec une petite fraction d'austénite à laquelle s'ajoute une quantité importante de niture inter granulaire ( $CrN$  sous forme de tige et  $CrN$  sous forme de plaques).

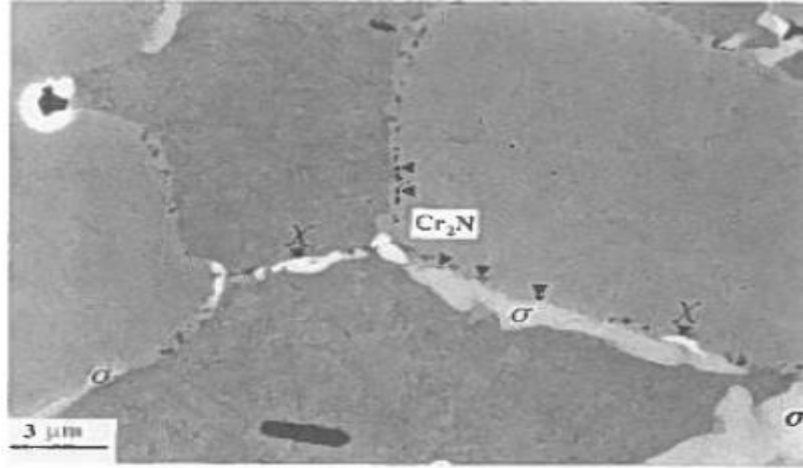
Les nitrures  $Cr_2N$ , de structure hexagonale dont la taille tend à augmenter avec leur diminution de la vitesse de refroidissement, et les nitrures  $CrN$ , de structure cubique, ont été aussi observés dans la ZAT des aciers duplex. Le vanadium, le fer et le molybdène sont ajoutés pour stabiliser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

- **La phase Chi  $\chi$**

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

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

La phase chi  $\chi$  est riche en molybdène et pauvre en chrome, un taux minimal de 2% de molybdène est nécessaire pour sa formation. Ces deux phases coexistent, l'utilisation du microscope électronique à transmission permet l'identification de la phase  $\chi$ . Cependant l'utilisation du microscope électronique à balayage est plus efficace pour avoir la distribution de cette dernière. Contenant environ 20% de molybdène, la phase chi  $\chi$  apparaît plus brillante (blanche sur la figure 1.16) que la phase sigma  $\sigma$  [25,26].



*Figure 1.16 : Image obtenue par MEB, surface polie d'un acier super duplex 2207 vieilli pendant 10 min à 850°C [25].*

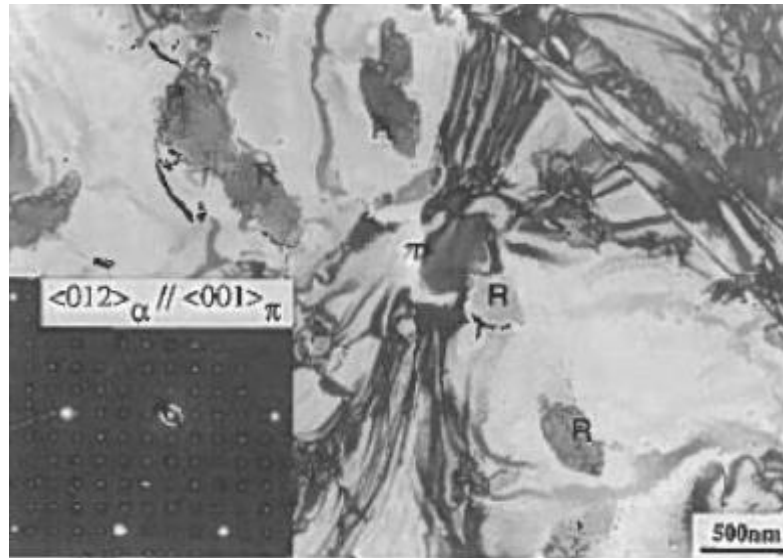
- **La phase R**

La phase R précipite entre 650 et 550°C dans un stade initial de vieillissement, et disparaît après un certain temps en se transformant en phase sigma. C'est une phase intermétallique riche en molybdène qui a une structure cristalline trigonale.

Dans un métal soudé elle se compose d'environ 30%Fe, 25%Cr, 6%Ni, 35%Mo et 4%Si. Dans des recherches récentes il a été démontré que, la dureté ainsi que la température critique de la corrosion par piqûres, sont considérablement réduites par la formation de cette phase [25, 28].

- **La phase  $\pi$**

Une observation intéressante est à l'origine de la découverte de la phase  $\pi$ , des nitrures, dans un métal soudé. Cette phase a été trouvée à l'intérieur des grains, et comme la phase R elle contribue à la fragilisation du matériau et à la réduction de la température critique de la corrosion par piqûres après un vieillissement long à température constante (600°C). Elle contient approximativement 28%Fe, 35%Cr, 3%Ni et 35%Mo. La structure cristalline de cette phase est de type cubique. Cette phase apparaît à l'aide du microscope électronique à transmission, figure 1.17 [25, 28].



**Figure 1.17** : Image obtenue par microscope électronique à transmission d'un acier soudé 22Cr-8Ni-3Mo après vieillissement de 24h à 600°C [25].

- **La phase  $\sigma$**

La phase  $\sigma$  est une phase intermétallique, amagnétique, dure et fragile. Elle existe pour des teneurs en chrome comprises entre 23 et 70 %. Elle fragilise donc l'ensemble de l'acier. En parallèle, la tenue à la corrosion est amoindrie (par suite de l'hétérogénéité de la teneur en chrome).

Cette phase précipite généralement dans un large domaine de température allant de 600 à 950 °C. Outre le fer, la phase sigma contient du chrome et du molybdène ; elle peut aussi contenir du silicium et du tungstène.

Certains éléments comme le molybdène, le silicium, le nickel et le manganèse agrandissent ce domaine d'existence, en particulier, vers les basses teneurs en chrome (par exemple 15 %).

Notons que la formation de phase  $\sigma$  concerne également la ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques et même les aciers austénitiques à forte teneur en éléments d'alliage [29,30].

Les aciers austéno-ferritiques se solidifient dans le domaine ferritique et c'est au cours du refroidissement qu'une partie de la ferrite se transforme en austénite. Les principaux avantages de cette famille d'aciers sont :

- Une limite d'élasticité élevée (460 MPa) de l'ordre de deux fois celle des nuances austénitiques standards.
- Une résistance à la corrosion excellente (corrosion localisée et corrosion sous contrainte).
- Un coût raisonnable dû à leur basse teneur en nickel (~5 %) [31].

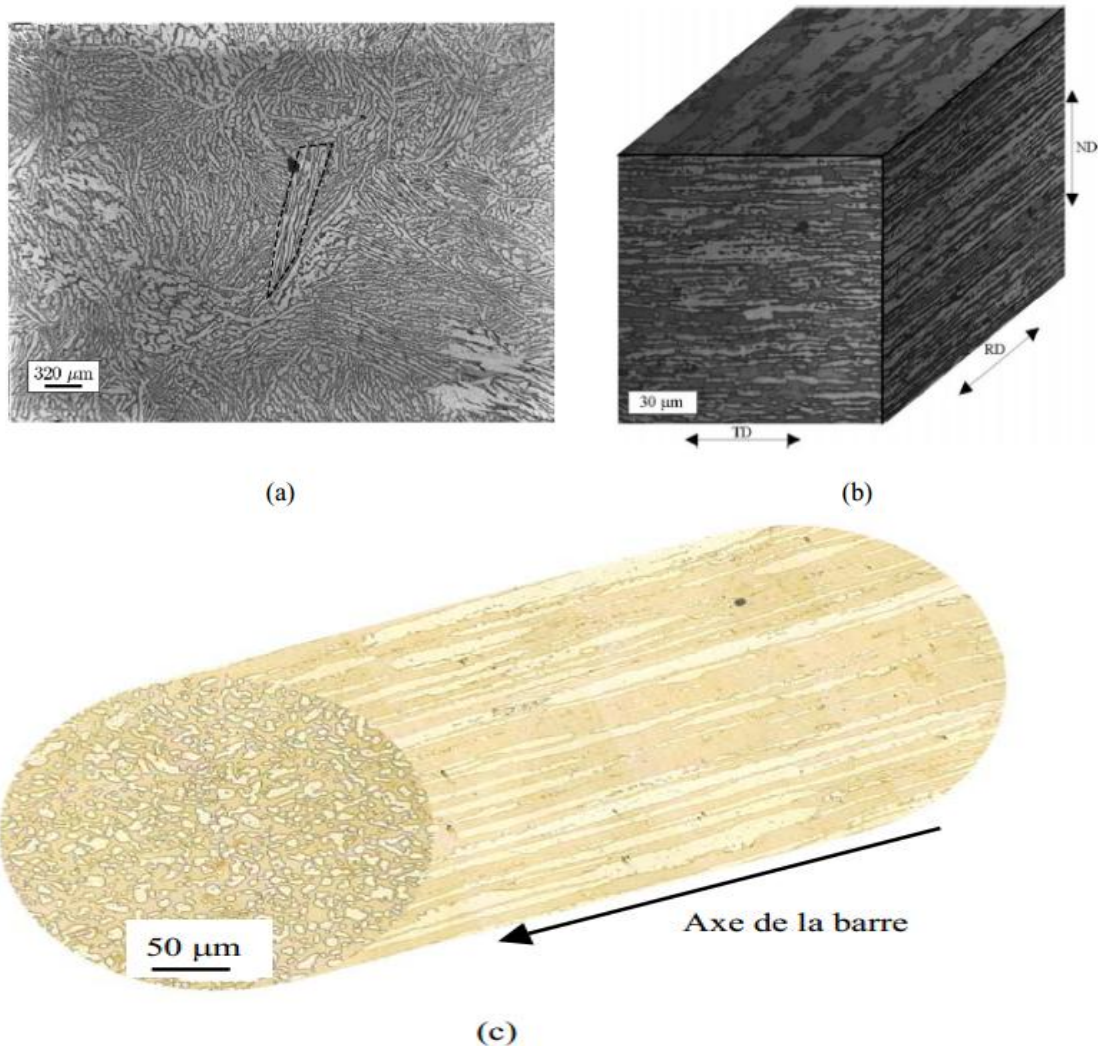
Les bonnes propriétés de ces aciers proviennent de leur structure biphasée :

- ✓ La ferrite assure une bonne résistance mécanique et une excellente résistance à la corrosion.
- ✓ L'austénite améliore la ductilité et augmente la résistance à la corrosion uniforme [3].



Dans la pratique les aciers inoxydables duplex peuvent être élaborés par moulage, forgeage, ou laminage.

La figure 1.18 présente les différentes microstructures des aciers inoxydables duplex.



**Figure 1.18 :** Microstructure d'aciers austéno-ferritiques : moulé (a) laminé (b) et forgé (c) (Ferrite en sombre, austénite en clair) [32].

Les aciers duplex moulés présentent une structure particulière (structure de Widmanstätten) comme la montre la figure 1.18(a) : lors du processus de refroidissement à l'élaboration, des lattes d'austénite de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$  d'épaisseur se forment dans la matrice ferritique. Dans ces aciers, la proportion de la ferrite est minoritaire, elle excède rarement 30% en volume. Les grains ferritiques sont beaucoup plus gros, leur taille varie de  $30\ \mu\text{m}$  à  $1\ \text{mm}$ .

La microstructure des aciers laminés (figure 1.18(b)) et forgés (figure 1.18(c)) se présente sous forme d'îlots d'austénite allongés dans le sens du laminage ou du forgeage, noyés dans la matrice ferritique. Les proportions des phases austénitique et ferritique sont généralement équivalentes (50% - 50%) pour les aciers laminés et forgés. Les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  sont polycristallines. La taille des grains austénitiques varie entre  $5$  et  $10\ \mu\text{m}$  et celle des grains ferritiques entre  $10$  et  $30\ \mu\text{m}$  [21].

## 1.7 Les principales applications des aciers inoxydables

De ces différents critères et de l'agressivité des milieux avec lequel l'acier inoxydable sera en contact et donc de la résistance à la corrosion attendue, le tableau 1.4 donne un résumé des principales situations rencontrées.

Plusieurs diagrammes ont été proposés, partant du constat que certains éléments d'alliages ont un effet  $\alpha$ -gène et d'autres un effet  $\gamma$ -gène, pour déterminer la structure des aciers inoxydables [18].

**Tableau 1.4:** Principales applications des aciers inoxydables [5].

<i>Application</i>	<i>Famille de nuances</i>	<i>Résistance à la corrosion</i>	<i>Caractéristiques mécaniques</i>	<i>Formage, emboutissage, cintrage</i>	<i>Soudage</i>
Industrie alimentaire	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-(Mo)	***	*	*	**
Ustensiles Ménagers	Austénitiques : Fe-Cr-Ni	***	*	***	*
Echappement automobile	Ferritiques : Fe-Cr-(Ti/Nb)	**	**	***	*
Appareils électroménagers	Austénitiques : Fe-Cr-Ni Ferritiques : Fe-Cr-(Ti)	**	*	***	**
Matériels de Transport	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-(N) Ferritiques : Fe-Cr	**	***	**	**
Couteaux, instruments chirurgicaux	Martensitiques : Fe-Cr-(Ni-Mo)	**	***		
Industries chimiques et papetières	Austénitiques : Fe-Cr-Ni-Mo Austénoferritiques : Fe-Cr-Ni-Mo :	***	**	*	***
*** : très élevées ** : élevées * : moyenne					

## **1.8 Conclusion**

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

## *Chapitre 2 : La métallurgie de soudage des aciers inoxydables*

## 2.1 Introduction

Le soudage est une opération qui consiste à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler ; soit par chauffage, soit par intervention de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans métal d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base.

Le soudage est un procédé qui se caractérise par une grande complexité de phénomènes physico-chimique et des paramètres qui rentrent en jeu. La liaison atomique réalisée au niveau du joint nécessite l'intervention d'une source d'énergie extérieure qui crée une élévation de la température dans les pièces.

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

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

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

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

On estime aujourd'hui que 60 à 80% de la production mondiale de l'acier est destinée à la fabrication des produits soudés. Le soudage est utilisé dans les domaines de la fabrication et des assemblages métalliques à partir de la microélectronique jusqu'à la fabrication de grands corps de presses hydrauliques [33].

## 2.2 Les principaux procédés de soudages

L'assemblage des aciers inoxydables peut s'effectuer par des nombreux procédés de soudage tels que : soudage à arc avec électrode enrobée, sous flux, procédé MIG, TIG, soudage au plasma, soudage par faisceaux d'électrons et par faisceaux laser [34]. Les procédés les plus utilisés et les plus efficaces pour le soudage des aciers inoxydables (cas des aciers inoxydables duplex) sont : le soudage TIG (Tungsten Inert Gas Welding) et le soudage à l'arc avec électrode enrobée (SMAW).

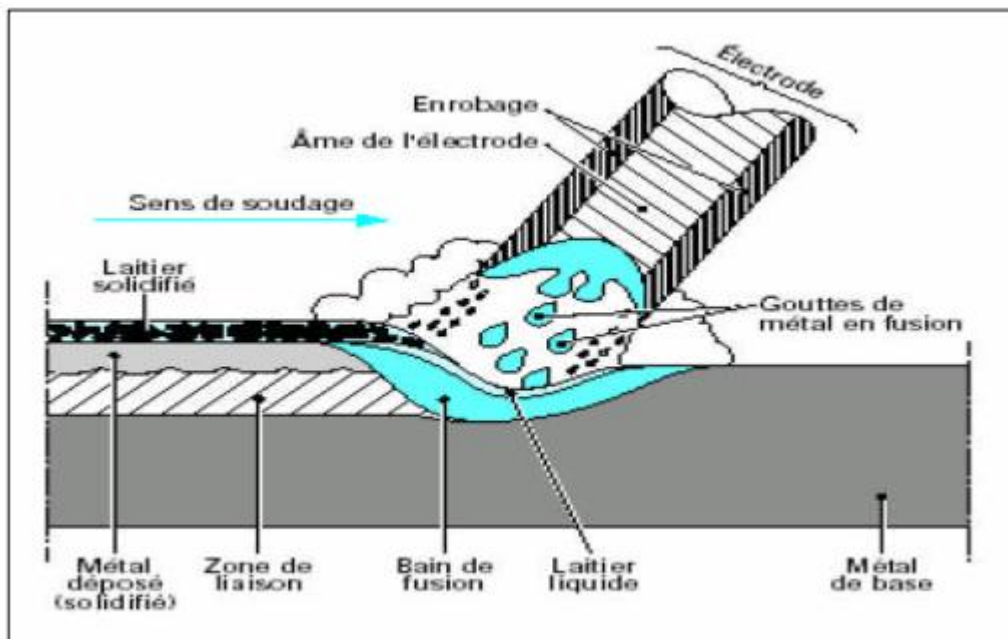
### 2.2.1 Le soudage à arc avec électrode enrobée (SMAW)

Le soudage à l'arc avec électrode enrobée est un procédé à la fois rapide et d'une bonne souplesse d'utilisation sur 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 métallique constituée par un fil en acier inoxydable qui permet la conduction de courant, apporte le métal, forme le cordon et comporte les éléments d'alliages devant assurer une grande partie 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 [34].

Le procédé est schématisé dans la figure 2.1



**Figure 2.1:** Schéma représentatif du principe de soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée (SMAW) [35].

Cet enrobage de l'électrode procède un triple rôle, sont :

- Il protège le métal fondu du contact de l'acier et évite l'oxydation du chrome.
- Contribue à la bonne qualité métallique du joint à sa résistance à la corrosion.
- Stabilisateur de l'arc [34].

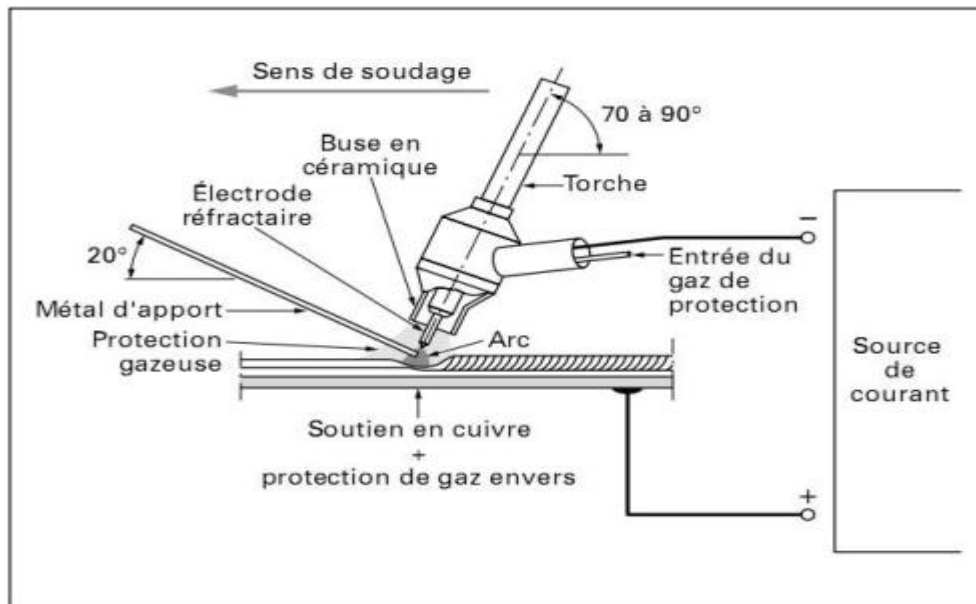
### 2.2.2 Le soudage TIG

Le soudage TIG est un procédé à l'arc sous protection d'un gaz inerte avec une électrode infusible (tungstène) où l'arc jaillit entre l'électrode de tungstène et la pièce à souder au sein de l'enceinte protégée (l'atmosphère du gaz inerte). Le métal d'apport est amené soit manuellement ou automatiquement dans le bain de fusion (Figure 2.2). L'électrode en tungstène peut contenir des éléments d'alliages qui favorisent l'émission électronique telle que le thorium. Parfois un mélange argon-hélium est utilisé pour augmenter la pénétration du bain de fusion [36].

