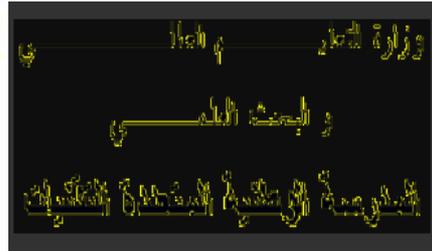


**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE**

Ministère de l'Enseignement Supérieur et la Recherche Scientifique

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique
Ecole nationale Polytechnique



DÉPARTEMENT METALLURGIE

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Thème :

**Éffets du vieillissement thermique sur la
résistance à la corrosion d'une soudure en
acier inoxydable duplex 2205**

Encadré par :

Mr K. ABADLI

Réalisé par :

Mlle CHOUFFA IMENE

PROMOTION: JUIN 2013

ملخص

إن الحديد الصلب الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة يتأثر بظاهرة الإزمان وينتج عنه ترسبات عدة أطوار غنية بالمواد المضافة. وهذا ناتج عن عدة عوامل أهمها الإزمان خلال فترة الخدمة.

من هنا تأتي دراستنا لإتمام الأعمال المنجزة سابقا. سنتطرق إلى تأثير كل من الطور ألفا بريم وكربيدات الكروم على الخصائص الميكانيكية ومقاومة التآكل للحديد الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة (22%) بعد التلحيم.

إن تقييم مقاومة التآكل تم عن طريق دراسة كهروكيميائية المعروفة بطريقة الاستقطاب ذات الكمون الديناميكي.

كلمات مفتاحية: الحديد الصلب الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة , ظاهرة الإزمان, الطور ألفا بريم, البنية الميكروسكوبية , مقاومة التآكل , معالجة حرارية , الاستقطاب ذات الكمون الديناميكي .

Résumé :

Les aciers inoxydables duplex sont susceptibles aux phénomènes de vieillissements qui sont engendrés par la précipitation de certaines phases riches en éléments d'alliages. C'est dû à plusieurs facteurs tels que le vieillissement pendant la période de service.

Delà, vient notre étude compléter les travaux déjà accomplis. On abordera l'effet de la phase alpha-prime et les carbures de chrome sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion des aciers duplex à 22% Cr après soudage.

L'évaluation de la résistance à la corrosion se fera par voie électrochimique en utilisant la méthode de polarisation potentiodynamique.

Mots clés : Acier inoxydable duplex, phase alpha-prim, microstructure, Résistance à la corrosion, traitement thermique, vieillissement, polarisation.

Abstract:

Duplex stainless steels are susceptible to ageing. This later leads precipitates rich in addition elements (Cr, Mo) and caused by various factors such as ageing during servicing period.

Our study comes to complete previous works. We focused on alpha-prim phase and chromium carbides, their consequences on mechanical proprieties and corrosion resistance of duplex stainless steels (22%Cr) after welding.

The corrosion resistance will be evaluated by electrochemical process using potentiodynamic polarization.

Key words: Duplex stainless steels, alpha prim phase, microstructure, corrosion resistance, heat treatment, aging and potentiodynamic polarization.

Remerciements

Je remercie Dieu tout Puissant pour m'avoir guidé et illuminé mon parcours.

J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur Kamel ABADLI qui a dirigé mon travail en m'accordant toute sa confiance , sa gentillesse, sa disponibilité et sa rigueur scientifique. Plus qu'un Directeur de projet je tiens à lui exprimer mon entière gratitude.

J'exprime toute ma sympathie et ma gratitude à Mr DJEGHLAL qui m'a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

Mes remerciements vont aux membres de jury Mr SALHI et Mr BOUABDALLAH qui ont accepté d'être les examinateurs de ce mémoire.

Je remercie Mr DJERAF SOUFIANE, HACHEMI HANIA pour leurs conseils, leurs gentillesse.

Je remercie enfin tous les enseignants qui ont contribué à ma formation durant toute ma scolarisation.

Imène

Dédicace

*Au nom d'Allah le Miséricordieux le très
Miséricordieux*

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

*À la mémoire de mon très cher grand-père qui sont
toujours dans mon cœur.*

*À mes très chers parents qui ont toujours été là pour
moi, et qui m'ont donné un modèle
exemplaire de labeur et de persévérance.*

*J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute
ma reconnaissance et tout mon amour.*

*À mes chers frères et sœur : Hamza et Nassima
À ma chère famille.*

*Et enfin à toutes les personnes que j'aime et qui
m'aiment.*

Imène

SOMMAIRE

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

Chapitre I : Soudabilité des aciers inoxydables duplex

I.1. Introduction	3
I.2. Effets des éléments d'addition sur l'acier.....	3
I.3. Les différents types des aciers inoxydables	5
I.3.1. Les aciers inoxydables martensitiques	6
I.3.2. Les aciers inoxydables austénitiques :	6
I.3.3. Les aciers inoxydables ferritiques.....	7
I.3.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex).....	7
I.4. les aciers inoxydables duplex.....	7
I.4.1. Définition.....	7
I.4.2. Propriétés physique et mécanique.....	8
I.5. Le soudage.....	9
I.5.1 Définition du soudage.....	9
I.5.2. Types de soudage.....	10
I.5.3. Procédés de soudage	10
I.5.4. Le cycle thermique de soudage.....	12
I.5.5. Les principaux défauts aux joints soudés.....	15
I.5.6. Soudabilité des aciers inoxydables duplex.....	16
I.5.7. Solidification et structure des soudures du duplex.....	16
I.5.8. La précipitation au niveau de la zone affectée thermiquement.....	17