Le soudage TIG peut s'effectuer sans métal d'apport, contrairement à d'autres procédés à l'arc (électrode enrobée, MIG, MAG...). Néanmoins, un supplément de matière peut être apporté, sous forme de fil ou de baguette.

L'appareillage comporte une source de courant alternative ou continu, un dispositif d'amorçage, une bouteille de gaz avec détendeur et débitmètre, une torche spécifique du procédé et divers accessoires.

La figure ci-dessous représente les différents constituants du soudage TIG :



*Figure 2.2: Principe du soudage à l'électrode réfractaire TIG manuel [37].*

Le soudage des aciers inoxydables est toujours effectué en courant continu en polarité directe (pôle négatif du générateur relié à l'électrode). Dans ces conditions, c'est la pièce qui est soumise au bombardement électronique alors que l'électrode réfractaire ne s'use que très peu. Le soudage peut se faire manuellement (torche tenue à la main) ou de manière automatique. Le flux de gaz inerte qui protège la zone de l'arc de l'atmosphère ambiante permet d'obtenir un arc très stable [37].

### 2.3 Caractéristique de soudure

Le soudage est le procédé qui permet de reconstituer la continuité métallique entre les surfaces des éléments à assembler. Pour activer les surfaces, la fusion est une méthode très efficace qui permet également le nettoyage des surface afin d'assurer l'installation de la liaison métallique. On obtient ainsi, après solidification, un joint homogène de même composition que le métal de base, ou un joint homogène dans le cas de métaux différents. Quel que soit le procédé de soudage par fusion, la structure d'une soudure d'un alliage est composée de 4 zones principales (Figure 2.3) [37].

- **Métal de base (MB) :** Le métal de base est la partie du matériau qui ne subit pas de modifications.

- **La zone affectée thermiquement (ZAT) :** c'est une partie du métal de base qui n'a pas été fondu, mais elle a subi des modifications microstructurales à cause de la chaleur du soudage.

- **La zone de liaison (ZL) :** Cette zone correspond à la limite jusqu'à laquelle le métal de base a été porté à la fusion. Elle délimite ainsi la zone fondue et elle est mise en évidence par la différence de structure que l'on constate de part et d'autre.

▪ **La zone fondue (ZF)** : est la région chauffée au-dessus de la température du liquidus. La structure du métal de base initiale est changée par les processus de fusion et solidification, et la composition peut également varier par évaporation de certains éléments de l'alliage. Un mélange complet des éléments est obtenu par les mouvements de convection forcés [39, 40].

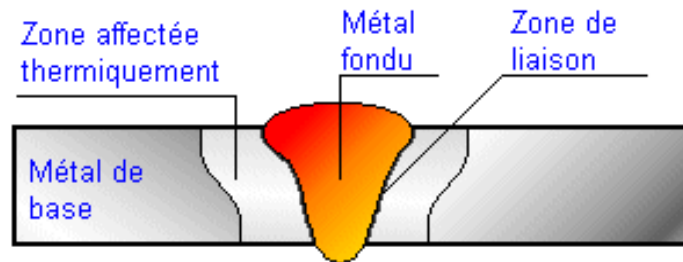


Figure 2.3: Les différentes zones de soudure.

## 2.4 Phénomènes thermiques de soudage

### 2.4.1 Cycles thermique de soudage

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

- Un chauffage très rapide jusqu'à une température comprise entre la température initiale et la température de fusion du métal.
- Un refroidissement qui succède immédiatement au chauffage et dont la cinétique dépend essentiellement des paramètres de soudage [41].

La courbe  $\theta = f(t)$  de la figure 2.4 nous renseigne sur les grandeurs suivantes :

- La température maximale atteinte  $\theta_m$ .
- Le temps  $T_s$  de séjour au-dessus d'une température  $\theta_s$ .
- La loi de refroidissement, traduite par le temps de refroidissement  $Tr(\theta_1, \theta_2)$  entre deux température  $\theta_1$  et  $\theta_2$  ou par la vitesse de refroidissement  $V_R$  à une température  $\theta_R$ .

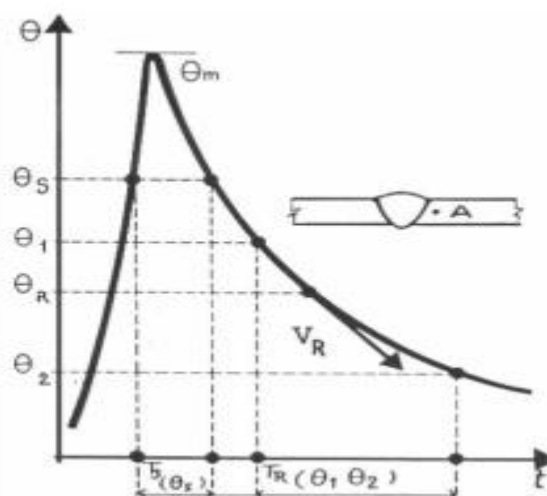


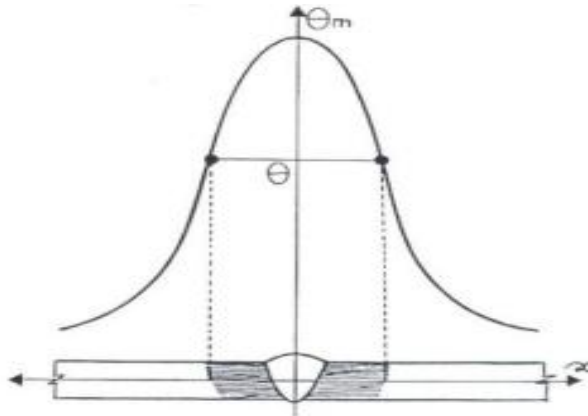
Figure 2.4: Variation de la température  $\theta$  en fonction du temps  $t$  au point A lors de chauffage et de refroidissement [42].



L'interprétation métallurgique de tous les phénomènes résultant d'un effet thermique requiert, comme condition nécessaire, la connaissance de la température atteinte. A cette condition de température s'ajoutent une ou plusieurs conditions de temps, qu'il s'agisse de réchauffement, du séjour à température ou du refroidissement.

Pour interpréter les phénomènes qui prennent naissance, durant l'opération de soudage, en un point donné de l'assemblage, il faut donc connaître le cycle thermique de soudage, c'est-à-dire la variation de la température en fonction du temps [41].

La figure 2.5 représente la variation de la température maximale  $\theta_m$  atteinte en chaque point en fonction de la distance  $x$ .



*Figure 2.5: Variation de la température  $\theta$  en fonction de la distance  $x$  [42].*

Ainsi déterminées, en un point de l'assemblage, les grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent naissance en ce point. Par exemple, la répartition thermique aux alentours d'une soudure. Cette répartition se détermine par le tracé de la courbe  $\theta_m = f(x)$ . Durant le cycle de soudage, des changements microstructuraux dans le métal de base sont provoqués. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point.

### 2.4.2 Soudage multi passes

Jusqu'ici l'étude s'est portée sur une soudure en une seule passe. Concernant le soudage multi passes ou poly passes il y a lieu de prendre en considérations d'autres paramètres tels que :

- La température initiale.
- Le nombre, la disposition des passes et de leurs conditions d'exécution.
- L'intervalle de temps entre passe.
- La position par rapport à la soudure du point dont on suit la variation de température [42].

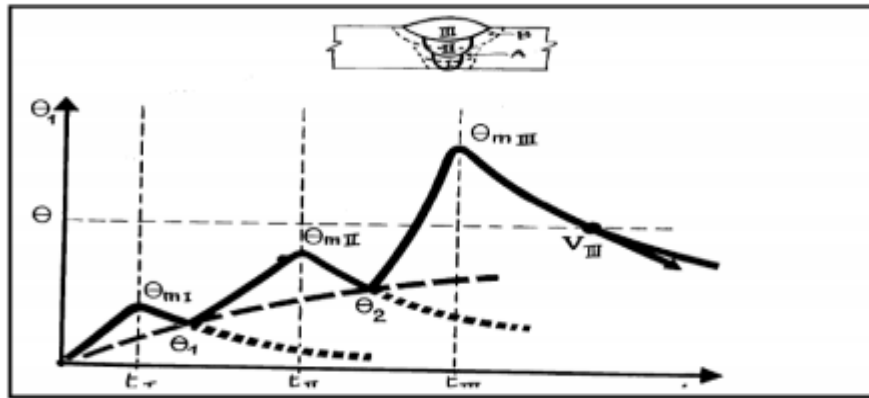


Figure 2.6: Les effets thermiques du soudage en plusieurs passes, dans le cas d'une soudure sur bords chanfreinés en V, exécutée en trois passes sans préchauffage [42].

## 2.5 Facteurs influençant des phénomènes thermiques

### 2.5.1. Influence de métal de base

Il intervient par ses propriétés physiques (la conductibilité thermique et la capacité calorifique), la masse de métal, pratiquement représentée par son épaisseur intervient également. Il faut tenir compte de l'influence géométrique (épaisseur, position des pièces à souder, chanfreins).

### 2.5.2. Influence de la température initiale

La température initiale de la pièce est également un facteur de grande influence sur le cycle thermique. Elle joue sur le temps de séjour à haute température, ainsi que sur la vitesse de refroidissement. Elle peut être contrôlée par un préchauffage ou post chauffage.

#### - Préchauffage :

Le préchauffage est utilisé pour éviter la formation de structures fragiles dans la ZAT, et pour permettre à l'hydrogène dissout dans les pièces de diffuser vers l'extérieur, et le principal but du préchauffage est l'amélioration des conditions de refroidissement, en vue d'éviter la formation de constituants de trempe ou de semi-trempe (martensite).

### 2.5.3. Influence des conditions de soudage

L'influence des conditions de soudage peut s'exprimer en fonction de l'énergie mise en jeu durant l'opération.

A chaque procédé de soudage est associée une énergie de plus au moins grande valeur. Cette valeur qui qualifie l'apport calorifique, intervient lors du processus physico-chimique du soudage en modifiant les caractéristiques du cycle thermique (température maximale, vitesse d'échauffement et de refroidissement).

#### - Calcul de l'énergie de soudage :

1- l'énergie nominale ( $E_n$ ) : c'est l'énergie directement fournie par l'arc.

$$E_n = \frac{60 \times U \times I}{1000 \times V} \text{ [Kj/cm]}$$

V : vitesse de soudage [cm/min].

**2- l'énergie équivalente (Eeq) :** elle résulte d'une correction de l'énergie nominale en fonction du coefficient k et du rendement de l'arc.

$$E_{eq} = E_n \times \eta$$

$\eta$  : En fonction du procédé de soudage, du type de courant, de l'épaisseur des pièces assemblées et de la nature des métaux.

## 2.6 Facteurs influençant des phénomènes liquides

### - La dilution :

Ce facteur-là aussi un rôle à jouer sur les propriétés et comportements du cordon de soudure. Le métal fondu est constitué d'un mélange (Métal d'apport +Métal de base) en proportions respectivement proportionnelles à la surface extérieure au profil initial du chanfrein.

La dilution signifie la proportion du métal de base fusionnée entrant dans la composition du métal fondu Elle est exprimée comme suit :

$$dilution = \frac{v}{V} \times 100$$

Où :

- v : volume du métal de base fondu.
- V : volume globale du métal fondu.

En l'absence de métal d'apport, cette dilution, bien entendu, égale à 100% [41].

## 2.7 Métallurgie du soudage des aciers inoxydables duplex

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

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

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

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

Les cycles thermiques à basses températures n'affectent pas les proportions des phases mais seulement les précipitations des phases intermétalliques. Pour éviter ces précipitations un refroidissement rapide est nécessaire (trempe à l'eau).

Pour les soudures, la trempe à l'eau n'est ni pratique ni obligatoire [6].

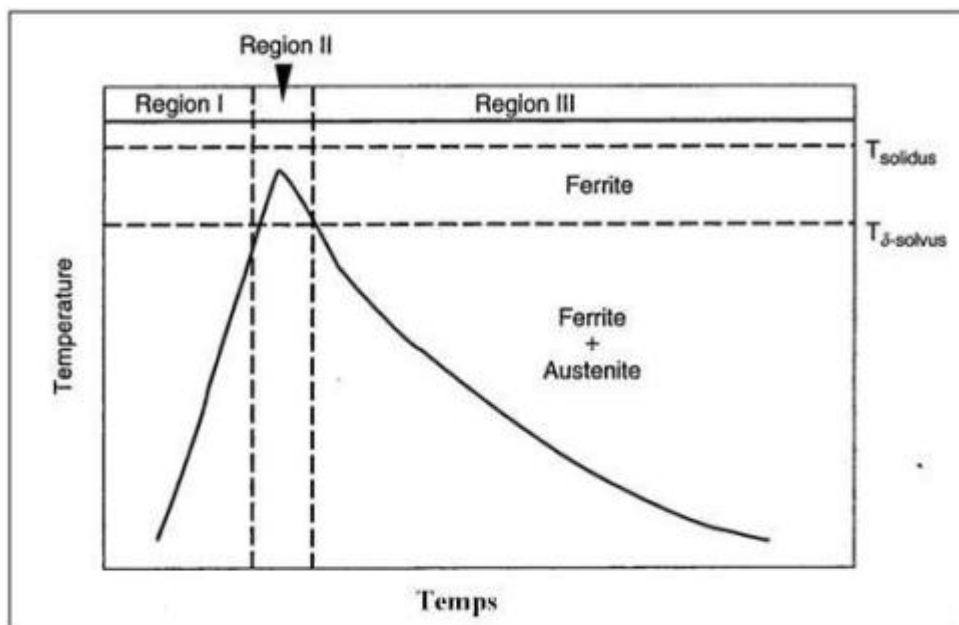
### 2.7.1 Evolution de la structure de la zone affectée thermiquement

Lors du refroidissement plusieurs transformations se produisent dans cette zone. La croissance des grains de la ferrite se produit malgré l'apparition de l'austénite durant le soudage. Les joints de grains de la ferrite sont grossiers et restent apparents. L'austénite se forme dans les joints de grains au début et ensuite à l'intérieur des grains de la ferrite d'une façon similaire comme dans la coulée.

Les premiers duplex contenaient jusqu'à 0.10% de carbone ce qui les rendaient très susceptible à la formation de carbures dans la ZAT. Il en résulte une soudure avec des propriétés mécaniques médiocres et une mauvaise résistance à la corrosion.

En revanche, les duplex modernes contiennent peu de carbone (0.01%) et beaucoup d'azote, ce qui implique la disparition de carbures dans la ZAT et la stabilisation de l'austénite. Les soudures ainsi obtenues ont de très bonnes propriétés [6].

Pour mieux comprendre les phénomènes qui se produisent dans la ZAT, cette zone a été divisée en trois régions comme la montre la figure ci-dessous.



**Figure 2.7:** Cycle thermique d'un duplex obtenu près de la ligne de fusion dans la zone affectée thermiquement [28].

Comme dans plusieurs cas de soudage d'aciers, la zone affectée thermiquement des soudures d'aciers duplex est constituée de deux parties principales :

- La zone de surchauffe (adjacente à la zone fondue).
- La zone de recuit partiel (adjacente au métal de base).

Le cycle thermique d'un acier duplex 2507 à 0.1 % N peut être partagé en trois régions (figure 2.7).

- **Région I :** la température atteinte (proche de  $T_{liquidus}$ ) par le métal déclenche la transformation de l'austénite en ferrite. La transformation se poursuit jusqu'à ce que la structure soit entièrement ferritique.
- **Région II :** entièrement ferritique, l'effet de la température se traduit par la croissance des grains de la ferrite.

- **Région III** : durant le refroidissement à partir de cet état, l'austénite se reforme par précipitation aux joints de grains ferritiques de manière similaire à ce qui se passe lors de la solidification des soudures. Cette transformation dépend de la vitesse de refroidissement. En effet, une grande vitesse de refroidissement implique une structure principalement ferritique [28].

### 2.7.2 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite

Pendant la solidification de l'acier duplex notamment du métal fondu des soudures, il se forme une structure presque entièrement ferritique, en poursuivant le refroidissement la phase austénitique est amorcée aux joints de grains ferritiques. La transformation s'effectue selon la séquence suivante [41] :



En effet, la solidification de la ferrite implique la croissance épitaxiale à partir du métal de base aux joints fusionnés. La croissance de la dendrite initiale est orientée selon le gradient thermique.

La précipitation de l'austénite dépend de la composition du métal soudé, sa formation initiale se produit intergranulairement. La précipitation de l'austénite est un processus de nucléation et de croissance contrôlé par la diffusion.

Ainsi la vitesse de refroidissement est d'une importance majeure dans la détermination de l'étendue de cette transformation. Pour des vitesses de refroidissement lentes on aura la formation de plus d'austénite et pour des vitesses de refroidissement rapides on aura la formation de peu d'austénite. Cependant, comme la nucléation est facilitée aux joints de grains, une taille petite des grains de ferrite, en principe, favorise des quantités d'austénite élevées [43].

On note que la taille des grains ferritiques dans le métal fondu et la ZAT augmente avec l'apport de chaleur utilisé dans l'opération de soudage. Dans l'acier 2205 (figure 2.8), la taille des grains augmente de presque 5 fois quand l'apport de chaleur passe de 0.25 à 1.7 KJ/mm. L'acier super duplex 2507 présente un comportement similaire ; cependant la croissance des grains dans la ZAT est légèrement retardée [44].

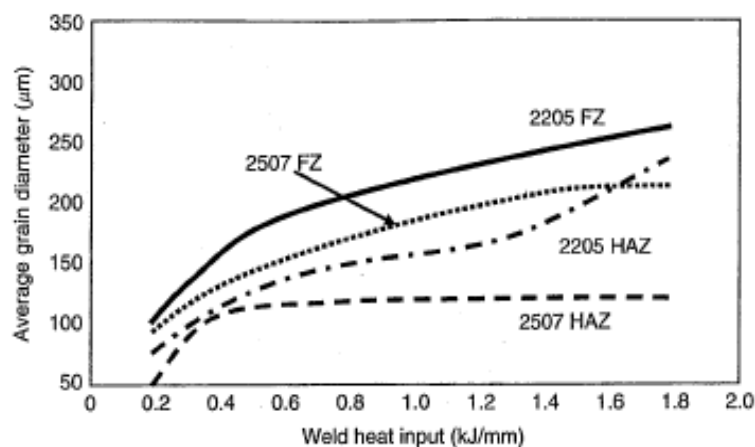


Figure 2.8: Effet de l'apport de chaleur sur la taille des grains ferritiques [44].

## **2.8 Conclusion**

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

Les progrès de la métallurgie du soudage et de la soudabilité de ces aciers seront la clé de leurs vastes mises en œuvre. L'optimisation des paramètres de soudage-énergie et la composition du métal d'apport permettent généralement de s'affranchir de tout traitement thermique après soudage.

## *Chapitre 3 : Techniques expérimentales*

### 3.1 Introduction

De nombreuses techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation ont été utilisées pour caractériser la microstructure des échantillons en fonction de leur historique thermique. La soudure étant réalisée par les ingénieurs de GTP. Dans cette partie nous présentons en détail ces techniques et les matériaux utilisés pour la réalisation de ce travail.

### 3.2 Matériaux utilisés

#### 3.2.1 Métal de base

Nous avons utilisé pour la réalisation de ce travail un acier inoxydable austéno-ferritique (super duplex) de nuance **A790-S32750** selon la norme **ASME**. Son état initial est caractérisé par la présence d'une structure biphasée constituée de deux phases, l'austénite  $\gamma$  de structure CFC et la ferrite  $\delta$  de structure CC. La composition chimique du métal de base est donnée dans le tableau 3.1 :

*Tableau 3.1: Composition chimique du métal de base.*

Elément	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N	Fe
%m	0.012	0.65	0.45	0.023	0.0005	6.65	25.5	3.58	0.33	0.2715	62,533

Le tableau ci-dessous représente les propriétés mécaniques de métal de base :

*Tableau 3.2: Propriétés mécaniques de métal de base.*

<i>Limite d'élasticité minimale 0.2% (MPa)</i>	550
<i>Résistance à la traction (MPa) au minimum</i>	800
<i>Allongement (%) au minimum</i>	25

#### 3.2.1 Métal d'apport

Pour la réalisation des différentes soudures, nous avons utilisé un métal d'apport de nuance **ERNiCrMo-4** (selon AWS) pour le soudage **TIG** et **ENiCrMo-4** (selon AWS) pour le soudage **SMAW**. L'analyse de la composition chimique de ces deux métaux par spectroscopie a permis d'obtenir les pourcentages massiques des différents éléments d'alliage. Ces quantités sont données dans le tableau 3.3 :

*Tableau 3.3: Composition chimique du métal d'apport.*

Elément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu	Co	Fe
% m(TIG)	<0.01	<0.01	0.5	0.005	0.001	15.5	15.5	58.9	<0.1	3.3	<0.1	<0.1	5.7
% m(SMAW)	0.02	<0.1	0.6	0.005	0.002	15.5	15.7	57.9	0.2	3.6	<0.1	<0.1	6.2

### 3.3 Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage

Avant l'opération de soudage, l'éprouvette doit être nettoyée de tout oxyde, huile, graisse, impureté ou autre matière déposée dessus car pouvant provoquer des défauts lors de la solidification du métal fondu. Un nettoyage manuel avec une brosse en acier inoxydable ou un solvant chimique est acceptable.



Après le nettoyage des éprouvettes, un chanfrein doit être préparé pour être rempli du métal déposé. La forme et les dimensions de ce chanfrein dépendent de la géométrie de l'éprouvette à souder. Dans notre cas, un chanfrein de type V a été usiné. Les caractéristiques géométriques de ce chanfrein sont représentées schématiquement dans la figure 3.2.

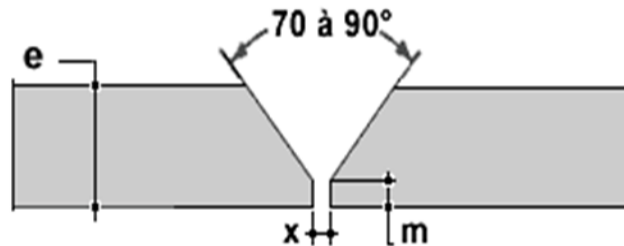


Figure 3.1: Forme et dimensions du chanfrein préparé.

Dans notre cas on a que :  $x=4mm$ ,  $m=1.6mm$ ,  $e=12.7mm$  et l'angle  $\alpha=70^\circ$

### 3.3.1 Conditions du mode opératoire

#### 3.3.1.1 Préchauffage

En général, le préchauffage des aciers inoxydables duplex et super duplex n'est pas exigé sauf lorsque des effets de bridage sévère sur des structures à forte teneur en ferrite (ZAT) peuvent provoquer la fissuration par hydrogène. Dans de tels cas, un préchauffage jusqu'à  $150^\circ\text{C}$  est recommandé.

#### 3.3.1.2 Température entre passes

Pour les aciers duplex à 23 % Cr sans Mo et 22 % Cr, la température entre passes ne doit pas dépasser  $200^\circ\text{C}$  ; elle ne doit pas dépasser  $150^\circ\text{C}$  pour les nuances duplex et super duplex. Une température maximale de  $100^\circ\text{C}$  est recommandée pour obtenir des propriétés optimales pour le métal fondu. Lorsqu'un traitement d'hypertrempe doit être appliqué après soudage, il n'est pas exigé de limite particulière aux temps entre passes [38].

#### III.3.1.3 Energie de soudage

Lors de l'opération de soudage des aciers inoxydables duplex, l'énergie de l'arc doit être choisie en fonction de l'épaisseur des pièces à souder. D'une manière générale, cette énergie peut être calculée selon la formule suivante :

$$E_n = \frac{60 \times U \times I}{1000 \times V_s} \text{ [Kj/cm]}$$

- I et U : intensité et tension du courant
- $V_s$  : vitesse d'avance de la torche ou de l'électrode de soudage (**mm/min**).

#### 3.3.1.4 Protection envers

Les procédés de soudage à l'arc, et particulièrement le soudage TIG, impliquent nécessairement des moyens de protection du bain de métal en fusion contre le phénomène d'oxydation. La protection externe est assurée par un courant d'argon amené par la torche et la protection interne par un balayage d'argon. Les soudures mal protégées présentent en général un certain état d'oxydation du métal fondu et de la zone affectée thermiquement [45].

Dans le soudage des aciers inoxydables duplex, l'argon est le plus utilisé comme gaz de protection pour son moindre coût et son faible potentiel d'ionisation qui favorise la formation d'un plasma au passage de l'arc électrique. De plus, l'argon étant plus lourd que l'hélium, il enveloppe plus longtemps la surface de soudage assurant ainsi une meilleure protection. On notera que l'utilisation de l'hélium comme gaz de protection, de par son potentiel d'ionisation élevé et sa meilleure conductivité thermique, conduit à une tension d'arc supérieure et donc à une énergie transférée plus importante ; cependant sa densité plus faible entraîne une distribution spatiale de température plus large. Le débit optimal de gaz ne doit pas perturber le bain liquide et un écoulement laminaire est préférable.

### 3.3.2 Procédés de soudage utilisés

Le choix d'un procédé de soudage pour assembler les aciers inoxydables duplex est dicté par des impératifs technologiques et économiques. Parmi les procédés utilisés pour l'assemblage de ces aciers on trouve le SMAW, SAW, MIG, et le TIG.

Pour le soudage des tubes, il est de pratique courante d'exécuter la passe de fond par soudage TIG pour assurer la pénétration, puis les passes de remplissage en soudage manuel avec électrode enrobée.

Pour effectuer les soudures bout à bout de notre étude, faites en sept passes, deux procédés ont été choisis. Les deux premières passes (passe de fond) ont été réalisées en utilisant le procédé de soudage TIG (Tungsten Inert Gas) avec un métal d'apport de type **ENiCrMo-4** et les cinq passes qui restent appelés passes de bourrage, ont été exécutées par le procédé de soudage à l'arc manuel avec électrodes enrobées SMAW (Shielded Metal Arc Welding).

*Tableau 3.4: Paramètres de soudage.*

<i>N° De Passe</i>		1	2	3	4	5	6	7
<i>Procédé</i>		TIG	TIG	SMAW	SMAW	SMAW	SMAW	SMAW
<i>Métal d'apport</i>		<i>D(mm)</i>		2.4	2.4	2.5	3.2	3.2
<i>Courant De Soudage</i>	<i>Intensité(A)</i>	<i>I<sub>min</sub></i>	95	110	62	71	74	71
		<i>I<sub>max</sub></i>	104	120	64	78	80	76
	<i>Tension(V)</i>	<i>U<sub>min</sub></i>	9.8	10.1	21.3	21.7	20.9	21.3
		<i>U<sub>max</sub></i>	10.2	11.8	22.2	22.5	22.9	22.1
<i>Temps de soudage (mn)</i>		22mn 01s	9mn 46s	10mn 20s	09mn 47s	09mn 47s	9mn 16s	10mn 01s
<i>Vitesse de soudage (cm/min)</i>		4.29	7.04	7.24	7.37	7.63	7.42	6.87
<i>Energie de soudage (KJ/cm)</i>		14.82	12.1	11.77	14.29	14.41	13.58	14.74
<i>Température entre passes (°C)</i>		86	66	55	75	24	60	
<i>Temps entre passes (min)</i>		3	4	5	6	5	5	5

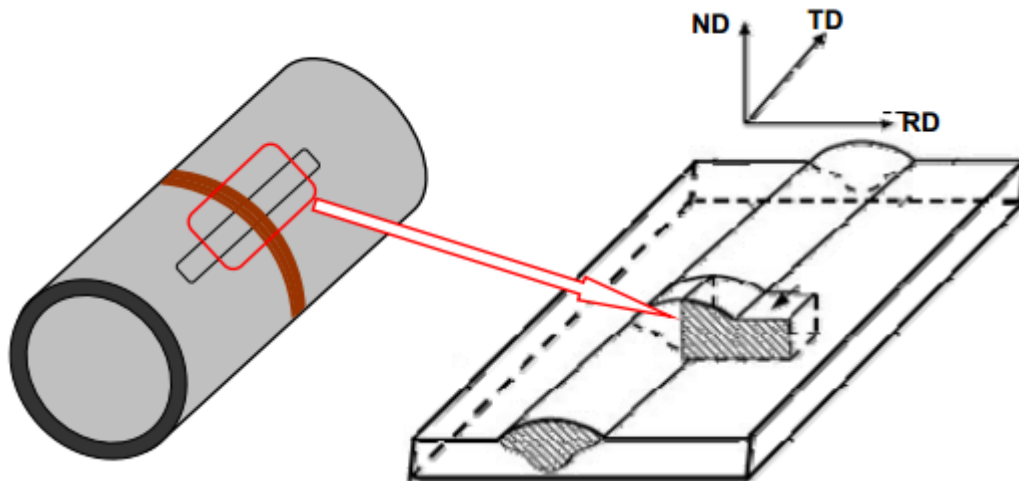
## 3.4 Caractérisation structurale

### 3.4.1 Méthode de prélèvement

Dans le cas du soudage, le suivi de l'évolution structurale en fonction des passes de soudage nécessite le plus souvent un prélèvement d'échantillon dans la direction transverse à celle du soudage. Pour notre travail, nous avons effectué des coupes transversales dans le cordon de soudure.

Le sens de soudage correspond à la direction TD de l'échantillon. Le sens de prélèvement de l'échantillon par rapport aux directions RD, TD et ND est représenté schématiquement dans la figure 3.2. Ce mode de prélèvement a été adopté pour toutes les observations microscopiques effectuées dans ce travail.

La connaissance des propriétés d'un matériau nécessite une évaluation de la forme, de la distribution, de la quantité et de la nature des constituants (phases) qui le compose. Pour une technique d'analyse donnée, le mode de prélèvement des échantillons à partir des composants industriels dépend de l'information recherchée.



*Figure 3.2: Représentation schématique du mode de prélèvement des échantillons à partir du tube soudé.*

### 3.4.2 Préparation des échantillons

Après découpage selon la démarche décrite ci-dessus, les différents échantillons ont ensuite subi une succession d'étapes de préparation pour l'observation au microscope optique :

- Polissage mécanique sous eau et sur papier abrasif de granulométrie croissante jusqu'à 1200.
- Polissage de finition réalisé sur drap avec utilisation de l'alumine mélangé avec de l'eau.
- Révélation de la microstructure au moyen d'attaques chimiques : En microscopie optique le choix du réactif d'attaque chimique dépend des détails microstructuraux recherchés (contraste de phase, joints de grains, précipités, ...etc).

- **Mécanisme de l'attaque électrolytique**

Pour révéler la microstructure des différents échantillons, nous avons procédé à l'attaque de la surface polie. Cette attaque peut être soit chimique ou électrolytique, selon le type d'alliage à attaquer. Dans notre étude, nous avons utilisé l'attaque électrolytique.

L'attaque électrolytique consiste à mettre la surface à attaquer en contact avec un électrolyte puis à faire passer un courant électrique à travers l'échantillon jouant le rôle d'une électrode. La tension, le temps d'exposition et le type de l'électrolyte utilisés dépendent de l'alliage à attaquer.

Pour l'analyse microstructurale des soudures de l'acier super duplex utilisé dans ce travail, deux attaques différentes ont été utilisées :

### 1- L'attaque électrolytique au NaOH

Pour réaliser cette attaque, nous avons préparés une solution aqueuse contient 20g de NaOH dissout dans 100 ml d'eau distillée.

L'utilisation de ce réactif permet la révélation des grains de ferrite et d'austénite et leurs interfaces, les joints des macles et la phase sigma en plus, il colore la ferrite en marron et colore la phase sigma en orange par contre l'austénite reste blanche, cette attaque est réalisée à la température ambiante avec des durées allant de 15 à 50s sous une tension de 3V.

Mais l'inconvénient de cette attaque c'est qu'elle ne permet pas de révéler les phases existants dans la zone fondue dont on était obligé de faire un autre attaque.

### 2- L'attaque électrolytique à 40% HNO<sub>3</sub>

Pour réaliser cette attaque, nous avons mélangé une solution aqueuse contient 40ml de HNO<sub>3</sub> avec 60ml d'eau distillée.

Cette attaque révèle les deux phases existantes (la ferrite et l'austénite) ; il permet de coloré la ferrite en marron et la phase austénitique reste blanche. Les joints de grains et les joints de macles ne sont pas révélés par cette attaque. L'attaque est faite à température ambiante avec des durées allant de 20 à 50s sous une tension de 3V.

## 3.4.3 Observations macroscopiques

L'examen macroscopique (examen à l'œil nu) ou macrographique (examen avec un microscope optique comme une binoculaire) permet de révéler la structure métallographique homogène ou hétérogène d'une coupe transversale d'une éprouvette soudée. Le réactif chimique appliqué sur la surface polie de l'éprouvette révèle, par dissolution à vitesse inégale, les hétérogénéités chimiques de la surface métallique examinée. Dans notre travail nous avons suivi une méthode classique qui nous a permis de prendre la photo de la soudure en utilisant un scanneur. Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de l'entreprise de COSIDER Biskra.

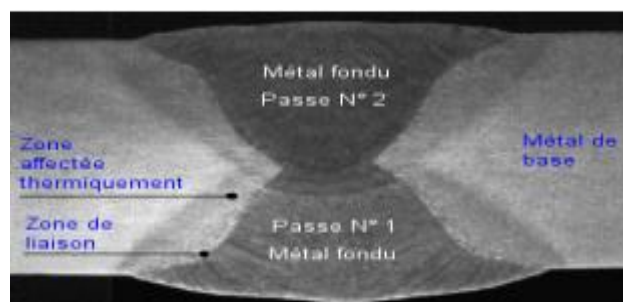


Figure 3.3: Exemple typique d'un examen macrographique.

## 3.4.4 Observations microscopiques

### 3.4.4.1 Observation au microscope optique

La microscopie permet grâce à l'utilisation de microscopes d'observer des objets trop petits pour être vus à l'œil nu en fournissant des images agrandies.

Il est constitué d'un banc optique dont une partie se trouve devant l'objet pour l'éclairage, et l'autre partie derrière l'objet, pour l'observation. Ce banc doit être rigide et posséder tous les organes de centrage des pièces optiques.

**Principe :** L'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle située à l'infini (figure 3.4).

On peut déduire de ce simple schéma que le grossissement de l'appareil dépend non seulement des objectifs et des oculaires mais aussi des distances qui séparent les composants.

L'estimation des proportions des différentes phases après traitement thermique est basée sur le traitement des images obtenues de l'attaque électrolytique.

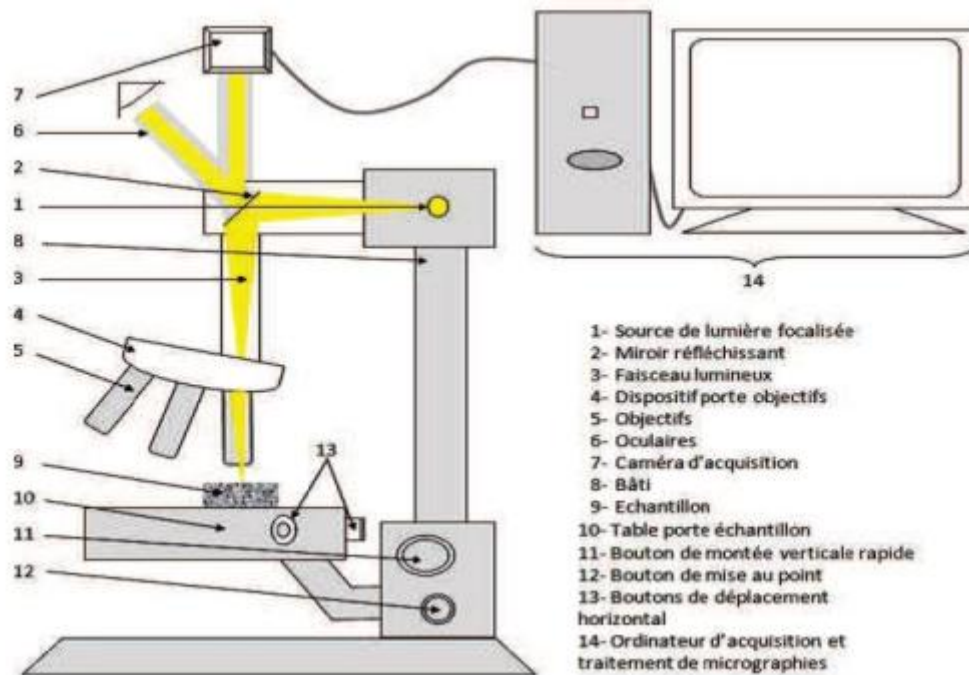


Figure 3.4: Principe du microscope optique piloté par ordinateur.

#### 3.4.4.2 Observation au microscope électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage est une puissante technique d'observation de la topographie des surfaces. Son utilisation dans l'analyse des microstructures des aciers présente l'avantage d'obtenir des résolutions nettement supérieures à celles obtenues en microscopie optique. Cette technique est basée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau d'électrons primaires qui balaye la surface à observer et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ.

L'instrument permet de former un faisceau très fin (jusqu'à quelques nanomètres) quasi parallèle d'électrons fortement accélérés par des tensions réglables de 0,1 à 30 kV, de le focaliser sur la zone à examiner et de la balayer progressivement. Des détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés, parfois absorbés...), complétés par des détecteurs de photons, permettent de recueillir les signaux lors du balayage de la surface et d'en former diverses images significatives.

### 3.4.4.3 Analyse de la composition chimique par EDS

Pour d'autres tâches liées à l'analyse des compositions chimiques des matériaux, le microscope électronique à balayage est souvent équipé d'un système EDS (spectrométrie à dispersion d'énergie). Cette technique permet d'analyser le spectre d'un rayonnement X au moyen de l'énergie des photons détectés. On dispose pour cela d'un détecteur semi-conducteur, en général une diode Si-Li, soumis à une tension de pré-polarisation.

Lorsqu'un photon X pénètre dans le détecteur, il engendre des défauts (paires électron/trou) qui permettent le passage d'un courant électrique. Plus un photon a de l'énergie, plus il crée de défauts dans la diode Si-Li, donc plus l'impulsion générée sera forte.

La hauteur de l'impulsion est proportionnelle à l'énergie 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 donnée que le détecteur a reçu. L'énergie des photons reçus est par la suite déterminée par le détecteur, on obtient ainsi des diffractogrammes contenant les spectres correspondants aux éléments chimiques détectés.

## 3.4.5 Estimation du taux de ferrite

### 3.4.5.1 Ferritoscopie

Le principe de mesure le taux de ferrite par ferritoscope (figure 3.5) repose sur le principe d'induction magnétique. Un champ magnétique généré par une bobine entre en interaction avec les composants magnétiques de la pièce (la ferrite).

Les variations du champ magnétique induisent une tension proportionnelle au taux de ferrite dans une seconde bobine. Cette tension est ensuite exploitée pour donner le taux de la ferrite.



Figure 3.5 : Ferritoscope utilisé pour l'estimation du taux de ferrite.

### 3.4.5.2 Traitement d'image

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

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

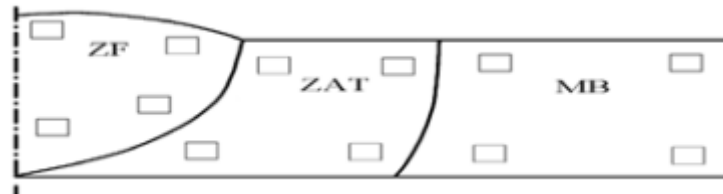


Figure 3.6 : Schéma du prélèvement des micrographies pour le traitement d'image.

## 3.5 Caractérisation mécanique

Dans les applications industrielles des structures soudées, une étude microstructurale est insuffisante pour décider de la qualité du joint si celle-ci n'est pas complétée par une étude de ses propriétés mécaniques. Afin de mettre en évidence les caractéristiques mécaniques du matériau, nous avons effectué divers essais mécaniques pour déterminer la qualité de la soudure. Ces essais ont été réalisés au sein de laboratoire d'essais mécaniques du GTP.