Chapitre II : Le vieillissement thermique des aciers inoxydables duplex

II.1. Introduction.....	18
II.2. Vieillissement	18
II.2.1. Principe	18
II.2.2. Origine du vieillissement.....	19
II.3. Le vieillissement thermique des aciers inoxydables duplex	20
II.4. Fragilisation à 475 °C des aciers ferritiques riches en chrome.....	21
II.4.1. Origine de la fragilisation	21
II.4.2. Effet du vieillissement sur les propriétés des aciers inoxydables duplex.....	21
II.5. Evolution microstructurale des aciers duplex au cours du Vieillissement.....	24
II.6. Précipitation des carbures et des nitrures	25
II.6.1. Précipitation de la phase σ	26
II.6.2. Précipitation de la phase G.....	27

Chapitre III : La corrosion des aciers inoxydables duplex

III.1.Introduction.....	28
III.2. La corrosion des aciers inoxydable	28
III.2.1. Définition.....	28
III.2.2.Processus de corrosion.....	28
III.2.3. les grands facteurs de corrosion	29
III.2.4. Types de corrosion.....	29
III.2.5. Passivité.....	31
III.3.Résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques.....	32
III.3.1.Corrosion généralisée, par piqûration et caverneuse	32
III.3.2.Corrosion intergranulaire.....	33
III.3.3.Corrosion par piqûres et crevasses.....	35
III.3.4.Corrosion sous contrainte.....	35

Chapitre IV : Techniques Expérimentales

IV.1. Matériau étudié	37
IV.1.1 Analyse chimique.....	38
IV.1.2.Les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié.....	39
IV.2. Réalisation des soudures.....	39
IV.2.1. procédés de soudage	39
IV.2.2.Métal d'apport utilisé.....	39
IV.2.3 Paramètres de soudage.....	39
IV.2.4. Soudage des tubes	40
IV.2.5.Tronçonnage des éprouvettes.....	41
IV.3. Le travail expérimental.....	42
IV.3.1 Traitement thermique.....	42
IV. 3.2. Méthodes de caractérisation.....	43
IV. 3.3. Essai de résilience.....	47
IV.3.4. Etude de corrosion.....	48

Chapitre V : Résultats et interprétations

V.1. Structure à l'état initial brut.....	50
V.1.1. Métal de base.....	50
V.1.2. La zone fondue.....	50
V.2.Caractérisation microstructural de la soudure après traitements de vieillissement	51
V.2.1.Vieillessement à 320°C.....	51
V.2.2.Vieillessement à 350°C.....	54
V.2.3.Vieillessement à 475°C.....	55
V.3. Etude de la précipitation de la phase α' au cours du vieillissement	59
V.4. Variations du Taux de ferrite au cours du vieillissement.....	61
V.4. 1 Effets du vieillissement à 350°C	61
V.4.2 Effets du vieillissement à 475°C	61
V.5. Effet du Vieillessement à 350 et 475 °C sur la résilience.....	62

V.6.Caractérisation électrochimique de la soudure	63
V.6.1. Courbe de polarisation de métal de base vieilli.....	63
V.6.2. Courbe de polarisation de La zone fondue vieilli.....	65
Conclusion générale.....	67
Référence bibliographique	

Liste des figures

Les figures de chapitre I

Figure I.1 : variation de la constante d'oxydation parabolique en fonction de la concentration en chrome dans le système fer-chrome.....	4
Figure I.2 : Diagramme de Shaeffler pour les aciers inoxydables.....	6
Figure I.3: microstructure typique des aciers inoxydables duplex a) structure coulée ; b) structure laminée.....	7
Figure I.4: a) variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances des aciers inoxydables duplex ; b) diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% de Fe.....	8
Figure I.5 : Illustration du procédé TIG.....	11
Figure I.6: Variation de la température θ en fonction du temps.....	13
Figure I.7: Variation de la température θ en fonction de la distance x	13
Figure I.8 : Schéma typique d'une structure austéno-ferritique des trois principales zones après soudage	14
Figure I.9 : La structure métallographique de la soudure (MB, ZAT et ZF.....	15
Figure I.10 : Différentes zones d'un joint soudé austéno-ferritique.....	17

Les figures de chapitre II

Figure II.1 : Lacune de miscibilité dans le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr.....	19
Figure II.2 : Schématisation de la lacune de miscibilité.....	20
Figure II.3 : Propriétés mécaniques de l'acier Z5CNDU208 en fonction de la température de revenu, pour un maintien de 1h	22
Figure II.4 : Résultats des essais de résilience effectués sur l'acier Z5CNDU 20.8, en fonction de la température de revenu, pour un maintien de 1 h.....	22
Figure II.5 : Courbe de Wöhler typique.....	23
Figure II.6 : Cinétiques de précipitation des phases secondaires dans les aciers inoxydables duplex 2205 et 2507.....	25
Figure II.7. a) Maille quadratique de la phase σ de paramètres $a = 8.790 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$; b) diffusion des atomes d'éléments alphasgènes du grain ferritique vers un germe σ ; c) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite.....	26
Figure II.8. Propriétés mécaniques de l'alliage duplex S32550 en fonction de la fraction volumique de la phase σ , précipité par traitement thermique de vieillissement.....	26