Dans cette étude on s'est intéressé à suivre l'évolution des différentes propriétés mécaniques du joint en fonction des changements de phase dus au soudage et aux traitements thermiques.

### 3.5.1 Essai de traction

C'est l'un des essais les plus pratiqués qui permet de déterminer les caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité, charge de rupture, et allongement de rupture notamment.

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette à une charge uni-axiale longitudinale jusqu'à la rupture, à température ambiante (20°C), et à enregistrer simultanément durant l'essai la charge et l'allongement de l'éprouvette.

- *Eprouvettes*

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

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

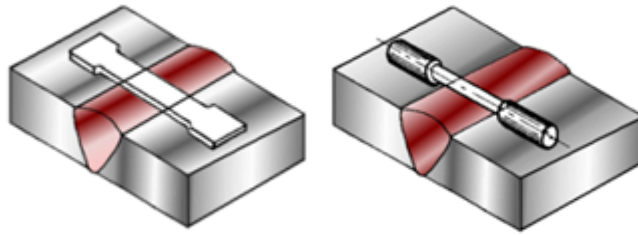


Figure 3.7 : Géométrie d'éprouvettes de traction.

Nous avons effectué des essais de traction sur deux éprouvettes plates à section rectangulaire comme le montre la figure 3.8, dont les dimensions sont données dans le tableau ci-dessous :

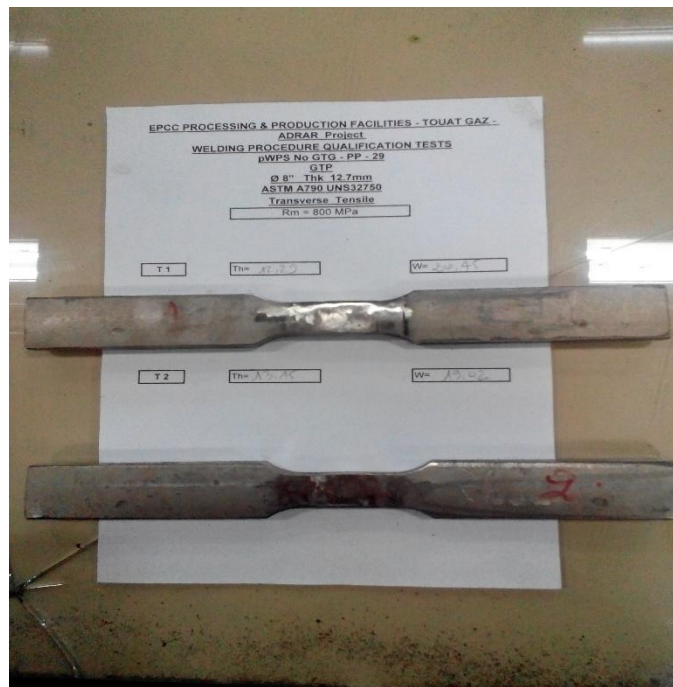


Figure 3.8 : Eprouvettes de traction utilisés.

Tableau 3.5: Dimensions des éprouvettes de traction.

Repère	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)	Section (mm <sup>2</sup> )
T1	20.45	12.29	251.33
T2	19.02	13.15	250.11

- **La machine d'essai**

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

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



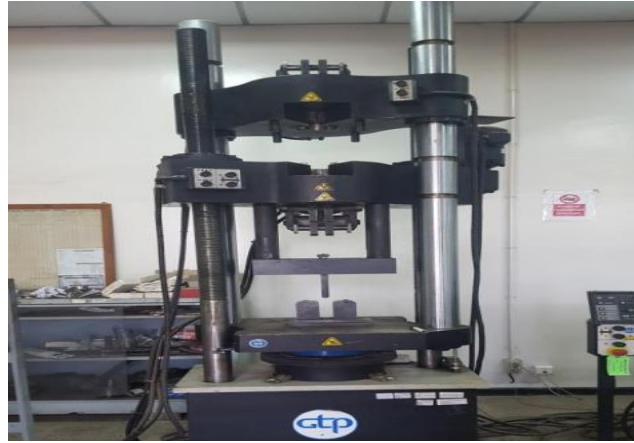


Figure 3.9 : Machine de traction utilisée.

### 3.5.2 Essai de résilience

L'essai de résilience est un moyen rapide et simple pour évaluer la résistance d'un matériau au choc. Ce mode d'essai est très répandu dans l'industrie. Il consiste à mesurer l'énergie de rupture à grande vitesse de déformation.

- *Eprouvettes*

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

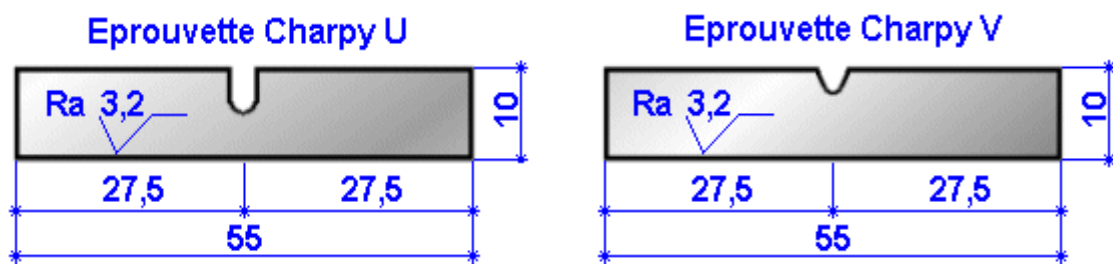


Figure 3.10 : Différents types d'éprouvettes de résilience.

L'usinage des entailles se fait au niveau de la zone fondue (ZF) et ainsi dans la zone affectée thermiquement comme présenté sur la figure ci-dessous :

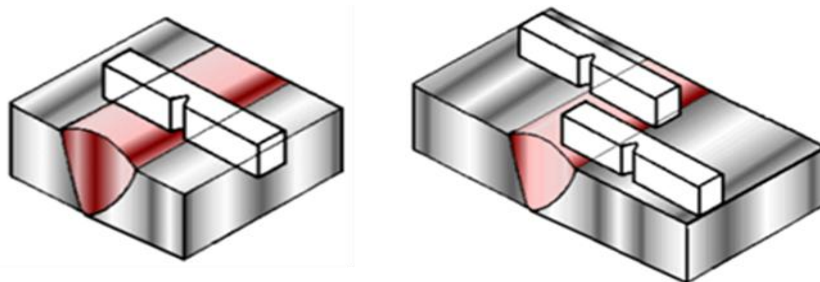


Figure 3.11 : Zones de prélèvement d'éprouvettes.

Nous avons réalisé des éprouvettes normalisées de dimensions de  $55 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$  (figure 3.12). Les entailles usinées dans les éprouvettes sont des entailles en V de  $45^\circ$  d'ouverture et de 2mm de profondeur. Les essais ont été réalisés à  $-29^\circ\text{C}$ .

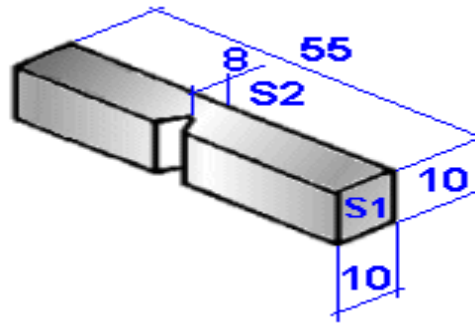


Figure 3.12 : Forme et dimensions de l'éprouvette de résilience utilisée.



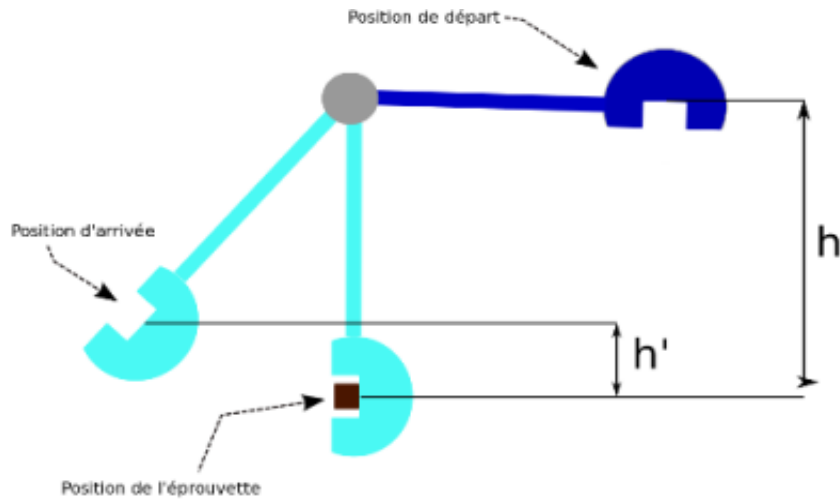
Figure 3.13 : Eprouvettes de résilience utilisées.

- **La machine d'essai**

Cet essai est réalisé sur une machine spéciale appelée mouton pendule rotatif (mouton Charpy) qui constitue d'un couteau fixé sur un marteau qui oscille dans un plan vertical autour d'un axe comme représenté sur la figure 3.14.

Pour un essai, le couteau est amené à une hauteur  $h_i$  qui correspond à l'énergie de départ  $W_i$ . Dans sa chute, le couteau va provoquer la rupture de l'éprouvette qui sera accompagnée d'une absorption d'énergie  $W_a$ , puis il remonte à une hauteur  $h_f$  à laquelle est associée une énergie potentielle  $W_f = mgh_f$ .

Plus la hauteur de remontée  $h_f$  est faible plus le matériau est résilient. La machine enregistre l'énergie absorbée par la rupture et l'essai permet de caractériser les propriétés de résistance d'un matériau aux chocs.



*Figure 3.14 : Représentation du mouton-pendule rotatif et des hauteurs à prendre en compte pour le calcul de l'énergie absorbée.*

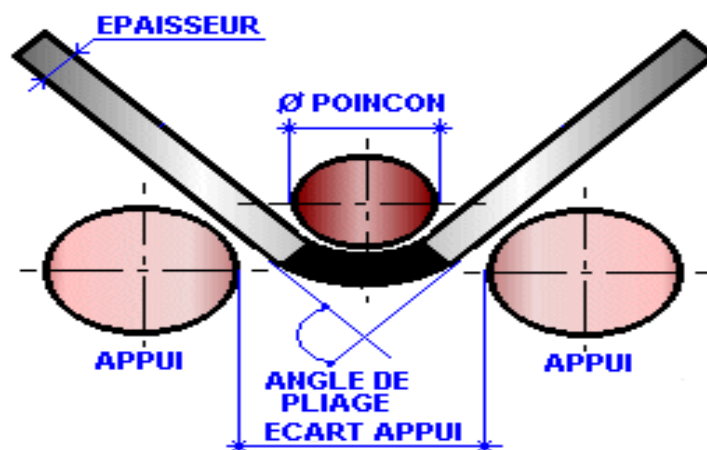
### 3.5.3 Essai de pliage

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

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

Les éprouvettes sont découpées avec un procédé mécanique ou thermique sur les aciers. Le procédé de découpage ne doit pas modifier les propriétés mécaniques de l'éprouvette. Le cisailage est interdit sur les épaisseurs supérieures à 6 mm.

Nous avons effectués des essais de pliage sur le côté (SB) qui se présente par le fait que la soudure est en extension, l'essai se fait sur quatre éprouvettes prélevés transversalement à l'assemblage soudé (figure 3.15) de 10 mm d'épaisseur et de 12.7 mm de largeur et de diamètre de poinçon de 60 mm.



*Figure 3.15 : Principe d'essai de pliage sur le côté.*

### 3.5.4 Essai de dureté

L'essai consiste à appliquer sur une pièce à mesurer, un pénétrateur sous une charge d'appui  $F$  donnée. La dureté est mesurée par rapport aux dimensions de l'empreinte du pénétrateur laissée sur la surface du matériau contrôlé. L'empreinte est d'autant plus importante lorsque le matériau est mou. Les essais de dureté caractérisent la résistance qu'offre un matériau à la pénétration.

Il existe trois procédés de mesure statique de la dureté qui ont été développés successivement et normalisés : les essais de dureté selon Brinell, Vickers et Rockwell. Les procédés se différencient par le type de pénétrateur, la force exercée, la grandeur mesurée et le mode de détermination de la valeur de la dureté.

Ce sont des essais de dureté Vickers que nous avons effectués au sein de laboratoire de GTP à notre échantillon sur deux lignes, neuf points sur chaque ligne (figure 3.16), à l'aide d'une machine de dureté de marque INNOVATEST de type NEMSIS 9000.

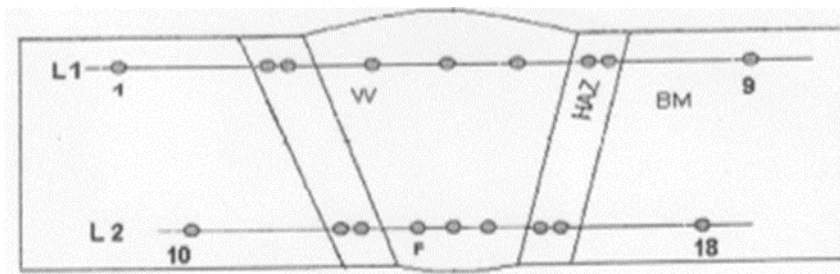


Figure 3.16 : Représentation schématique des points d'essai de dureté.

- **Description de l'essai de dureté Vickers**

Le procédé de Vickers est le procédé le plus précis pour la mesure de la dureté. Pour cet essai, nous avons utilisé comme pénétrateur un diamant épointé de forme pyramidale à base carrée et d'angle  $136^\circ$  entre deux faces opposées (voir figure 3.17). La force est appliquée en 10 à 15 secondes jusqu'à sa valeur maximale et elle est ensuite retirée. L'empreinte laissée sur l'échantillon est de forme pyramidale. La dureté de Vickers est définie par :

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

Avec :

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

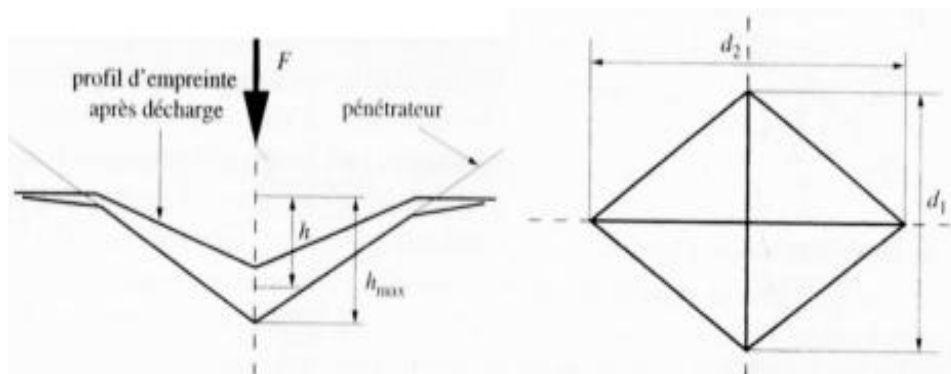


Figure 3.17 : Schéma de principe d'un essai de Vickers.

L'essai est réalisé à température ambiante. Il est appliqué dans tous les zones de soudure (la zone fondue, les zones affectées thermiquement et le métal de base) à un échantillon attaqué thermiquement à l'aide d'un réactif et préalablement poli et prélevé perpendiculairement à l'axe du cordon de soudure.

La charge d'essai est généralement de 49,2 N soit 5 kgf (symbole de dureté HV5) ou de 98,07 N soit 10 kgf (symbole de dureté HV10). La charge est appliquée progressivement et de façon constante jusqu'à ce que la charge choisie soit atteinte. Le temps de maintien de la charge est de 10 à 15 secondes.

Les conditions sous lesquelles l'essai a été réalisé sont regroupées sur le tableau 3.6.

*Tableau 3.6: Conditions de travail de l'essai de dureté.*

<i>Zone</i>	<i>Charge (kgf)</i>	<i>Temps de maintien (s)</i>
MB	10	15
ZAT	5	
ZF	10	

### 3.5.5 Essai de micro dureté

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

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

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

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

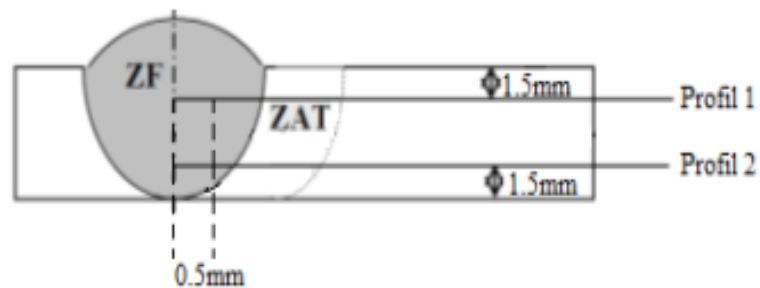
- $c$  : est une constante indépendante de la charge, fonction de la géométrie du corps pénétrateur.
- $d$  : est la diagonale moyenne de l'empreinte générée.

Les essais sont effectués au sein de laboratoire de l'Ecole Nationale Polytechnique, avec un microduromètre composé d'un appareil de mesure de dureté et un microscope. La valeur de la dureté est directement affichée sur un écran après la lecture des deux diagonales.



*Figure 3.18 : Machine de micro dureté utilisée.*

L'exécution des mesures sur chaque profil commence du centre du cordon (centre de la zone fondue) en allant vers la ZAT puis le métal de base. Les profils ont été réalisés avec un pas de 0.5mm, sur deux profils comme montré sur la figure 3.19.



*Figure 3.19 : Schéma représentatif des profils de micro-dureté.*

## ***Chapitre 4 : Résultats et discussions***

## 4.1 Introduction

L'étude de la structure métallurgique des soudures des aciers inoxydables duplex est d'une importance primordiale dans la maîtrise des propriétés de tels assemblages. Dans le cas du soudage multi-passes, la succession des cycles thermiques conduit à la transformation ferrite ( $\delta$ )  $\leftrightarrow$  austénite ( $\gamma$ ) à différents taux d'achèvement et influe sur l'équilibre  $\delta/\gamma$  au niveau de la soudure.

Le contrôle de cet équilibre  $\delta/\gamma$  dans les soudures d'aciers inoxydables duplex n'est pas aussi simple que dans le métal de base. Les analyses de la microstructure des joints soudés montrent que la proportion de chaque phase est fonction de la composition chimique, de la température maximale atteinte lors de l'opération de soudage, et de la vitesse de refroidissement depuis cette température. Dans la zone fondue, la microstructure peut être contrôlée en équilibrant les effets de la composition du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement du joint soudé. Dans la zone adjacente (zone affectée thermiquement ZAT), l'équilibre  $\delta/\gamma$  est commandé principalement par la vitesse de refroidissement.

Par conséquent, la microstructure des joints soudés de l'acier inoxydable duplex peut changer de manière significative par rapport à celle du métal de base. La maîtrise des microstructures de la ZAT des aciers inoxydables duplex dépend d'une meilleure compréhension des transformations de phase.

Dans ce chapitre nous présentons les résultats des expériences menées au cours de ce travail et leurs interprétations.

## 4.2 Composition chimique

Pour la détermination de la composition chimique nous avons effectué une technique destructive d'analyse des éléments sur notre échantillon à l'aide d'un spectromètre.

L'analyse est faite en mettant le spectromètre sur la surface de l'échantillon dans les différentes zones (ZAT et MB) puis en pressant sur un bouton comme un pistolet, le résultat de l'analyse (la composition chimique) est donné sur un ordinateur lié avec ce spectromètre.