Les figures de chapitre III

Figure III.1: Représentation schématique de la dissolution du fer.....	29
Figure III.2 : Courbe de polarisation de l'alliage Fe-17Cr dans NaCl dilué.....	30

Figure III.3 : déchromisation aux interfaces a/g par suite de précipitation de carbures de chrome dans le cas d'alliages austéno-ferritiques.....	34
Figure III.4 : Représentation de la corrosion sous.....	36

Les figures de chapitre IV

Figure IV.1: Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.....	38
Figure IV.2 : Longueur des tubes à souder.....	40
Figure IV.3 : Tronçonnage de tube en deux.....	41
Figure IV.4 : Schéma de tronçonnage des éprouvettes.....	41
Figure IV.5 : photographie représentatif du four électrique à résistance utilisé pour les traitements thermiques.....	43
Figure IV.6 : polisseuse de type HITECH.....	44
Figure IV.7 : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique.....	44
Figure IV.8 : les équipements nécessaires pour prendre la micrographie.....	45
Figure IV.9 : Les principales étapes effectuées pour calculer le taux de phase (austénite ou ferrite) par l'imageJ, (a) l'image initiale, (b) l'image traitée, (c) l'image binaires, (d) la valeur de la fraction.....	46
Figure IV.10 : Le microduromètre utilisé pour les essais de la micro-dureté.....	47
Figure IV.11 : Schéma illustratif du mouton Charpy.....	47
Figure IV.12 : photographie du potentiostat utilisé.....	48

Les figures de chapitre V

Figure V.1 : Etat microstructural du duplex 2205 brut au niveau du métal de base.....	50
Figure V. 2 : Etat microstructural du duplex 2205 brut au niveau de la zone fondue...	51
Figure V.3 : Microstructure du métal de base après 10h à 320°C.....	52
Figure V.4 : Microstructure du métal de base après 30h à 320°C.....	52
Figure V.5 : Microstructure du métal de base après 50h à 320°C.....	52
Figure V.6 : Microstructure de la zone fondue après de 10h à 320°C.....	53
Figure V.7: Microstructure de la zone fondue après de 30h à 320°C.....	53
Figure V.8 : Microstructure de la zone fondue après de 50h à 320°C.....	54
Figure V.9: Microstructure du métal de base après 10h à 350°C.....	54
Figure V.10 : Microstructure du métal de base après 40h à 350°C.....	54
Figure V.11 : Microstructure de la zone fondue après de 10h à 350°C.....	55
Figure V.12 : Microstructure de la zone fondue après de 40h à 350°C.....	55
Figure V.13 : Structure du métal de base Après 10h à 475°C.....	56
Figure V.14 : Structure du métal de base après 30h à 475°C.....	56
Figure V.15 : Structure du métal de base après 50h à 475°C.....	57
Figure V.16 : Structure du la zone fondue après 10h à 475°C.....	57
Figure V.17 : Structure du la zone fondue après 30h à 475°C.....	58
Figure V.18 : Structure du la zone fondue après 50h à 475°C.....	58
Figure V.19 : Evolution de la dureté de la ferrite au cours des traitements à 350°C et 475°C.....	59

Figure V.20 : Evolution de la dureté de l'austénite au cours des traitements à 350°C et 475 °C.....	60
Figure V.21 : Evolution de la variation du taux de ferrite à 350 °C au cours de temps de maintien.....	61
Figure V.22 : Evolution de la variation du taux de ferrite à 475 °C au cours de temps de maintien.....	62
Figure V.23 : Variation de la résilience en fonction du traitement.....	63
Figure V.24 : Courbes de polarisation $i = f(E)$ de MB vieillis à 320°C dans H ₂ SO ₄	64
Figure V.25 : Courbes de polarisation $i = f(E)$ de la zone soudée vieillis à 320°C, 350°C et 475°C dans une solution d'acideH ₂ SO ₄	65

Liste des tableaux

Les Tableaux de chapitre I

Tableau I.1 : propriétés physiques et teneur en ferrite	8
Tableau I.2 : Propriétés mécaniques et teneur en ferrite.....	9
Tableau I.3 : Quelques propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austéno-ferritique.....	9

Les Tableaux de chapitre IV

Tableau IV.1: Composition chimique du métal de base UNS S 31803.....	38
Tableau IV.2: Composition chimique de l'acier inoxydable duplex UNS S 31803 selon norme ASTM.....	38
Tableau IV.3: Propriété mécanique de l'acier étudié.....	39
Le tableau IV.4 : représente la composition chimique de métal d'apport.....	39
Tableau IV.5 : Description de la solution d'attaque utilisée.....	44

Les Tableaux de chapitre V

Tableau V.1 : Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieillis dans une solution d'acide H ₂ SO ₄	64
Tableau V.2 : Résultats des essais électrochimiques de la zone soudée vieillis à 320°C, 350°C et 475°C dans la solution d'acide H ₂ SO ₄	65

La corrosion dans toutes ses formes est l'ennemi principal de l'industrie. Dans les pays industrialisés, les coûts de la corrosion représentent trois à quatre pourcent du produit national brut. La corrosion n'est pas seulement une source de perte de matières première et d'énergie, elle peut en plus provoquer des accidents aux conséquences graves et dans certains cas, contribuer à la pollution de l'environnement naturel.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont largement utilisés dans l'industrie pétrolière pour la production et le transport de pétrole brut ou de gaz, dans l'industrie chimique, dans l'industrie nucléaire....

Ces aciers sont très intéressants, aussi bien pour leur résistance à la corrosion pour leurs propriétés mécaniques et leur soudabilité, ainsi que pour un coût de production raisonnable. Leur résistance à la corrosion sous contrainte, intergranulaire et par piqûration est meilleure que celle des aciers inoxydables austénitiques, qui sont caractérisées par des coûts plus hauts.

Aujourd'hui, l'acier inoxydable duplex doit relever les défis afin de répondre aux besoins perpétuels de matériaux à haute performance, résistant aux milieux les plus agressifs. Les conditions d'utilisation de l'acier inoxydable duplex dans l'intervalle de température entre 320°C et 500°C engendre une transformation de phase et une décomposition partielle de la ferrite en α' et des carbures. Cette dernière présente une structure à faible résistance à la corrosion et le lieu favorable à l'amorçage et la croissance des piqures.

Dans notre étude, l'acier duplex utilisé est le S31803(2205) soudé préalablement. Tous les échantillons subissent un traitement de mise en solution à 1050°C pendant une demi-heure suivi de refroidissement rapide à l'eau puis un traitement de vieillissement thermique (revenu) à trois différentes températures 320°C, 350°C et 475°C pour des temps différents dans le but de provoquer la précipitation des phases intermétalliques et les carbures de chrome.

La résistance à la corrosion sera évaluée par voie électrochimique. La méthode d'investigation employée dans notre étude est la polarisation potentiodynamique. L'exploitation des courbes de polarisation permettra de mesurer la résistance de polarisation R_p , les vitesses de corrosion et potentiels de corrosion.

Pour réaliser ce travail nous avons adopté un plan qui consiste à scinder l'étude en deux parties, une recherche bibliographique elle-même divisée en trois chapitres :

- Le premier chapitre consiste à donner une vue générale sur les aciers inoxydables, présentation en particulier les aciers inoxydables duplex, l'influence des éléments d'addition sur leurs propriétés, l'évolution structurale lors du soudage de ces aciers.
- Le deuxième chapitre nous avons présenté les changements structuraux des aciers inoxydables duplex pendant les traitements thermiques de vieillissement et les phases précipités lors de vieillissement thermique.

- Le troisième chapitre est réservé pour l'étude électrochimique et la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable duplex (par piqure, intergranulaire et sous contrainte).

La deuxième partie concerne l'approche expérimentale de notre étude, elle comporte deux chapitres :

- Dans le chapitre « Techniques expérimentales » nous présentons le matériau et les différents moyens d'investigation que nous avons utilisés le long de cette étude.
- Dans le dernier chapitre nous exposons les résultats obtenus ainsi que les interprétations correspondants.

Nous terminons ce travail avec une conclusion générale ou nous reprenons les points essentiels de notre étude.

Chapitre I :
SOUDABILITE DES
ACIERS INOXYDABLES
DUPLEX

I.1. Introduction

Les aciers inoxydables sont des aciers ayant une concentration en chrome comprise entre 12% et 30 %, et en nickel de 0% à 35%. Ils se caractérisent par leur résistance à la corrosion et en particulier à l'oxydation grâce à la formation d'un film superficiel d'oxyde de chrome très mince et très stable. Les aciers inoxydables peuvent être classés en quatre grands groupes :

- Aciers inoxydables martensitiques
- Aciers inoxydables ferritiques
- Aciers inoxydables austénitiques
- Aciers austéno-ferritiques [1].

I.2. Effets des éléments d'addition sur l'acier

La structure micrographique des aciers inoxydables dépend directement de leur composition chimique. La présence des éléments d'alliage et leurs proportions peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-Carbone. Selon leurs effets sur la structure de l'acier, ils peuvent être regroupés en deux familles :

- La famille des éléments alphas : Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure ferritique, ce sont notamment : le chrome, le molybdène, le silicium le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.
- La famille des éléments gamma : Ils favorisent la prépondérance à la température ambiante d'une structure austénitique. Ce sont notamment : le nickel, le carbone, l'azote, le cobalt et le manganèse [2].

En général, aussi bien du côté des hautes que des basses températures, un élément gammagène étale et un élément alphas restreint le domaine austénitique.

Selon leur affinité pour le carbone, les éléments d'addition peuvent être classés en deux groupes : carburigènes et non carburigènes [3].

Les éléments carburigènes sont le chrome, le molybdène, le vanadium, le titane et le niobium. Les éléments non carburigènes sont le nickel et le cuivre.