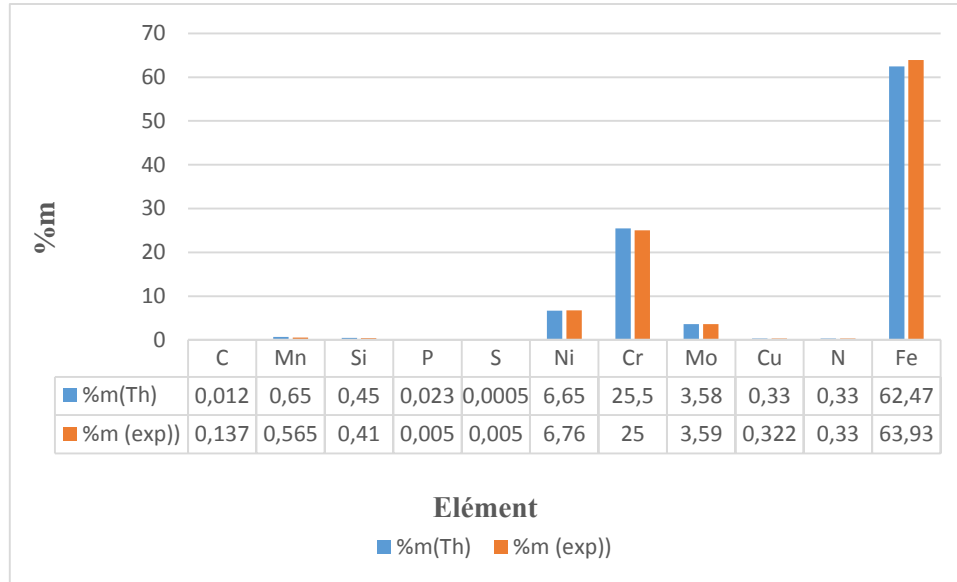
*Figure 4.1: Echantillon après analyse.*



L'analyse effectuée a donné les résultats suivants :

**Tableau 4.1:** Composition chimique du métal de base.

Elément	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N	Fe
%m	0.138	0.565	0.410	0.005	0.005	6.76	25	3.59	0.322	0.33	63.9
	0.142	0.568	0.404	0.005	0.005	6.62	24.7	3.61	0.320	0.33	64.4
	0.133	0.562	0.417	0.005	0.005	6.90	25.3	3.57	0.325	0.33	63.5
%m (moy)	0.137	0.565	0.410	0.005	0.005	6.76	25	3.59	0.322	0.33	63.93



**Figure 4.2:** Etude comparative de la composition chimique théorique et expérimentale.

La remarque qu'on peut faire est que les deux compositions sont presque les mêmes, avec l'existence d'un petit écart.

### 4.3 Résultats des caractérisations structurales

L'objectif de cette étude est de révéler, observer et interpréter la macrographie et surtout la microstructure du matériau étudié en utilisant le microscope optique et le microscope électronique à balayage. En effet, les relations entre les propriétés d'emploi et les structures sont primordiales dans le cas des matériaux rendant ainsi essentiel l'observation des structures aux échelles appropriés.

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

#### 4.3.1 Macrographie

L'examen macrographique permet de révéler la structure métallographique homogène ou hétérogène d'une coupe transversale d'une éprouvette soudée. Son exploitation est indispensable pour localiser les examens micrographiques.

Le réactif chimique appliqué sur la surface polie de l'éprouvette révèle, par dissolution à vitesse inégale, les hétérogénéités physiques et chimiques de la surface métallique examinée. La macrographie permet de vérifier la compacité de la coupe de la soudure et la géométrie des cordons.

On note aussi l'absence de défauts qui peuvent engendrer la rupture ou la fissuration du cordon de soudure. Toutefois, il montre l'hétérogénéité entre le métal de base et le cordon de soudure comme présenté sur la figure ci-dessous :



Figure 4.3: Macrographie du profil du joint soudé.

## 4.3.2 Micrographie

### 4.3.2.1 Examen au microscope optique

Dans cette partie nous allons mettre en évidence les différentes micrographies afin de déterminer les microstructures dans les différentes zones du cordon de soudure. On a appliqué l'attaque chimique de 40% HNO<sub>3</sub> sur l'échantillon utilisé afin de pouvoir révéler la microstructure des différentes zones à l'aide d'un microscope optique.

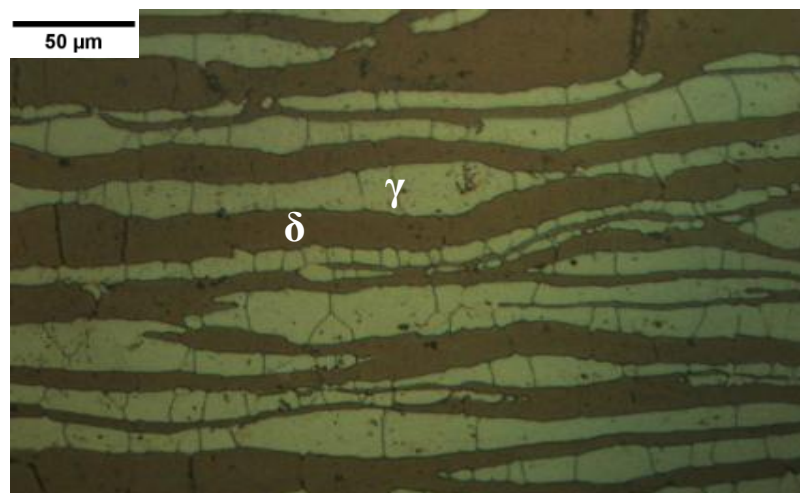


Figure 4.4: Micrographie du MB duplex.

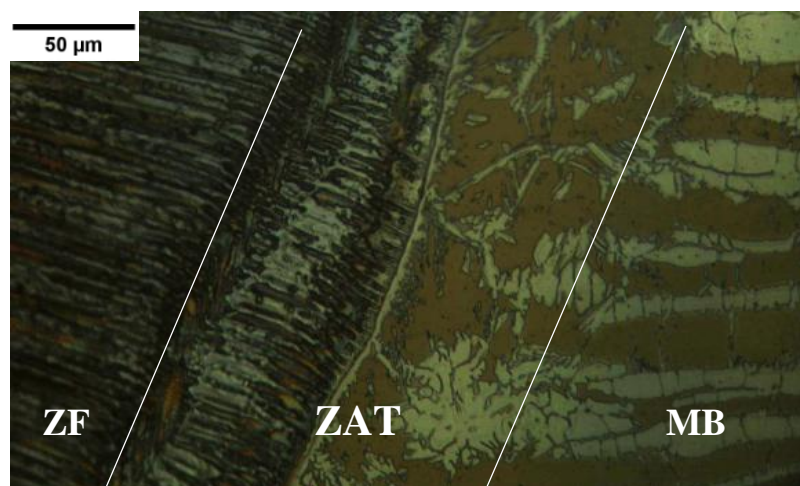
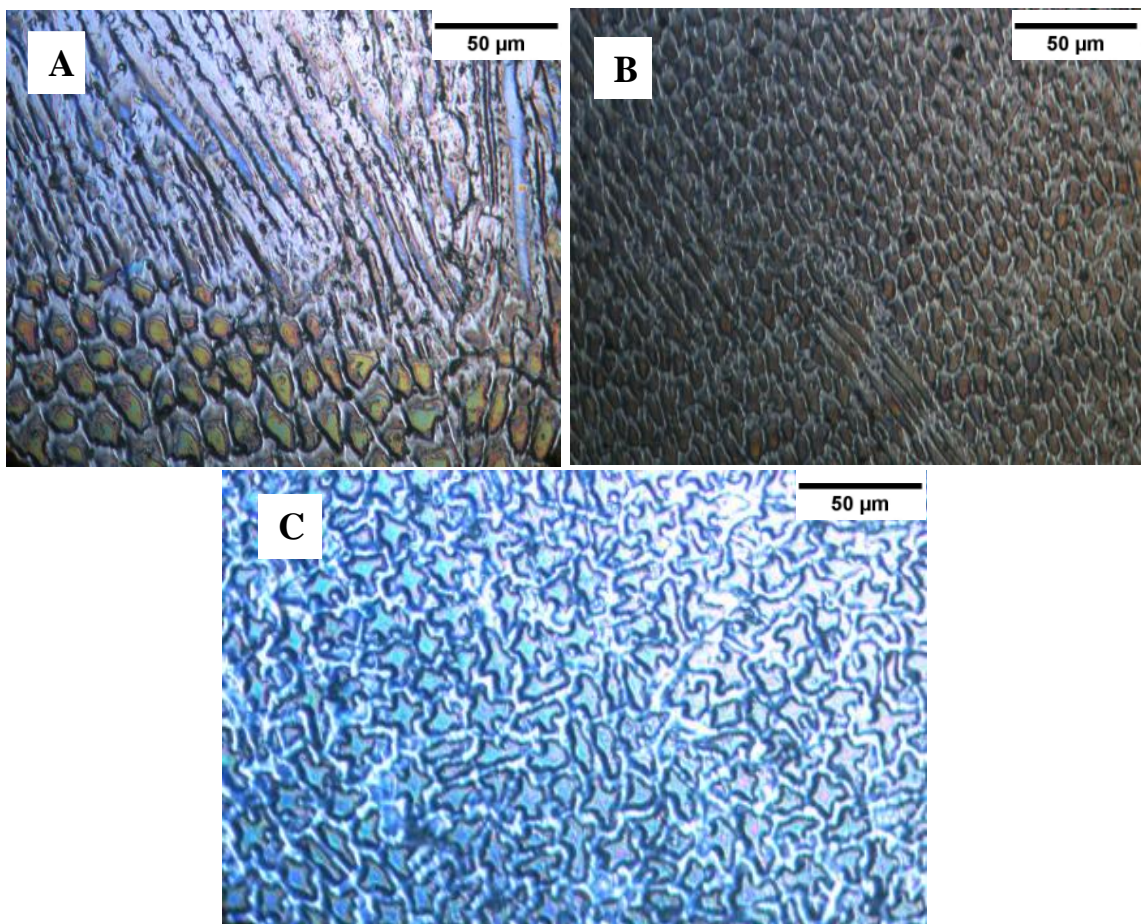


Figure 4.5: Micrographie de la ZF et de la ZAT.

La figure 4.4 représente une structure biphasée, d'austénite  $\gamma$  et de ferrite  $\delta$ . Les proportions de ces deux phases sont à peu près égales (50%  $\gamma$  et 50%  $\delta$ ). La forme allongée des grains est due à l'opération de laminage pendant l'élaboration. On notera aussi la présence de macles dans les grains.

La figure 4.5 donne une vue d'ensemble des trois zones de la soudure. Il est facile de constater que l'hétérogénéité est évidente. En effet, la zone affectée thermiquement est de faible épaisseur et sépare deux microstructures fondamentalement différentes. Il est important de souligner la différence du comportement entre les bandes ferritiques et les bandes austénitiques ; La finesse des grains ferritiques dans la ZAT prouve que ces bandes ont subi une fusion plus accentuée que celle des bandes austénitiques, ce phénomène s'explique par le fait que la conductivité thermique de la ferrite est plus élevée que celle de l'austénite. On remarque également un léger grossissement des grains ferritiques, cette transformation est due aux cycles de chauffage et de refroidissement qu'elle subit à chaque passe réalisée lors du soudage.



*Figure 4.6 : Micrographie de la ZF.*

L'observation métallographique de la zone fondue révèle une transformation remarquable des grains, au début on constate une structure mixte (figure 4.6 (A)) qui contient des grains allongés et des grains colonnaires.

À partir de la (figure 4.6 (B)), on remarque la finesse de la structure qui se transforme ensuite en dendrites (figure 4.6 (C)). Cela est dû à une solidification rapide qui a empêché la cristallisation des grains.

Lorsque le soudage est réalisé en plusieurs passes comme c'est le cas pour notre soudure, un cycle thermique (recuit, revenu) provoque des modifications de la morphologie des grains. Ce phénomène se produit plusieurs fois selon le nombre de passes.

Cependant, les traitements thermiques que subit la zone fondue peuvent induire des phénomènes de précipitation complexes si la température et la vitesse de refroidissement ne sont pas bien contrôlées.

#### 4.3.2.2 Examen au microscope électronique à balayage

Dans ce qui suit nous allons mettre les différentes micrographies obtenues par le microscope électronique à balayage. L'examen a été fait au niveau du CDTA (centre de développement et technologie avancée). Dans ce travail nous étudions en particulier la précipitation de la phase  $\sigma$  et les carbures et leurs effets néfastes sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.

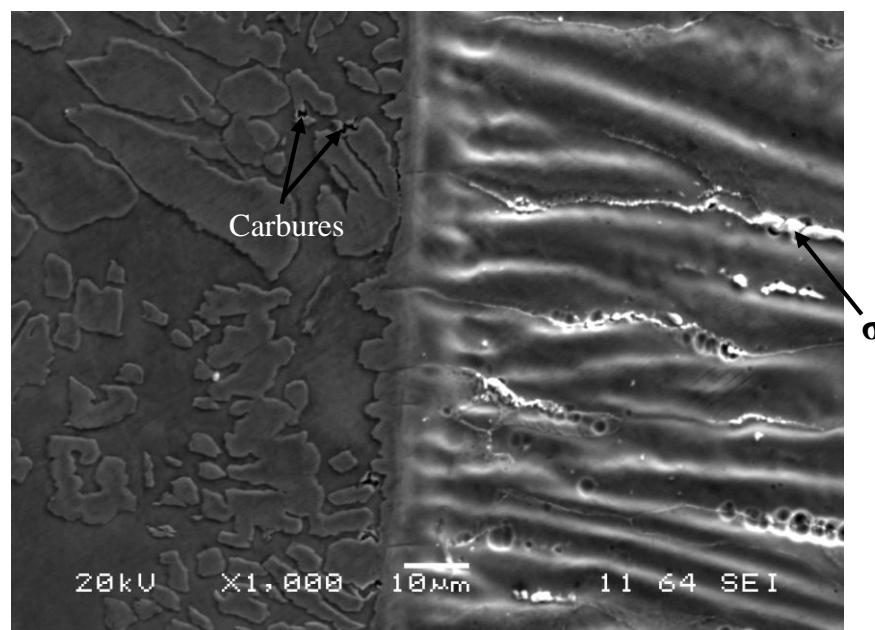


Figure 4.7: Micrographies électroniques à balayage de la ZAT.

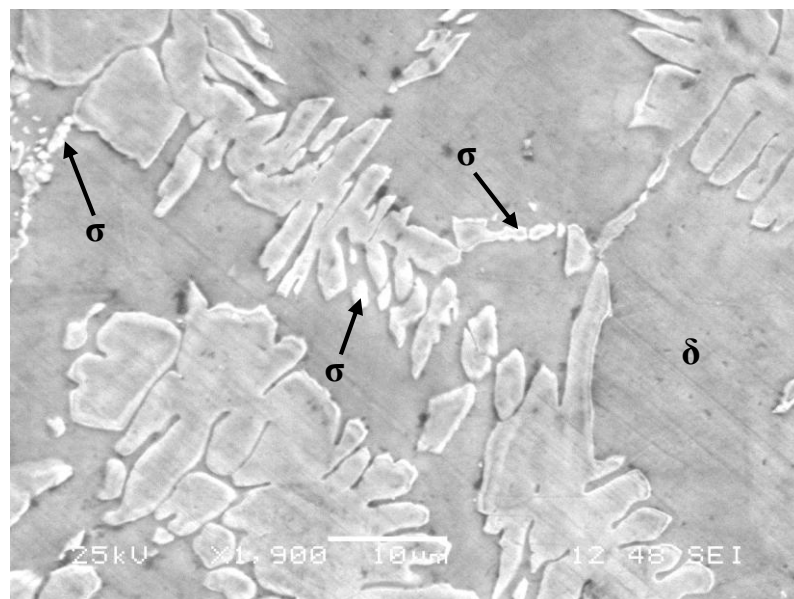
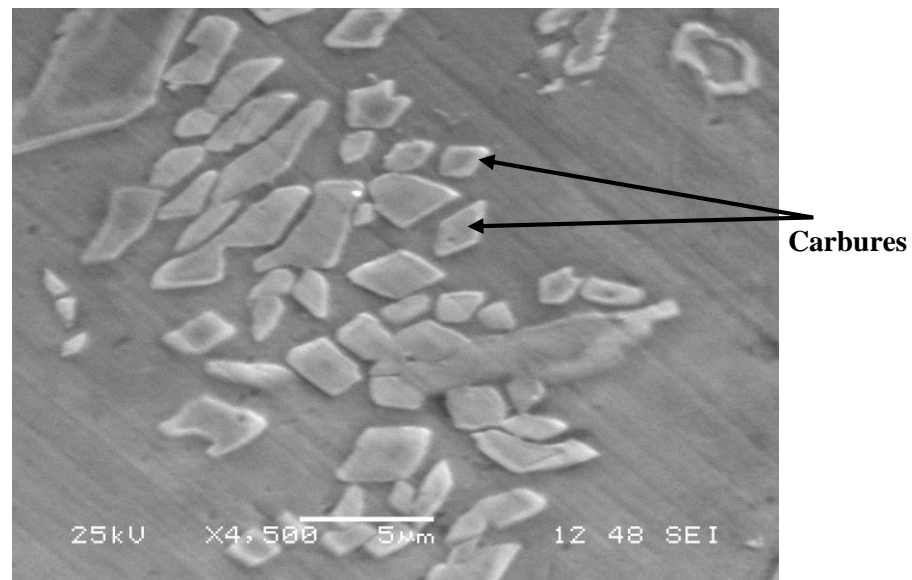


Figure 4.8: Micrographies électroniques à balayage des précipités existants dans la ZAT.



**Figure 4.9 :** Micrographie montrant la répartition des carbures dans la ferrite.

La zone affectée thermiquement est caractérisée par un grossissement des grains de la ferrite et une élévation du taux de cette phase ce qui se traduit par une faible densité de grains austénitiques (figure 4.7). Cela est dû aux cycles thermiques (chauffage et refroidissement) que cette zone a subis durant le soudage. La ZAT quant à elle, a une structure similaire à celle du métal de base si ce n'est la taille des grains qui est plus grande. Le fait que les deux matériaux soient de nature différente rend cette zone visible et aisément discernable.

Les microstructures de la ZAT sont représentées par les figures (4.8 et 4.9) montrent la micrographie électronique à balayage de cette zone, un phénomène de précipitation se produit au niveau des interfaces ferrite/ferrite. Ce phénomène consiste à la formation de la phase  $\sigma$  et les carbures. La ZAT a un aspect conventionnellement appelée microstructure dendritique de solidification.

4.3.2.3 Microanalyse ponctuelle par EDS

Les résultats de cette microanalyse sont donnés par les 2 spectres de la figure 4.10. Ces différents spectres montrent l'existence des 2 phases : austénite et ferrite.

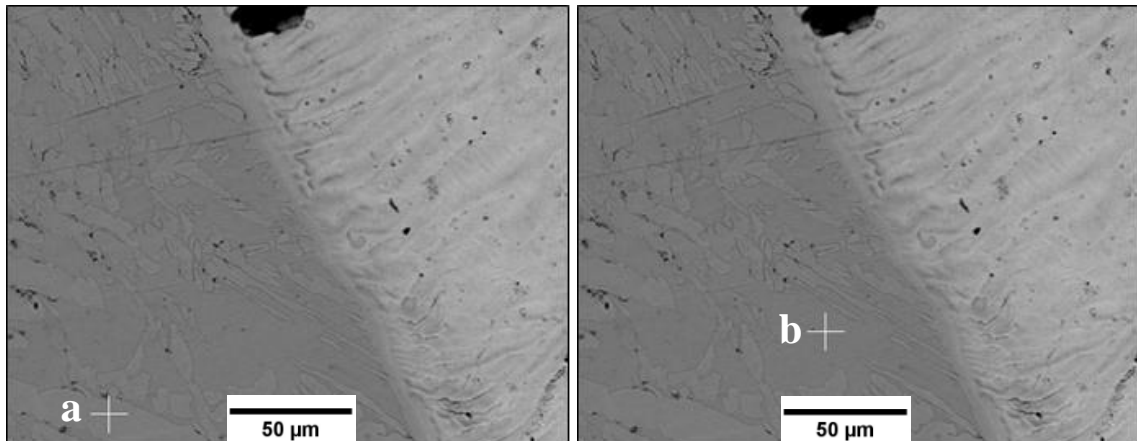


Figure 4.10 : Analyse chimique de la ZAT : (a) austénite ;(b) ferrite.

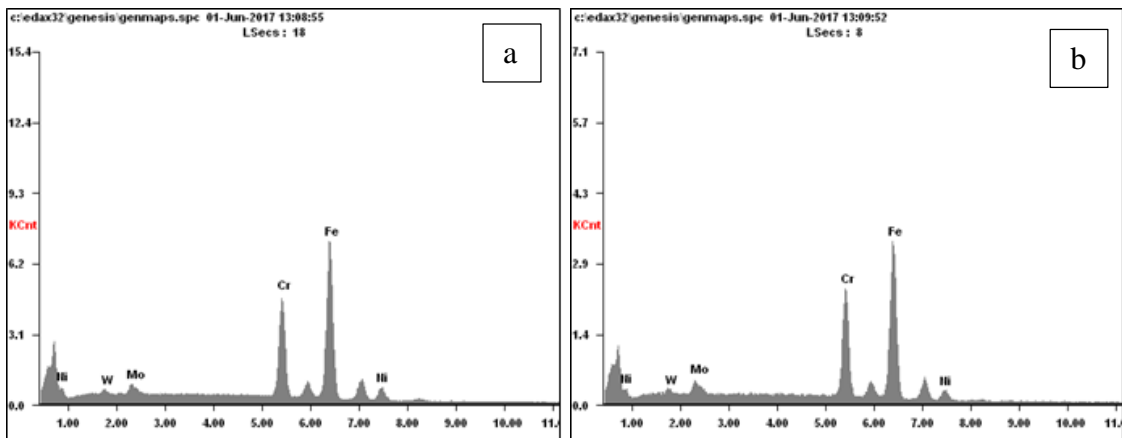


Figure 4.11: Spectres d'analyse de la composition chimique dans la ZAT : (a) austénite ; (b) ferrite.

Tableau 4.2: Composition chimique des phases.

	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>
<i>Ferrite</i>	60.35	26.54	05.96	04.45
<i>Austénite</i>	61.93	25.03	07.48	03.24

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

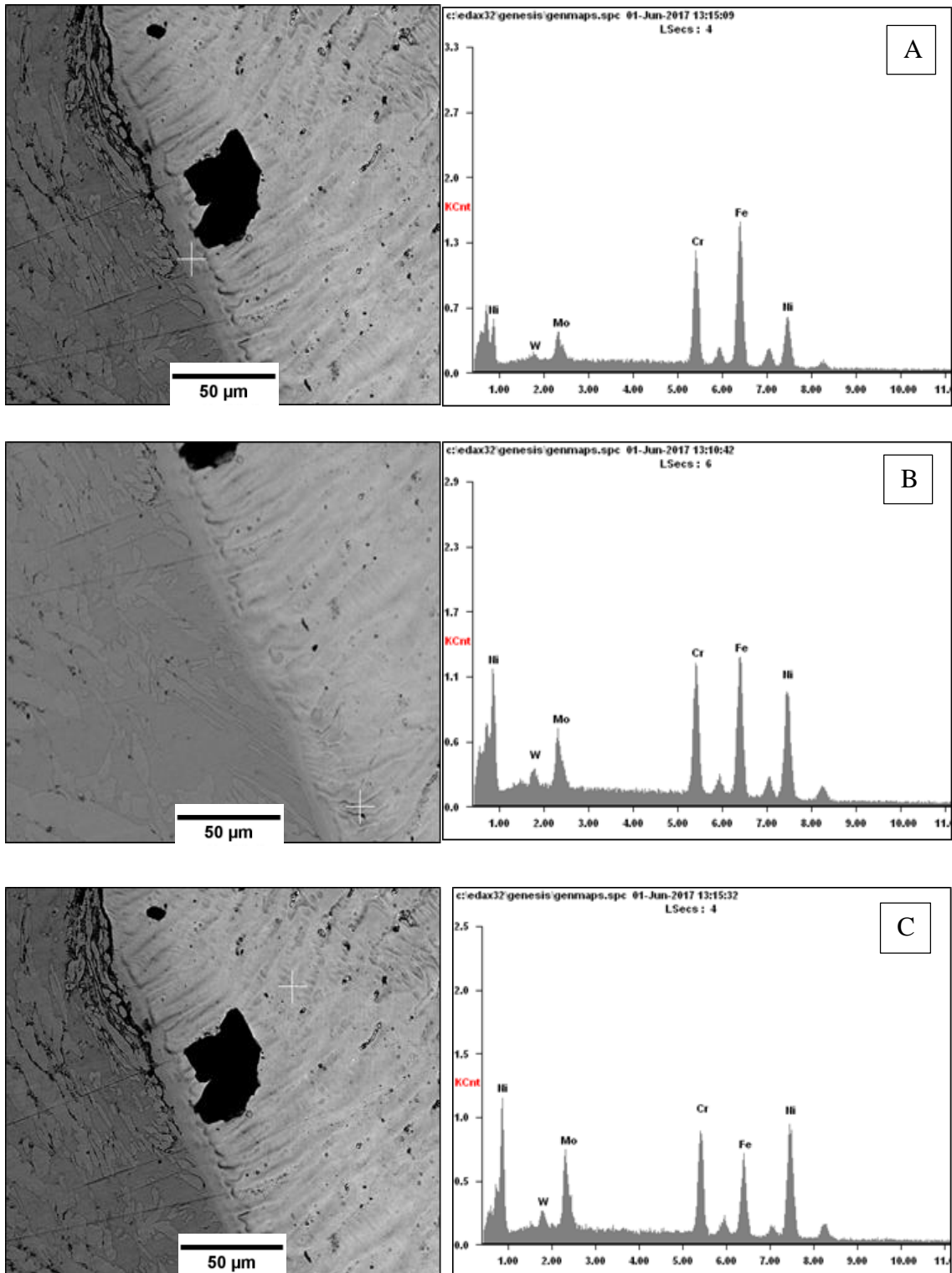


Figure 4.12: Spectres d'analyse de la composition chimique des différentes zones : (A et B) ZAT ; (C) ZF

Tableau 4.3: Composition chimique des différentes zones.

Elément	Fe	Cr	Ni	Mo
A	43.72	22.19	24	7.13
B	28.94	18.72	35.78	9.73
C	18.42	18	42.61	15.06

On voit bien que le pourcentage de fer diminue en se rapprochant de la zone de fusion, et ceci est dû à l'appauvrissement du métal d'apport en élément de fer, il contient seulement 6%. Le métal de base contient 25% de Cr, ce pourcentage diminue en allant vers la ZAT puis vers la zone fondue jusqu'il atteint 18%. Il faut bien noter que le métal d'apport contient 15 à 16% de Cr.

Par contre, il est clair que le pourcentage de Ni et de Mo augmente dans la ZAT au fur à mesure qu'on avance vers la zone fondue, ça revient au phénomène de dilution des deux éléments dans la ZAT et leurs diffusions émanant du métal de base et de la zone fondue.

L'observation des images pose une question sur l'origine des points et tâches noires, ces points sont des pores produits lors de l'opération de soudage par contre les tâches sont des oxydes.

### 4.3.3 Estimation du taux de ferrite

#### 4.3.3.1 Ferritoscopie

Pour la mesure du taux de ferrite, nous avons fait deux mesures, l'une pour la ZAT et l'autre pour le métal de base comme présenté sur la figure ci-dessous.

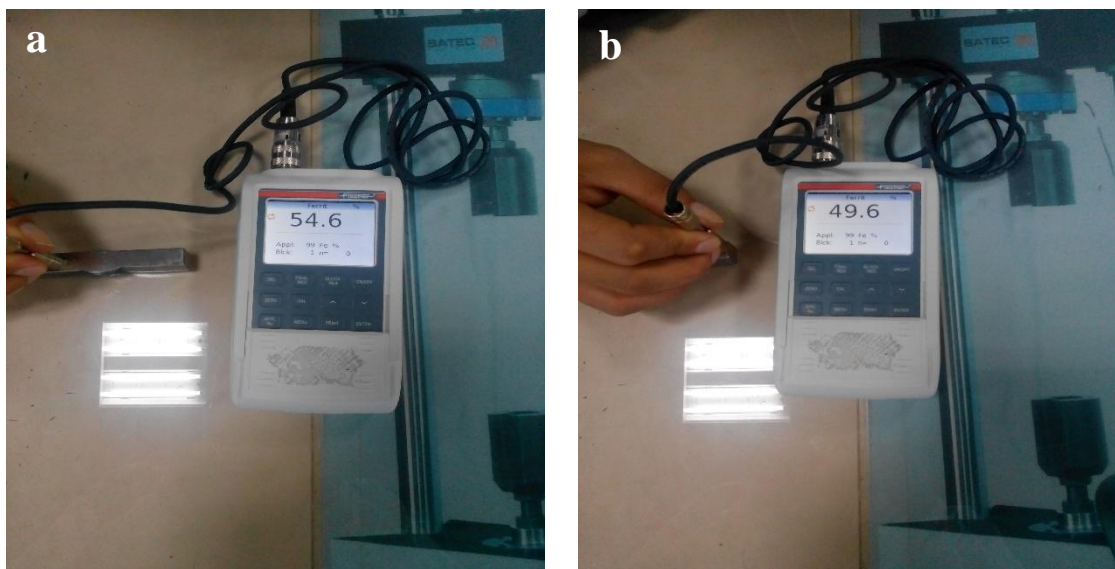


Figure 4.13: Taux de ferrite mesuré : (a) ZAT ; (b) MB.

#### 4.3.3.2 Traitement d'image

La ferrite et l'austénite apparaissent en couleurs différentes, après transformations et en ajustant la luminosité et le contraste on obtient une image binaire, où la ferrite en noir et l'austénite en bleu pour le métal de base (figure 4.14), et la ferrite en noir et l'austénite en blanc pour la ZAT (figure 4.15).

Le traitement d'image a été fait à l'aide de l'Image J. les résultats sont représentés sur les figures ci-dessous.



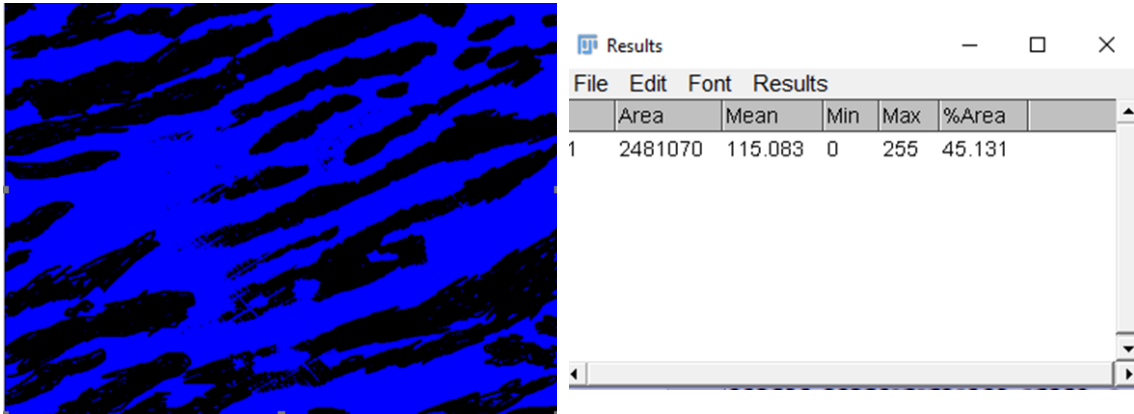


Figure 4.14: Image traitée par « IMAGE J » pour le MB.

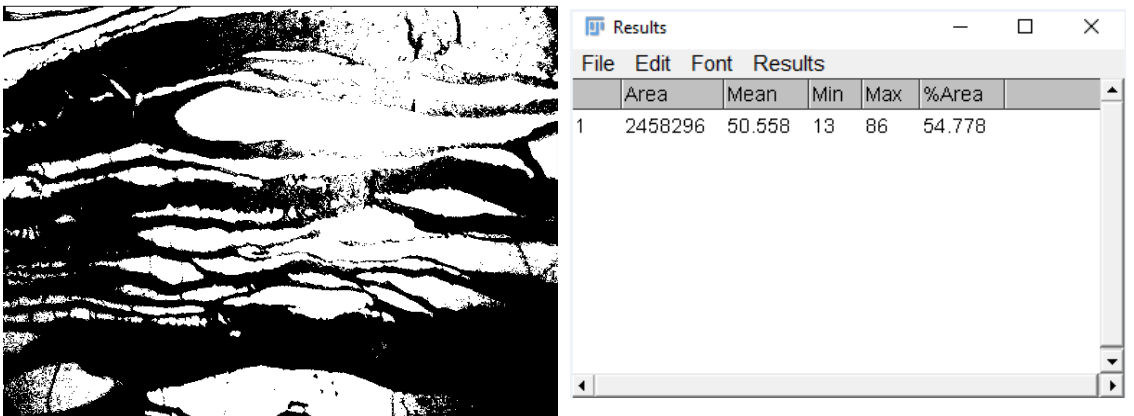


Figure 4.15: Image traitée par « IMAGE J » pour la ZAT.

Tableau IV.4: Tableau illustrant les résultats de l'estimation du taux de ferrite par ferritoscopie et par traitement d'image.

Zone	Taux de ferrite	
	Traitement d'image	ferritoscopie
ZAT	54,778	54,6
MB	45,131	49,6

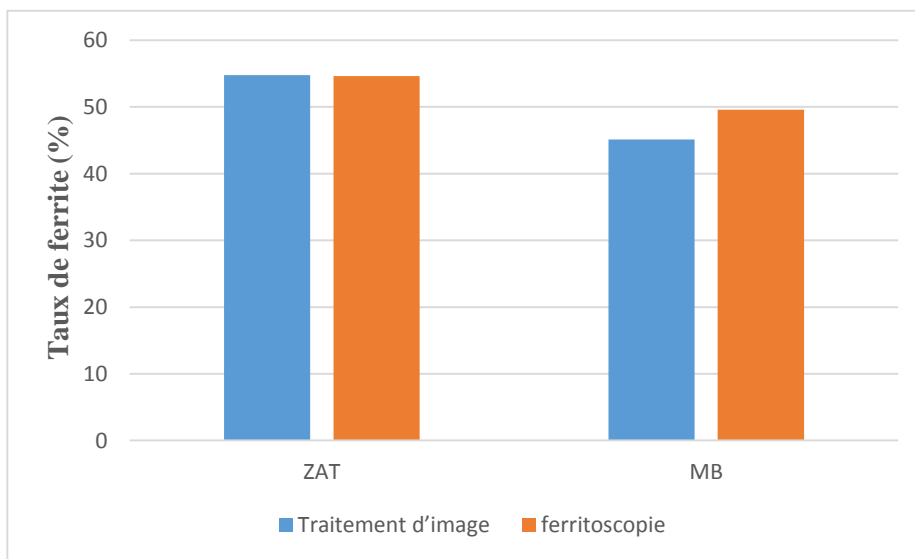


Figure 4.16: Estimation de taux de ferrite dans la ZAT et MB.

D'après ce qui précède, on voit que les pourcentages de ferrite et de l'austénite donnés par l'appareil (49.6% pour la ferrite et 51.4% pour l'austénite) sont plus acceptables que celles de l'image J (45.13% pour la ferrite et 54.87% pour l'austénite) ça revient à la précision de ce dernier.

En se rapprochant de la ZAT, le taux de ferrite augmente jusqu'il dépasse 54% et cela est expliqué par la différence de la conductivité thermique des deux phases, la conductivité thermique de la ferrite est plus élevée que celle de l'austénite et donc ça va permettre de former plus de ferrite, de plus les traitements thermiques qu'ont subi les échantillons empêchent la formation de l'austénite à cause de sa grande susceptibilité à la corrosion.

#### 4.4 Résultats des caractérisations mécaniques

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

##### 4.4.1 Essai de traction

La résistance à la traction  $R_m$  (N/mm<sup>2</sup> ou MPa) correspondant au point maximum de la courbe conventionnelle de traction monotone se calcule comme suit :  $R_m = \frac{F_m}{S_0}$ .

Avec :

- $R_m$  : résistance mécanique.
- $F_m$  : force mécanique appliquée.
- $S_0$  : la section de l'éprouvette.

Les essais sont réalisés à température ambiante (20°C).

Le tableau ci-dessous représente les dimensions et les résultats d'essais de traction des deux échantillons utilisés.

*Tableau 4.5: Résultats de l'essai de traction monotone.*

Repère	Dimensions éprouvette			Domaine plastique		Observation
	Largeur (mm)	Épaisseur (mm)	Section (mm <sup>2</sup> )	$F_m$ [N]	$R_m$ [Mpa]	
<b>T1</b>	20.45	12.29	251.33	211283.5	840.66	Rupture dans la soudure
<b>T2</b>	19.02	13.15	250.11	210685	842.36	Rupture dans la soudure



**Figure 4.17:** *Eprouvettes de traction après la rupture.*

Nous remarquons que la rupture s'est produite dans la soudure. Le matériau présente une résistance à la rupture de l'ordre de 840MPa. En comparant ces résultats avec la limite élastique du métal de base mentionnée par la norme ASTM A370 qui est de 800MPa on trouve qu'ils sont acceptables car le cordon résiste plus à la charge que le métal de base donc il n'est plus le point faible.

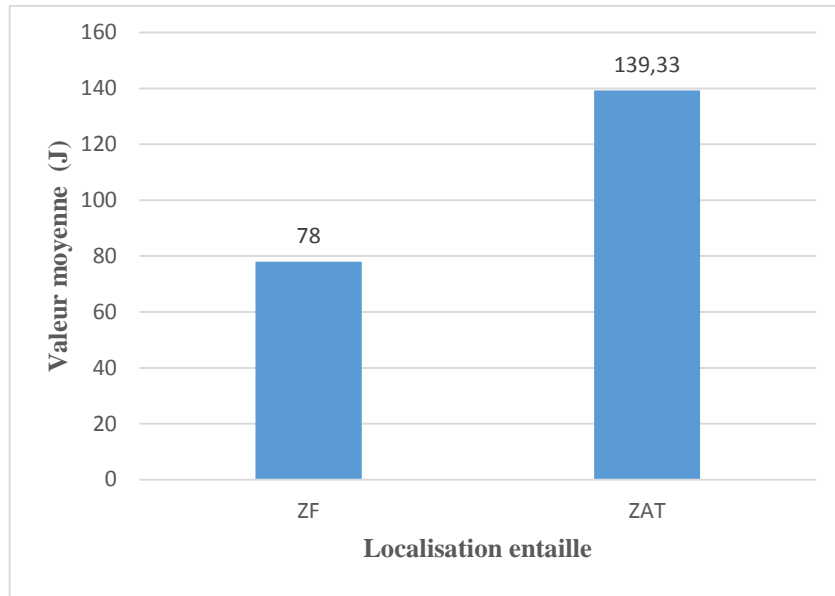
On constate que l'adhérence entre le métal d'apport et le métal de base avec ces procédés de soudage est très bonne bien que la rupture s'est produite au sein du cordon de soudure.

#### 4.4.2 Essai de résilience

Le tableau ci-dessous représente les résultats de l'essai de résilience, alors que la figure 4.18 illustre ces résultats sous forme d'histogramme.

**Tableau 4.6:** *Résultats de l'essai de résilience.*

<b><i>Echantillon</i></b>	<b><i>Localisation entaille</i></b>	<b><i>Energie absorbée [J]</i></b>	<b><i>Valeur moyenne [J]</i></b>	<b><i>Déformation latérale [mm]</i></b>
1	ZF	70	78	2.34
2		84		2.52
3		80		2.63
1	ZAT	150	139.33	2.34
2		150		3.13
3		118		2.52



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

Ces résultats représentent les valeurs moyennes de l'énergie absorbée lors de l'essai de résilience mesurées dans chaque zone. On remarque que l'énergie absorbée par la zone fondue est inférieure à celle absorbée par la zone affectée thermiquement.

Cette différence d'énergie absorbée entre les zones est inversement proportionnelle au taux de précipitation des différentes phases intermétalliques dures et fragilisantes (en particulier la phase sigma).

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

La phase sigma dans le métal de base et la zone fondue est quasi inexistante d'où la ductilité est plus élevée dans ces zones.

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

#### 4.4.3 Essai de pliage

Le Tableau 4.7 représente les résultats de l'essai de pliage. Le diamètre de poinçon de la machine de pliage utilisé dans cet essai est de 60 mm.