L'influence des différents éléments présents dans les aciers inoxydables est décrite de la manière suivante :

- a) Chrome :** C'est l'élément stabilisateur de la structure ferritique (élément alphas). Il est la cause de la passivation de l'acier et constitue, au-delà de 13% l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. L'augmentation de sa teneur permet un apport suffisant en surface pour former une couche continue de Cr_2O_3 . Celle-ci agit alors comme une barrière de diffusion pour les ions de fer et pour les atomes d'oxygène ce qui induit une diminution importante de la vitesse d'oxydation (**figure I.1**) [4].

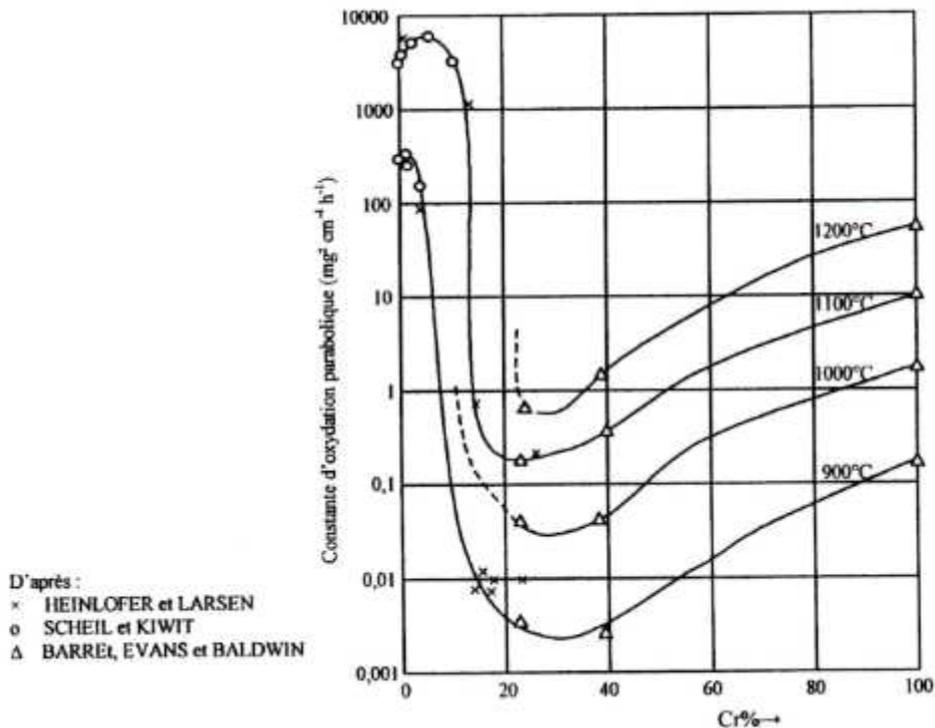


Figure I.1 : variation de la constante d'oxydation parabolique en fonction de la concentration en chrome dans le système fer-chrome [4].

- b) **Nickel** : C'est un élément stabilisateur de l'austénite. Il élargit son domaine d'existence en fonction de sa teneur jusqu'aux températures inférieures à 20°C. Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliages des aciers inoxydables austénitiques. De plus le nickel améliore la résistance à la corrosion sous tension.
- c) **Molybdène** : C'est un élément stabilisateur de la ferrite. Il se présente dans l'acier sous forme de carbure de molybdène MoC. Il améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables une fois qu'il est en combinaison avec le chrome, en faisant stabiliser la couche passivante en présence d'ions halogènes ce qui améliore considérablement la résistance à l'initiation de la corrosion par piqure.
- d) **Carbone** : Il favorise la formation de l'austénite. C'est l'élément non métallique essentiel de tous les aciers et spécialement pour le grade martensitique. Il élargit fortement le domaine austénitique beaucoup plus que le nickel. Grâce à sa création avec le chrome il forme, aux joints de grains, des carbures de chrome ($Cr_{23}C_6$). Ceci entraîne une déchromisation dans les zones proches des joints de grains et ainsi facilite la corrosion intergranulaire. C'est pour cela que sa teneur est dans la plupart des cas maintenue très basse.

- e) **Silicium** : C'est un élément stabilisateur de la ferrite. Il améliore la résistance à l'oxydation à haute température, et à des teneurs élevées et dans certaines conditions, il augmente la résistance à la corrosion, par exemple en milieu concentré d'acide nitrique.
- f) **Manganèse** : Il stabilise le fer (γ). Et quand il se trouve en présence de nickel il améliore beaucoup de fonctions attribuées au nickel, mais sa substitution avec ce dernier n'est pas possible. Dans les aciers inoxydables se produit une interaction entre le manganèse et le soufre pour former les sulfures de manganèse. Ces derniers confèrent à l'acier inoxydable un effet substantiel sur la résistance à la corrosion, et spécialement la corrosion par piqûre.
- g) **Azote** : C'est un élément fortement gammagènes très bénéfique pour les aciers austénitiques car il améliore la résistance à la piqûration et retarde la formation de la phase σ et renforce l'acier inoxydable.
- h) **Titane** : C'est un élément formateur de la phase ferritique et il est considéré comme stabilisant à cette dernière. ce rôle lui a été confié grâce à la forte affinité avec le carbone et l'azote, fortement gammagènes. Il se combine dans les aciers ferritiques avec le carbone pour former un carbure de titane et avec l'azote pour former un nitrure de titane. Les teneurs en carbone et azote de l'acier diminuent la température de transformation α/γ augmente, et la phase ferrite reste stable à des températures plus élevées [4].