**Tableau 4.7:** Résultats de l'essai de pliage.

Repère	Dimensions éprouvette		Type de pliage			Observations
	Largeur	Epaisseur	Envers	Endroit	Coté	
SB1	12.7	10			×	Rien à signaler
SB2					×	Rien à signaler
SB3					×	Rien à signaler
SB4					×	Rien à signaler



Figure 4.19: Eprouvettes après l'essai de pliage.

Les déformations observées sur les éprouvettes ne révélant aucune fissure et rien à signaler dans le cordon de soudure des trois premiers échantillons, alors ils sont donc acceptables.

On a par ailleurs remarqué une fissuration dans le bout du 4<sup>ème</sup> échantillon mais elle n'est pas considérée comme néfaste, nous concluons que la zone fondue a une bonne ductilité. La phase sigma, observée sur la microstructure, qui a précipité n'est probablement pas en quantité suffisante pour amener à la fragilisation franche de cette zone.

#### 4.4.4 Essai de dureté

La figure 4.20 représente les points où la dureté a été mesurée.

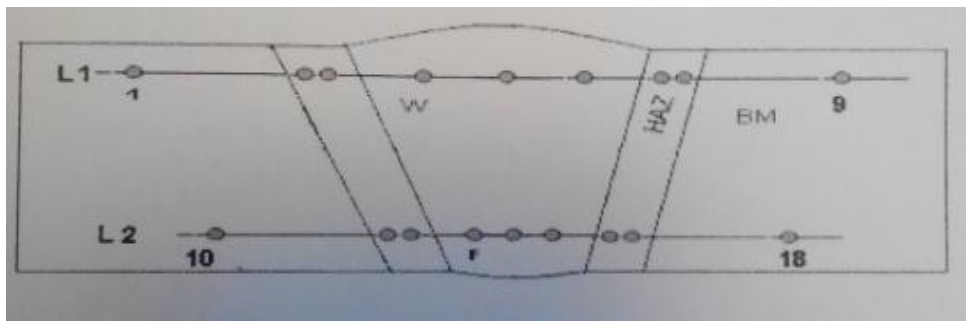


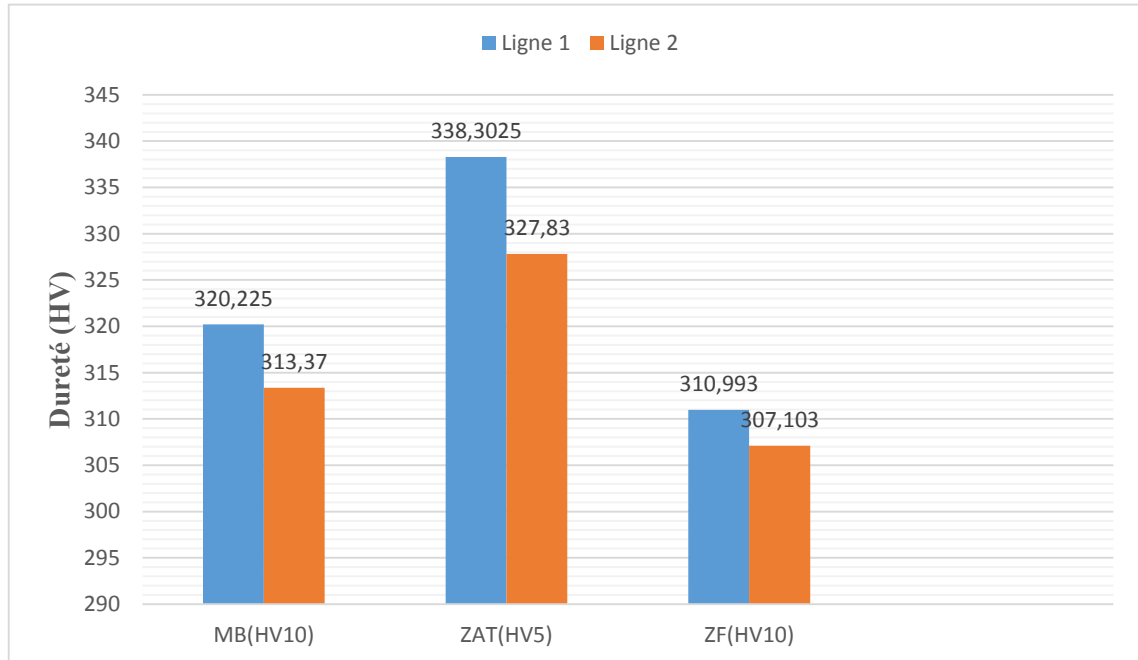
Figure 4.20: Représentation schématique des points de dureté.

Tableau 4.8: Valeurs de dureté dans les différentes zones.

L'échantillon	N° de point	Dureté(HV)	N° de point	Dureté(HV)
MB (HV10)	1	310.93	10	308.99
ZAT (HV5)	2	333.18	11	310.74
	3	331.32	12	318.77
ZF (HV10)	4	304.38	13	320
	5	324.20	14	304.51
	6	304.40	15	296.80
ZAT (HV5)	7	342.87	16	344.20
	8	345.84	17	337.61
MB (HV10)	9	329.52	18	317.75

**Tableau 4.9:** Valeurs moyennes de la dureté sur les deux lignes de points.

<i>L'échantillon</i>	<i>Ligne 1</i>	<i>Ligne 2</i>
<b>MB</b>	320,225	313,37
<b>ZAT</b>	338,3025	327,83
<b>ZF</b>	310,993	307,103

**Figure 4.21:** Les valeurs moyennes de la dureté des deux lignes.

On remarque que la dureté mesurée dans la ZAT est plus élevée que dans la zone fondue et dans le métal de base.

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

Le taux de la phase sigma étant beaucoup plus élevé dans la zone affectée thermiquement à cause des cycles thermiques appliqués dans cette zone.

Le cycle thermique de chacune des sept passes affecte thermiquement le métal déposé de la passe elle-même et partiellement le métal déjà déposé lors des passes précédentes provoquant des transformations thermiques qui vont adoucir les différentes structures existantes dans la zone fondue.

Les valeurs du 1<sup>er</sup> profil sont plus élevées que celles du 2<sup>ème</sup> profil à cause des cycles thermiques provoqués par le transfert de chaleur de la ZF vers la ZAT, ce dernier va minimiser la formation des phases intermétalliques.

La différence de dureté entre la ZAT du profil 1 et celle du profil 2 peut être expliquée par le fait que la taille des grains dans la partie supérieure de la soudure est moins importante et donc on a une chute de dureté.

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

#### 4.4.5 Essai de micro dureté

Les mesures ont été prises selon deux profils tel que montré sur la figure 4.20.

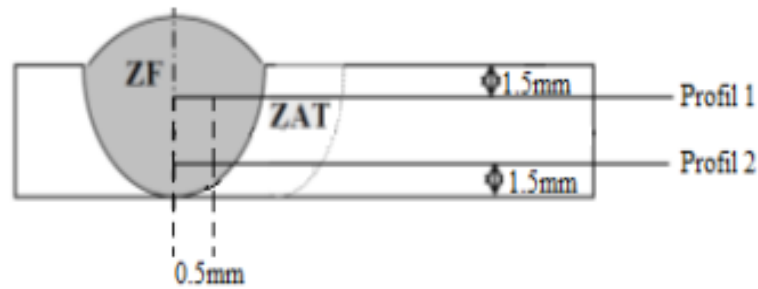


Figure 4.22: Représentation schématique des profils de micro-dureté.

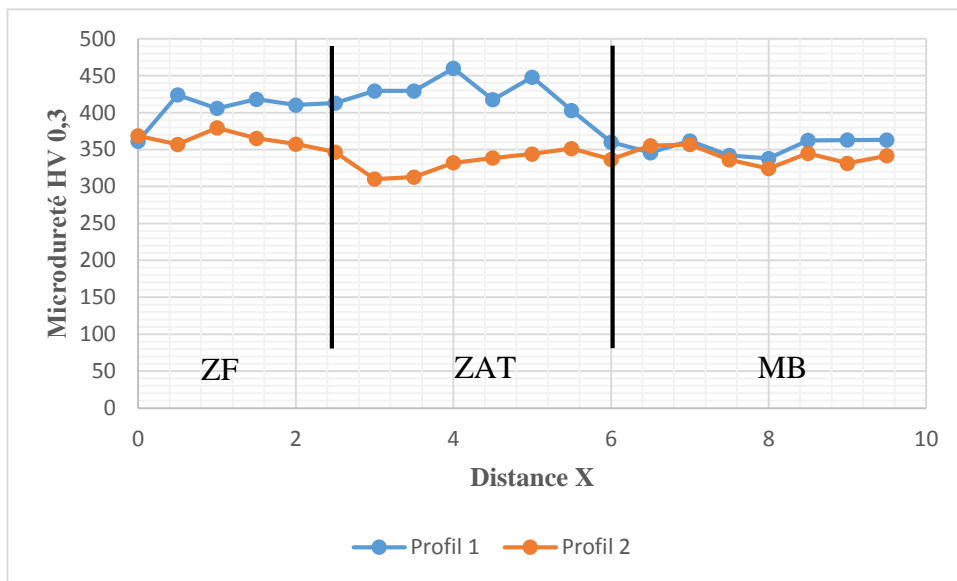


Figure 4.23: Evolution de la micro dureté en fonction de la distance  $x$ .

Pour le profil 1, la micro-dureté dans la zone affectée thermiquement est plus grande que dans la zone fondue, on remarque une diminution de la micro dureté en s'éloignant de la ZAT, la micro dureté ne varie pas dans le métal de base. L'augmentation de la dureté dans la zone affectée thermiquement est directement liée à l'effet durcissant des phases intermétalliques. Cela est attribué au phénomène de précipitation qui se produit durant le refroidissement.

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

## **Conclusion générale**

Le travail présenté dans cette mémoire traite, sous différents aspects, les microstructures existantes dans les différentes zones de la soudure de l'acier inoxydable super duplex **A790-S32750** soudé avec un métal d'apport à base de nickel (**NiCrMo-4**).

Dans ce cadre, deux techniques de caractérisations ont été effectuées au cordon de soudure pour atteindre les objectifs visés : l'un c'est la caractérisation structurale et l'autre est la caractérisation mécanique. L'analyse des résultats expérimentaux permet de faire certains commentaires dont les principaux sont énoncés ci- après.

La caractérisation structurale nous a permis de mener à bien l'étude de cette soudure. On a pu grâce à l'examen macrographie d'observer l'hétérogénéité dans le joint soudé et mettre ainsi en évidence les différentes zones qui le constituent. L'examen micrographique nous a dévoilé la structure métallurgique de la zone fondue, la zone affectée thermiquement et le matériau de base, ce qui nous a permis d'observer les phases présentes et d'apprécier la taille des grains. Les images prises par microscope électronique à balayage nous ont confirmé ces résultats.

La caractérisation mécanique nous a permis de connaître un peu mieux la qualité du joint de soudure en effectuant des essais mécanique destructif sur ce joint (dureté, résilience, pliage et traction).

Ces différentes caractérisations nous ont permis de mettre en évidence différents points :

- Les cycles thermiques issus des différentes passes de soudure affectent les microstructures des différentes zones du matériau et provoquent la précipitation des phases intermétalliques.

- L'effet thermique de chaque passe de soudure influe sur la microstructure de chaque zone en fonction de la situation de cette zone par rapport à ce cordon de soudure, les effets qui ont été remarqué lors de notre étude sont :

- Grossissement des grains ferritique au niveau de la zone affectée thermiquement et augmentation du taux de ferrite.
- L'augmentation de la température qui mène à un domaine de précipitation de la phase intermétallique sigma dans la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

- La précipitation de la phase sigma dans la zone affectée thermiquement provoque une augmentation de la dureté ainsi que la micro-dureté par rapport à la zone fondue et au métal de base.



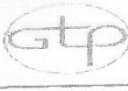
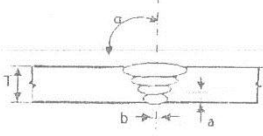
## Références bibliographiques

- [1]. **Michel Colombié et Coll.** "*Matériaux métalliques 2ème édition*". Dunod (2008).
- [2]. **Nathalie LE BOZEC.** "*Réaction de réduction de l'oxygène sur les aciers inoxydables en eau de mer naturelle. Influence du biofilm sur les processus de corrosion*". Mémoire de doctorat .Université de Bretagne Occidentale, Brest, France (2006).
- [3]. **Gunn,R.N.** "*Duplex Stainless Steels. Microstructure, Properties and Applications*". Abington Publishing, Cambridge England (2003).
- [4]. **Zh.L. Jiang, X.Y. Chen, H. Huang, Xy. Liu.** "*Grain Refinement Of (Cr25Ni5Mo1.5) Duplex Stainless Steel by Heat Treatment* ",(2003).
- [5]. **Pierre-Jean CUNAT.**"*Aciers inoxydables- Critères de choix et structure*". Techniques de l'ingénieur M4540, (2000).
- [6]. **J.C LIPPOLD & D.J KOTECKI.** "*Welding metallurgy and weldability of stainless steels*". John Wiley & Sons (2005).
- [7]. **Guy David.** "*Les Aciers Inoxydables : propriétés, mise en œuvre, emploi, normes*". Paris (1990).
- [8]. **Pierre-Jean CUNAT.** "*Aciers inoxydables – propriétés. Résistance à la corrosion*". Techniques de l'ingénieur M4541 (2010).
- [9]. **P. Lefevre, 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)/ Publications CETIM (Centre Technique des Industries Mécaniques)*" 2ème édition (1996).
- [10]. **Guide des produits consommables de soudage Pour les procédés Arc, TIG, MIG, Plasma et à la flamme ;** édition 1996.
- [11]. **C. Bonnet.** "*Le soudage, Métallurgie et produit, Air liquide*", CTAS, 2001.
- [12]. **Jean-Louis CROLET.** "*Métaux et Alliages passivables: Règles de choix et emplois types*", Techniques de l'ingénieur M153. 2000.
- [13]. **Gympel, P. & Norbert, A.** "*Constitution et propriétés. Les aciers inoxydables : Propriétés, mise en oeuvre, emploi, normes*", Technique et Documentation-Lavoisier (1990).
- [14]. **Leffler, B.** "*Stainless steels and their properties*". 2005.
- [15]. **Nirosta, K.T.** "*Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels*". 2002.
- [16]. **O. Bletton,** "*Les aciers inoxydables* ", Chap. 13, éd. Physique (1990).
- [17]. **Laurent ANTONI & Alain GALERIE.** "*Corrosion sèche des métaux*", Techniques de l'Ingénieur, M 4224.
- [18]. **DUDOGNON Julien.** "*Etude des modifications structurales induites par implantation ionique dans les aciers austénitiques*". Mémoire de Doctorat, Université D'Orléans, France(2006).

- [19]. **A. Mateo, L. Llanes, L. Iturgoyen et M. Anglada.** "*Cyclic stress-strain response and dislocation substructure evolution of a ferrite-austenite stainless steel*, *Acta Materiala*", Vol. 44, 1996.
- [20]. **Jean VARRIOT.** "*Chaudronnerie en aciers inoxydables*". Techniques de l'ingénieur A 869, (2000).
- [21]. **A. Desestret & J. Charles.** "*Les aciers inoxydables austéno-ferritiques, Les aciers inoxydables*". Paris 1990.
- [22]. **P. Lacombe, B. Baroux, Et G. Beranger** "*Les Aciers Inoxydable*". Les Editions De Physique, France, (1990).
- [23]. **L.COLOMBIER et J.HOCHMANN.** "*Aciers inoxydables, aciers réfractaires*" Paris 1965.
- [24]. **D. M. Stefanescu.** "*Metals Handbook, Volume 6: Welding, Brazing, and Soldering*".1988.
- [25]. **J.O.NILSSON.** "*Super duplex stainless steel*". Materials Science and Technology (July 1992).
- [26]. **Iris Alvarez-Armas & Suzanne Degallaix-Moreuil.** "*Duplex Stainless Steel*" Wiley (2009).
- [27]. **Riad Badji.** "*Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205*". Mémoire de Doctorat. ENP (2008).
- [28]. **Prabhu Paulraj& Rajnish Garg.** "*Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super-duplex stainless steel*". Advances in Science and Technology Research Journal Volume 9, No. 27 (Sept. 2015).
- [29]. **Abderrezak CHAA.** "*Etude de la déformation plastique par laminage d'un acier inoxydable ferritique*".Mémoire de Magister. Université Saad Dahlab, Blida(2013).
- [30]. **V.Aubin.** "*Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel*". Thèse de doctorat, Université des Sciences et technologies de Lille, 2001.
- [31]. **Henrik Sieurin.** "*Fracture Toughness Properties of Duplex Stainless Steels*". Thèse de doctorat
- [32]. **S. BENISSAAD.** "*Le soudage*". TEC 340, 1991.
- [33]. **F. DELATTRE.** "*Le soudage des aciers inoxydables*". DUNOD, Paris 1969.
- [34]. **P.J CUNAT.**"*ACIERS INOXYDABLES : Mise en œuvre*". Techniques de l'ingénieur, Fasc. M4542, (2000).
- [35]. **L. Depradeux.** "*Simulation numérique du soudage- acier 316L. Validité sur cas tests de complexité croissante*". Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2003).

- [36]. **R. BAUS, W.CHAPRAU.** *"Application du soudage aux constructions"*, 1979.
- [37]. **W. F. Savage, E. F Nippes,** *"A Study of Weld Interface Phenomena in a Low Alloys Steel"*, Welding Journal Research Supplement (1976).
- [38]. **R. BLONDEAU,** *"Métallurgie et mécanique du soudage"*, Hermès Science publication, Paris (2001).
- [39]. **A.P Lambert.** *"Rupture par clivage de microstructures d'aciers bainitiques obtenues en conditions soudage"*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2001).
- [40]. **Henry Granjon.** *"Bases métallurgiques du soudage"*. Paris (1989).
- [41]. **J. C. Lippold, I. Varol & W. A. Baeslack.** *"The influence of composition and microstructure on the HAZ toughness of duplex stainless steel at -20 °C"*, Welding Journal (1994).
- [42]. **R. Castro, J.J. Cadenet.** *"Métallurgie du soudage des aciers inoxydables et résistants à chaud"*, Dunod, Paris (1968).
- [43]. **J.C Varol, J.C Lippold, W.A Baeslack.** *"Microstructure-property relationships in simulated heat-affected zones in duplex stainless steels"*. ASM International, Materials Park, OH. (1990).
- [44]. **L. Van Nassau, H. Meelker, J. Hilkes.** *"Le soudage des aciers inoxydables superduplex"*. Souder, n° 4 (1994).
- [45]. **G. Rouilly.** *"Influence de la nature et de la qualité de la protection envers sur la sensibilité à la corrosion en soudage TIG des aciers inoxydables"*. Soudage et techniques connexes, (2000).

# Annexe 1 : Soudage

	D.M.I		Preliminary Welding Procedure Specification Spécification de soudage préliminaire			Sheet: Feuille:																																																																																																																																																				
	Welding Service Service Soudage		Nbr: N°	GTG- PP 29	Rév: G	Date: Date :	02/10/2016																																																																																																																																																			
Job Nbr: Affaire N°:		Project: Projet:		EPCC PROCESSING & PRODUCTION FACILITIES, ADRAR, TOUAT GAS PROJECT / EPCC & INSTALLATIONS PRODUCTION DU PROJET TOUATGAZ,ADRAR.																																																																																																																																																						
SCOPE: Objet:		WELDING OF SUPER DUPLEX STAINLESS STEEL PIPING SOUDAGE DE TUYAUTERIE EN ACIER INOXYDABLE SUPER DUPLEX																																																																																																																																																								
		Class : A620 - A1520 - A920 - A5020																																																																																																																																																								
Welding Process(es) Procédé(s) de soudage			Joint preparation: Conception du joint:																																																																																																																																																							
GTAW & SMAW (Manual)  High Frequency Current (HF) start will be used			Defect removal & Preparation:																																																																																																																																																							
Base Metal Métal de base																																																																																																																																																										
<table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Type Nuance</th> <th rowspan="2">Grade</th> <th rowspan="2">Grade</th> <th rowspan="2">Carb. equiv.</th> <th colspan="2">Φ (")</th> <th colspan="2">Th / Ep. (mm)</th> <th rowspan="2">P/Gr N°</th> </tr> <tr> <th>Min</th> <th>Max</th> <th>Min</th> <th>Max</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A790</td> <td></td> <td>S32750</td> <td></td> <td>6</td> <td>20</td> <td>12.7</td> <td>15.24</td> <td>10H1</td> </tr> <tr> <td>A928</td> <td></td> <td>S32750 Cl 1</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="9" style="text-align:center;">ACCESSOIRES</td> </tr> <tr> <td>A815</td> <td></td> <td>S32750</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>A182</td> <td></td> <td>F53</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td> </td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table>							Type Nuance	Grade	Grade	Carb. equiv.	Φ (")		Th / Ep. (mm)		P/Gr N°	Min	Max	Min	Max	A790		S32750		6	20	12.7	15.24	10H1	A928		S32750 Cl 1							ACCESSOIRES									A815		S32750							A182		F53																																																																																																
Type Nuance	Grade	Grade	Carb. equiv.	Φ (")		Th / Ep. (mm)					P/Gr N°																																																																																																																																															
				Min	Max	Min	Max																																																																																																																																																			
A790		S32750		6	20	12.7	15.24	10H1																																																																																																																																																		
A928		S32750 Cl 1																																																																																																																																																								
ACCESSOIRES																																																																																																																																																										
A815		S32750																																																																																																																																																								
A182		F53																																																																																																																																																								
Other : Autres: N/A			Preparation: SuperDuplex stainless steel may be cut using the plasma process, a machine cutter, or grinding disc dedicated solely for the use of duplex stainless steel. Each beveled edge, and internal and external surfaces over a distance of (at least 50 mm (2 in) back from the bevel shall, immediately prior to welding, be thoroughly dried, and shall be cleaned with a stainless steel wire brush. The beveled edge shall then be wiped clean with acetone.																																																																																																																																																							
Thickness range to qualify: Groove : 12,7 mm To 15,24 mm Fillet : Unlimited Minimum 3 weld passes			Other : Autres: N/A																																																																																																																																																							
Filler metal: Métal d'apport:			(AWS - ASTM / Class)																																																																																																																																																							
<table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Layer/Pass</th> <th>Root / Penet</th> <th>Hot / Chaude</th> <th>Fill / Bour.</th> <th>Cap / Fin.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Class/Type</td> <td>ER NiCrMo4</td> <td>ER NiCrMo4</td> <td>E NiCrMo4</td> <td>E NiCrMo4</td> </tr> <tr> <td>AWS-SFA</td> <td>5.14</td> <td>5.14</td> <td>5.11</td> <td>5.11</td> </tr> <tr> <td>F N°</td> <td>43</td> <td>43</td> <td>43</td> <td>43</td> </tr> <tr> <td>A N°</td> <td>8</td> <td>8</td> <td>8</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>Φ(mm)</td> <td>2.4</td> <td>2.4</td> <td>3.25</td> <td>3.25</td> </tr> </tbody> </table>			Layer/Pass	Root / Penet	Hot / Chaude	Fill / Bour.	Cap / Fin.	Class/Type	ER NiCrMo4	ER NiCrMo4	E NiCrMo4	E NiCrMo4	AWS-SFA	5.14	5.14	5.11	5.11	F N°	43	43	43	43	A N°	8	8	8	8	Φ(mm)	2.4	2.4	3.25	3.25	Shielding Gas : Gas de protection: Comp. Ar purity 99.99% (Real Flow Rate) 12 for a 20 Comp. Ar for pass Débit: (l/min) Backing gas Comp. Purity Protection envers comp. 99.999 % Ar Backing Flow Rate: Débit envers (l/min) 6 for a 10 Oxygen Content monitoring: Teneur en oxygène (ppm) 0.01 % Min																																																																																																																									
Layer/Pass	Root / Penet	Hot / Chaude	Fill / Bour.	Cap / Fin.																																																																																																																																																						
Class/Type	ER NiCrMo4	ER NiCrMo4	E NiCrMo4	E NiCrMo4																																																																																																																																																						
AWS-SFA	5.14	5.14	5.11	5.11																																																																																																																																																						
F N°	43	43	43	43																																																																																																																																																						
A N°	8	8	8	8																																																																																																																																																						
Φ(mm)	2.4	2.4	3.25	3.25																																																																																																																																																						
Flux: AWS Class Flux: AWS Class			N/A																																																																																																																																																							
Manufacturer/Trade name: Not decided yet.  Trade name used for qualification shall be used for production			Other : Autres: Backing gas shall applied until completion of at least 10 mm thickness welded.																																																																																																																																																							
Other : Autres: N/A			Adjustement: Fixation:																																																																																																																																																							
Thickness of each pass (t) : t < 1/2 in. (13 mm)			Method: Mode: by stick weld or electrode clamp par point de soudage ou par clampé électrode																																																																																																																																																							

Annexe 2 : Métal de base



TTI - TUBACEX TUBOS INOXIDABLES

Registro Mercantil de Alava, Tomo 587, Folio 189, Hoja VI 2885 - N.I.F. A-01140227  
Tres cruces, 8  
01400 Llodio (Alava)  
SPAIN

TL: +34 946719300  
FAX: +34 946725062  
E-MAIL: qualitytti@tubacex.es

160601

INSPECTION CERTIFICATE  
EN 10204:2004 / 3.1

Number: 572774	Rev: 01
Page: 1 / 3	
Created on: Date: 05.03.2013	Modified on: Date: 12.03.2013

CUSTOMER DESCRIPTION

CLIENT SOLD TO RACCORTUBI S.P.A. VIALE DE GASPERI 194 20010 MARCALLO CON CASONE MI ITALY	CLIENT SHIP TO RACCORTUBI S.P.A. VIA FRATELLI KENNEDY 59 20010 MARCALLO CON CASONE MI ITALY
--	---



CLIENT ORDER: OS000172 S  
SALES ORDER: I26065

MATERIAL: SEAML. STAINL. STEEL TUBES/PIPES  
HEAT-TREATED, PICKLED, PICKLED-PASSIVATED  
GRADE: S32750  
STANDARD: ASME SECT.II PART.A SA790/SA790M-2010 ED. 2011 ADD.  
ASTM A790/A790M-10  
NORSOK M630 REV.5 MDS D51 REV.4  
CHECK ANALYSIS  
CORROSION TESTED ACC. TO ASTM A923 TEST METHOD C  
CORROSION TESTED ACC. TO ASTM G48 TEST METHOD A  
HYDROTEST  
NACE MR0103-10  
NACE MR0175/ISO 15156-3:2009  
RACCORTUBI PURCHASING SPECIFICATION RTX\_D51S REV.1  
TOLERANCES: ASME SECT.II PART.A SA999/SA999M-2010 ED. 2011 ADD.  
ASTM A999/A999M-11  
RANDOM LENGTHS 5.000/6.000 MM  
PLAIN ENDS,  
DIMENSIONS: 219,08 x 12,70 MM  
HOT FINISHED

*Item 16*

*8x12x*

Sales Item	Client Item	Delivery No	Lot No.	Heat No	Pieces	Weight	Tot Lgth	Un Lgth
200		8110024103	200093668	46954	4	1.504 KG	22,62 M	5000-6000 MM

RAW MATERIAL			Method	
Heat Nr:	Supplier			
46954	ACERALAVA (SPAIN)			Electric furnace+AOD

CHEMICAL COMPOSITION (%)				*L: Ladle C:Products								
	Heat	Seq	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
L	46954	1	0,012	0,65	0,450	0,023	0,0005	6,65	25,50	3,58	0,33	0,2715
C	46954	1	0,014	0,62	0,470	0,025	0,0006	6,60	25,45	3,55	0,35	0,2695



TUBACEX TUBOS  
INOXIDABLES S.A.

INGENIERIA DE CALIDAD

*[Signature]*

Edigo Anzola Alcobas

We hereby certify that the material herein described has been manufactured in accordance with the above standards and specifications and satisfies order requirements. This certificate is issued by a computerized system and is valid without original signature. In case the owner of this certificate would release as a certified, he must attest its conformity to the issued, assuming the responsibility for any use of TUBACEX, not allowed use. Any forgery or falsification of the contents shall be legally prosecuted.


Customer: GROUPE GENOYER PHOCEEENNE  
Order : 2091600 REV.0 - 23/07/2015 Project: TOUATGAZ PROJECT Out ref.: OCVEES201500000869  
Descr : 219.10x12.70 PE  
Heat n° or Pcs. marking : 46954 Qtá/Qty:5,39 Posiz./Item n.: 0016  
Protocollo : CTCERC201500007403 \* CERTIFIED TRUE COPY \* Issued 30/07/15



## Annexe 3 : Métal d'apport (soudage TIG)

voestalpine Böhler Welding Spain S.A.		voestalpine Böhler Welding Spain S.A.												
		Pol. Ind. Can Jardi C/Schumann, 15 08191 RUBÍ (Barcelona) Tel: + 00 34 93.588.69.07 Fax: + 00 34 93.588.71.37 Website      www.voestalpine.com/welding												
INITEC PLANTAS INDUSTRIALES		<b>Certificado 3.1</b>												
C/MARIA DE PORTUGAL 9-11		<b>Inspection certificate 3.1</b>												
28050 SANCHINARRO- MADRID		a / as per : EN 10204												
Spain		No. : No. : 2016-2019064369-900001-014												
		Rev. 0      Page / Page : 1 / 1												
Pedido No.	PO no.	856479005 PROJECT 8564-GY-001E de / of												
Orden de trabajo	Order no.	1019051943												
Número de albarán	Delivery note/pos./splitt	2019064369/000010/900001	de / of 21.10.2016											
Objeto de ensayo	Product	/ GTAW rod/wire												
Designación de la marca	Trade name	UTP A 776												
Clasificación estándar	Standard designation	EN ISO 18274 - S Ni 6276 (NiCr15Mo16Fe6W4)												
		AWS A5.14: <b>ERNiCrMo-4</b>												
Dimensión	Dimension	2,4 x 1000 mm												
Colada No.	Heat no.	102564												
Cantidad entregada	Quantity	20,0 KG												
Composición química en %      Chemical composition in % of the product														
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu	Co	Fe		
< 0,01	< 0,01	0,5	0,005	0,001	15,5	15,5	58,9	< 0,1	3,3	< 0,1	< 0,1	5,7		
Propiedades mecánicas      Mechanical properties														
Ensayo de tracción      Tensile test														
T	ReL / Rp 0,2	Rp 1,0	Rm	A (Lo = 5d)	Z	WBH	Observaciones							
	MPa	MPa	MPa	%	%	PWHT	Remarks							
20°C	≥ 400	≥ 450	≥ 700	≥ 30										
Ensayo de impacto      Impact test														
T	Energía de impacto Impact energy	Promedio Average	Expansión lateral Lateral expansion	Fractura frágil Shear fracture	WBH	Observaciones								
	KV / J	KV / J	mm	%	PWHT	Remarks								
20°C	≥ 100													

Lugar / Town	Fecha / Date	Este certificado fue emitido por el equipo de electrónica y no requiere la firma. This certificate was issued by DP-equipment and does not require signature.	Q.A. Authorized representative
Rubí, Barcelona	21.10.2016		



ONE STEP AHEAD.

## Annexe 4 : Métal d'apport (soudage SMAW)

voestalpine Böhler Welding Spain S.A.	voestalpine Böhler Welding Spain S.A. Pol.Ind.Can.Jardí C/Schumann, 15 08191 RUBÍ (Barcelona) Tel: + 00 34 93.588.69.07 Fax: + 00 34 93.588.71.37 Website: www.voestalpine.com/welding																																					
INITEC PLANTAS INDUSTRIALES  C/MARIA DE PORTUGAL 9-11 28050 SANCHINARRO- MADRID Spain	<b>Certificado 3.1</b> <b>Inspection certificate 3.1</b> a / as per : EN 10204 No. : 2016-2019064299-900004-014 Rev. 0 Page / Page : 1 / 1																																					
<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">Pedido No.</td> <td style="width: 33%;">PO no.</td> <td style="width: 33%;">856479005 PROJECT 8564-GY-001E de / of</td> </tr> <tr> <td>Orden de trabajo</td> <td>Order no.</td> <td>1019051943</td> </tr> <tr> <td>Número de albarán</td> <td>Delivery note/pos./splitt</td> <td>2019064299/000020/900004 de / of 18.10.2016</td> </tr> </table>		Pedido No.	PO no.	856479005 PROJECT 8564-GY-001E de / of	Orden de trabajo	Order no.	1019051943	Número de albarán	Delivery note/pos./splitt	2019064299/000020/900004 de / of 18.10.2016																												
Pedido No.	PO no.	856479005 PROJECT 8564-GY-001E de / of																																				
Orden de trabajo	Order no.	1019051943																																				
Número de albarán	Delivery note/pos./splitt	2019064299/000020/900004 de / of 18.10.2016																																				
<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">Objeto de ensayo</td> <td style="width: 33%;">Product</td> <td style="width: 33%;">/ covered electrode <span style="float: right; font-size: small;">282750</span></td> </tr> <tr> <td>Designación de la marca</td> <td>Trade name</td> <td>UTP 776 Kb <span style="float: right; font-size: small;">53013</span></td> </tr> <tr> <td>Clasificación estándar</td> <td>Standard designation</td> <td>EN ISO 14172 - E Ni 6276 (NiCr15Mo15Fe6W4) <span style="float: right; font-size: small;">4N62760E</span></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td>AWS A5.11: ENiCrMo-4 <span style="float: right; font-size: small;">0190</span></td> </tr> </table>		Objeto de ensayo	Product	/ covered electrode <span style="float: right; font-size: small;">282750</span>	Designación de la marca	Trade name	UTP 776 Kb <span style="float: right; font-size: small;">53013</span>	Clasificación estándar	Standard designation	EN ISO 14172 - E Ni 6276 (NiCr15Mo15Fe6W4) <span style="float: right; font-size: small;">4N62760E</span>			AWS A5.11: ENiCrMo-4 <span style="float: right; font-size: small;">0190</span>																									
Objeto de ensayo	Product	/ covered electrode <span style="float: right; font-size: small;">282750</span>																																				
Designación de la marca	Trade name	UTP 776 Kb <span style="float: right; font-size: small;">53013</span>																																				
Clasificación estándar	Standard designation	EN ISO 14172 - E Ni 6276 (NiCr15Mo15Fe6W4) <span style="float: right; font-size: small;">4N62760E</span>																																				
		AWS A5.11: ENiCrMo-4 <span style="float: right; font-size: small;">0190</span>																																				
<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">Dimensión</td> <td style="width: 33%;">Dimension</td> <td style="width: 33%;">3,2 x 300 mm</td> </tr> <tr> <td>Colada No.</td> <td>Serial no.</td> <td>4320463</td> </tr> <tr> <td>Cantidad entregada</td> <td>Quantity</td> <td>38,7 KG</td> </tr> </table>		Dimensión	Dimension	3,2 x 300 mm	Colada No.	Serial no.	4320463	Cantidad entregada	Quantity	38,7 KG																												
Dimensión	Dimension	3,2 x 300 mm																																				
Colada No.	Serial no.	4320463																																				
Cantidad entregada	Quantity	38,7 KG																																				
Composición química en %      Chemical composition in % of the weld metal																																						
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th>C</th> <th>Si</th> <th>Mn</th> <th>P</th> <th>S</th> <th>Cr</th> <th>Mo</th> <th>Ni</th> <th>V</th> <th>W</th> <th>Cu</th> <th>Co</th> <th>Fe</th> <th></th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0,02</td> <td>&lt; 0,1</td> <td>0,6</td> <td>0,005</td> <td>0,002</td> <td>15,5</td> <td>15,7</td> <td>57,9</td> <td>0,2</td> <td>3,6</td> <td>&lt; 0,1</td> <td>&lt; 0,1</td> <td>6,2</td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu	Co	Fe			0,02	< 0,1	0,6	0,005	0,002	15,5	15,7	57,9	0,2	3,6	< 0,1	< 0,1	6,2									
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu	Co	Fe																										
0,02	< 0,1	0,6	0,005	0,002	15,5	15,7	57,9	0,2	3,6	< 0,1	< 0,1	6,2																										
Propiedades mecánicas      Mechanical properties																																						
<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">Ensayo de tracción</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">Tensile test</td> </tr> <tr> <td style="width: 15%;">T</td> <td style="width: 15%;">ReL / Rp 0,2</td> <td style="width: 15%;">Rp 1,0</td> <td style="width: 15%;">Rm</td> <td style="width: 15%;">A (Lo = 5d)</td> <td style="width: 10%;">Z</td> <td style="width: 10%;">WBH</td> <td style="width: 15%;">Observaciones</td> </tr> <tr> <td></td> <td>MPa</td> <td>MPa</td> <td>MPa</td> <td>%</td> <td>%</td> <td>PWHT</td> <td>Remarks</td> </tr> <tr> <td>20°C</td> <td>≥ 400</td> <td></td> <td>≥ 700</td> <td>≥ 25</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>		Ensayo de tracción	Tensile test	T	ReL / Rp 0,2	Rp 1,0	Rm	A (Lo = 5d)	Z	WBH	Observaciones		MPa	MPa	MPa	%	%	PWHT	Remarks	20°C	≥ 400		≥ 700	≥ 25														
Ensayo de tracción	Tensile test																																					
T	ReL / Rp 0,2	Rp 1,0	Rm	A (Lo = 5d)	Z	WBH	Observaciones																															
	MPa	MPa	MPa	%	%	PWHT	Remarks																															
20°C	≥ 400		≥ 700	≥ 25																																		
<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">Ensayo de impacto</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">Impact test</td> </tr> <tr> <td style="width: 10%;">T</td> <td style="width: 15%;">Energía de impacto</td> <td style="width: 15%;">Promedio</td> <td style="width: 15%;">Expansión lateral</td> <td style="width: 15%;">Fractura frágil</td> <td style="width: 10%;">WBH</td> <td style="width: 10%;">Observaciones</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Impact energy</td> <td>Average</td> <td>Lateral expansion</td> <td>Shear fracture</td> <td>PWHT</td> <td>Remarks</td> </tr> <tr> <td></td> <td>KV / J</td> <td>KV / J</td> <td>mm</td> <td>%</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>-196°C</td> <td>≥ 30</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>20°C</td> <td>≥ 60</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>		Ensayo de impacto	Impact test	T	Energía de impacto	Promedio	Expansión lateral	Fractura frágil	WBH	Observaciones		Impact energy	Average	Lateral expansion	Shear fracture	PWHT	Remarks		KV / J	KV / J	mm	%			-196°C	≥ 30						20°C	≥ 60					
Ensayo de impacto	Impact test																																					
T	Energía de impacto	Promedio	Expansión lateral	Fractura frágil	WBH	Observaciones																																
	Impact energy	Average	Lateral expansion	Shear fracture	PWHT	Remarks																																
	KV / J	KV / J	mm	%																																		
-196°C	≥ 30																																					
20°C	≥ 60																																					
<table border="0" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%;">Lugar / Town</td> <td style="width: 25%;">Fecha / Date</td> <td style="width: 50%;">Este certificado fue emitido por el equipo de electrónica y no requiere la firma. This certificate was issued by DP-equipment and does not require signature.</td> </tr> <tr> <td>Rubi, Barcelona</td> <td>18.10.2016</td> <td style="text-align: right;">Q.A. Authorized representative</td> </tr> </table>		Lugar / Town	Fecha / Date	Este certificado fue emitido por el equipo de electrónica y no requiere la firma. This certificate was issued by DP-equipment and does not require signature.	Rubi, Barcelona	18.10.2016	Q.A. Authorized representative																															
Lugar / Town	Fecha / Date	Este certificado fue emitido por el equipo de electrónica y no requiere la firma. This certificate was issued by DP-equipment and does not require signature.																																				
Rubi, Barcelona	18.10.2016	Q.A. Authorized representative																																				
 ONE STEP AHEAD.																																						