I.3. Les différents types des aciers inoxydables

La structure des aciers inoxydables dépend surtout de leur composition chimique. Les éléments chimiques d'addition principaux et caractéristiques de ces aciers agissent sur la structure par leur caractères alphasène et gammagène. L'influence globale des différents éléments présents est déterminée par les quantités de chrome équivalent Cr_{eq} (pour les éléments alphasène) et le nickel équivalent Ni_{eq} (pour les éléments gammagène) Ces deux quantités sont obtenues par les expressions suivantes :

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30\%C + 0,5\%Mn$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5Si + 0,5Nb \text{ [1].}$$

Par l'établissement du diagramme de Shaeffler, on peut déterminer, pour un même traitement thermique, l'influence des éléments chimiques sur la structure en portant en ordonnée le nickel équivalent, et en abscisse le chrome équivalent (**figure I.2**).

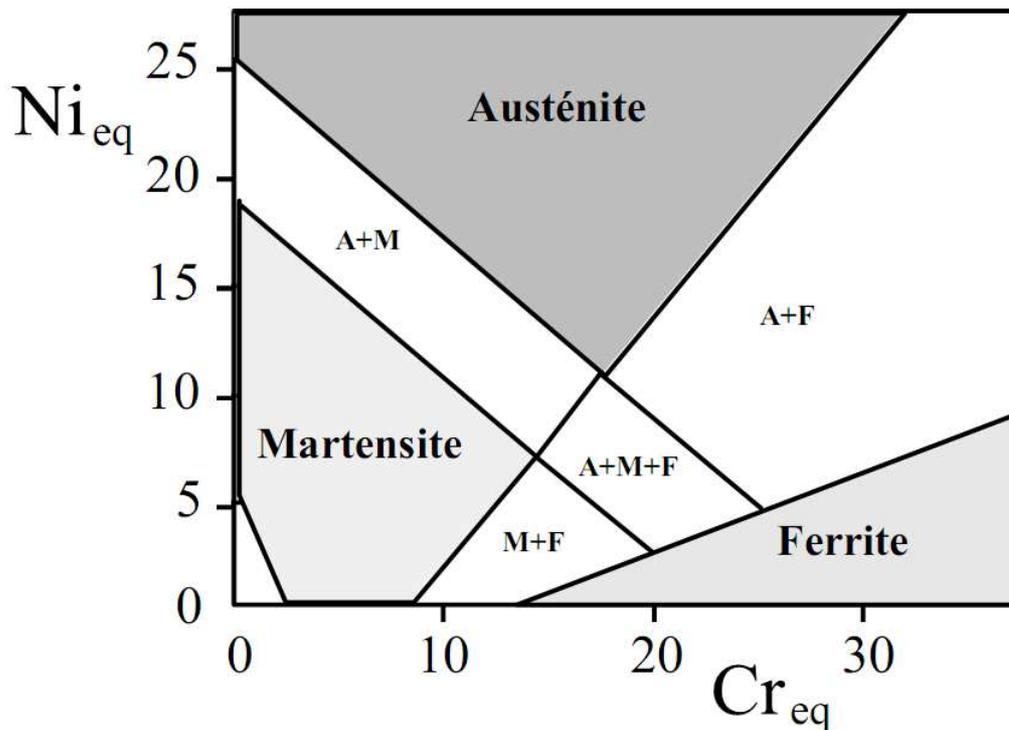


Figure I.2 : Diagramme de Shaeffler pour les aciers inoxydables [1].

Ce diagramme montre qu'il est possible d'obtenir différentes structures en fonction de la concentration en un certain nombre d'éléments.

I.3.1. Les aciers inoxydables martensitiques

Les aciers inoxydables martensitiques ont des teneurs en chrome comprise entre 12% et 18%, une teneur maximale en carbone de 1,1% (par exemple l'acier AISI 440 C), des teneurs plus faibles pour les autres éléments comme le nickel (max. 2%), le molybdène (max. 0,5%), le manganèse (max. 1%), le silicium (max. 1%), et des teneurs en impuretés comme le soufre et le phosphore respectivement inférieures à 0,03% et à 0,04%. La structure martensitique de ces aciers est obtenue par trempe, avec ou sans précipitation de carbures.

I.3.2. Les aciers inoxydables austénitiques :

Les aciers inoxydables austénitiques ont des teneurs en chrome comprises entre 12% et 30%, en nickel entre 7% et 35% ; les teneurs en carbone ont diminué au cours du temps pour atteindre 0,02% ; elles sont relativement faibles pour d'autres éléments, comme le molybdène (max. 5,6%), et encore plus faibles en éléments dits "stabilisants" (Ti, Nb, Ta), les teneurs en impuretés comme le soufre et le phosphore étant respectivement inférieures à 0,030% et 0,045%. Les applications de ces aciers sont nombreuses et variées dans tous les domaines où la résistance à la corrosion est une propriété importante. Cependant, dans certains cas, leur application est limitée par leur sensibilité à certains modes particuliers de corrosion comme, par exemple, la corrosion sous contrainte et la corrosion intergranulaire.

I.3.3. Les aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques ont une teneur en chrome inférieure à 27%, une teneur maximale en carbone de 0,16% (par exemple l'acier AISI 446), des teneurs faibles en d'autres éléments, comme l'aluminium (max. 0,2%), le molybdène (max. 0,6%). Ces aciers ne subissent pas de transformations de phases, lors de traitements thermiques de revenu utilisés dans le but d'améliorer leurs propriétés mécaniques et leur résistance à la corrosion. Grâce à leur teneur en chrome élevée, ces aciers offrent des propriétés, souvent supérieures à celles des aciers austénitiques: résistance mécanique, résistance à la fissuration par corrosion sous contrainte et résistance à la corrosion par piqûres et crevasses. Ils ne peuvent être utilisés pour la fabrication de pièces de forte épaisseur, laminées, forgées ou moulées.

I.3.4. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

Comme le montre la **figure I.2**, il existe, entre les aciers inoxydables ferritiques et austénitiques, une catégorie d'alliages dont la structure est formée par un agrégat de ferrite et d'austénite. Les propriétés de ces aciers sont un mélange des propriétés des aciers inoxydables austénitiques (ductilité) et des aciers inoxydables ferritiques (résistance mécanique). Pour cette catégorie d'aciers, la résistance à la corrosion est excellente, souvent très supérieure à celle des aciers austénitiques classiques. Ces alliages biphasés, qui sont dits "austéno-ferritiques", sont dérivés des aciers austénitiques classiques [1].

I.4. les aciers inoxydables duplex

I.4.1. Définition

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques sont constitués d'agrégats de grains austénitiques et de grains ferritiques [6]. La **(figure I.3)** montre la structure d'un acier inoxydable duplex. Dans le cas de l'acier laminé (**figure I.3.b**) on voit bien que les grains sont orientés dans la direction du laminage. L'influence de l'azote sur le taux de ferrite de plusieurs aciers inoxydables duplex est illustrée dans la **(figure I.4.a)**. Il est toutefois difficile de prédire la microstructure des aciers duplex à partir de simples diagrammes à causes des effets des autres éléments d'alliages [5].

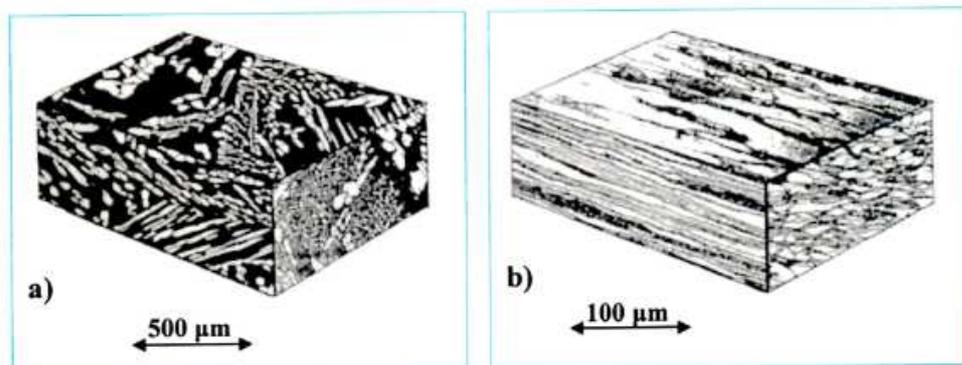


Figure I.3: microstructure typique des aciers inoxydables duplex a) structure coulée ; b) structure laminée [5].

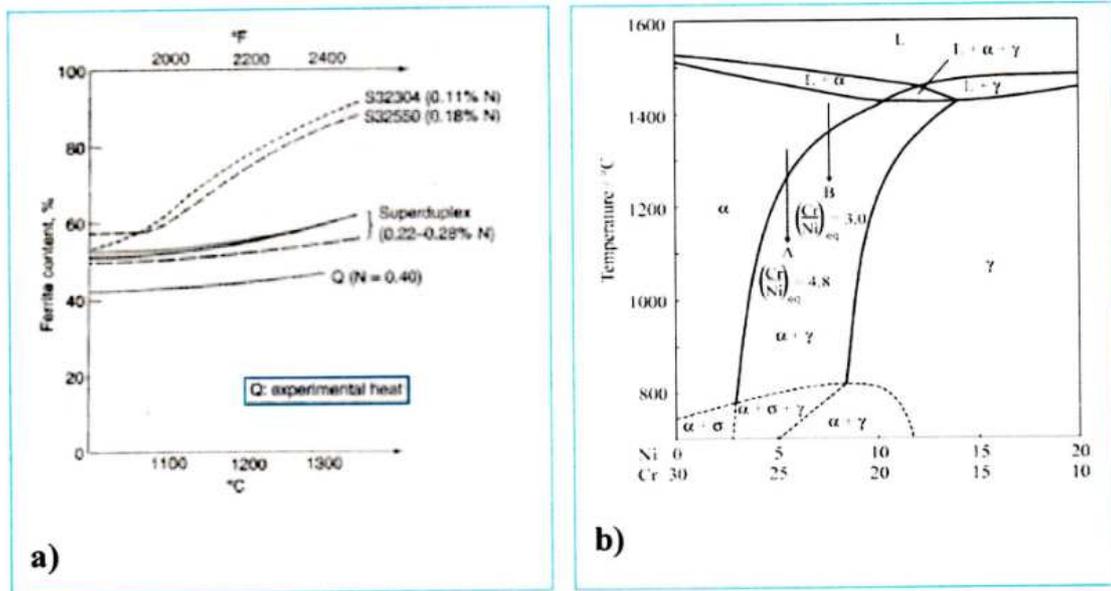


Figure I.4: a) variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances des aciers inoxydables duplex ; b) diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% de Fe [5].

Le diagramme pseudo-binaire à 70% Fe de l'alliage ternaire Fe-Cr-Ni présenté dans la figure I.4.b montre les proportions respectives des phases existantes et leur évolution avec les taux de chrome et de nickel et avec la température [5].

I.4.2. Propriétés physique et mécanique

I.4.2.1. Propriétés physique

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faible, voisins de ceux des aciers au carbone [6], ce qui les rend convenables aux conditions de cyclages thermique. De plus, la conductivité thermique est plus importante que celles des aciers austénitiques. Aussi, comme les aciers inoxydables austéno-ferritiques contiennent environ 50% de ferrite, ils présentent un certain degré de magnétisme. Quelques propriétés physiques des aciers inoxydables duplex sont données dans le tableau suivant :

Tableau I.1 : propriétés physiques et teneur en ferrite [5].

Désignation	UNS number	Densité (g/cm ³)	Chaleur spécifique (J/kg °K)	Résistivité électrique (μΩ/m)	Module d'Young (GPa)
2304	S32304	7.75	482	-	200
2205	S31803	7.85	482	0.80	200
255	S32550	7.81	488	0.85	210
2507	S32550	7.79	485	-	200

I.4.2.2. Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables duplex présentent des propriétés mécaniques très intéressantes. Les limites d'élasticités, en particulier, sont élevées tandis que la ductilité reste satisfaisante. Cet excellent compromis est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est conféré par la phase ferritique alors que l'austénite permet de conserver ductilité et ténacité. Le **tableau I.2** illustre la dépendance de propriétés mécaniques avec la teneur en ferrite. L'action durcissante et fragilisante de la ferrite est mise en évidence.

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques et teneur en ferrite [5].

Acier	[α]%	$R_{0.02}$ (MPa)	R_m (MPa)	A %	KCU (J/cm ²)
Z6 CN 18-10 (AISI 304L)	0	220	590	50	2200
Z3 CNDU 21-8	65	350	670	35	180
Z5 CNDU 26-6	80	800	850	20	100

Le **tableau I.3** donne quelques propriétés mécaniques de tôles en aciers inoxydables duplex. Il faut aussi souligner que les propriétés mécaniques dépendent de la composition chimique de l'acier et de traitements thermiques. Une augmentation de teneur en chrome, en molybdène et cuivre provoque un durcissement par solution solide. Notons enfin que les aciers inoxydables duplex conservent une ténacité appréciable même à des températures assez basses, mais n'atteignent pas les températures pour l'emploi dans les conditions cryogéniques [5].

Tableau I.3 : Quelques propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austéno-ferritique [5].

Désignation	UNS number	Résistance à la traction (minimum)	Limite Elastique (minimum)	Elongation (minimum)	Dureté (minimum)	
					brinell	HRB
2304	S32304	600	400	25.0	290	
2205	S31803	620	450	25.0	293	
255	S32550	760	550	15.0	302	
2507	S32550	795	550	15.0	310	

I.5. Le soudage

I.5.1 Définition du soudage

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.

Autrement dit le soudage est un procédé d'assemblage qui consiste à la mise des pièces à souder à la température de soudage (température de fusion, dans la majorité des cas) au niveau de leur joint, par le biais d'une source de chaleur.

I.5.2. Types de soudage

- ✓ Une soudure est dite homogène lorsque les deux matériaux de base et le métal d'apport sont de même nature. Par exemple : TIG de deux aciers AISI 316L (austénitique) avec apport 316L Si.
- ✓ Une soudure est dite autogène lorsque les deux matériaux de base sont de la même composition et que l'assemblage s'effectue sans métal d'apport comme l'exemple du soudage des deux aciers inoxydables austénitiques AISI 304.
- ✓ On parle d'une soudure 'Hétérogène' si au moins un des matériaux en question (métaux de base ou métal d'apport) est différent des autres. Exemple : soudage d'un acier duplex A790 et un acier martensitique 13 Cr avec un métal d'apport [7].

I.5.3. Procédés de soudage

I.5.3.1. Procédé TIG

Le procédé GTAW (Gaz Tungsten Arc Welding), également connu sous le nom de procédé TIG (Tungsten Inert Gaz) est illustré dans **la (figure I.5) [5]**. Où le tungstène désigne le métal constitutif de l'électrode et le terme de gaz inerte représente la protection utilisée. Ce procédé rentre dans la catégorie des procédés de soudage à l'arc avec une électrode non fusible.

L'arc se crée entre l'électrode réfractaire et la pièce sous un flux gazeux, de façon générale, il s'agit d'un gaz ou d'un mélange de gaz rares. L'amorçage se fait grâce au gaz circulant dans la buse qui entoure une grande partie de l'électrode.

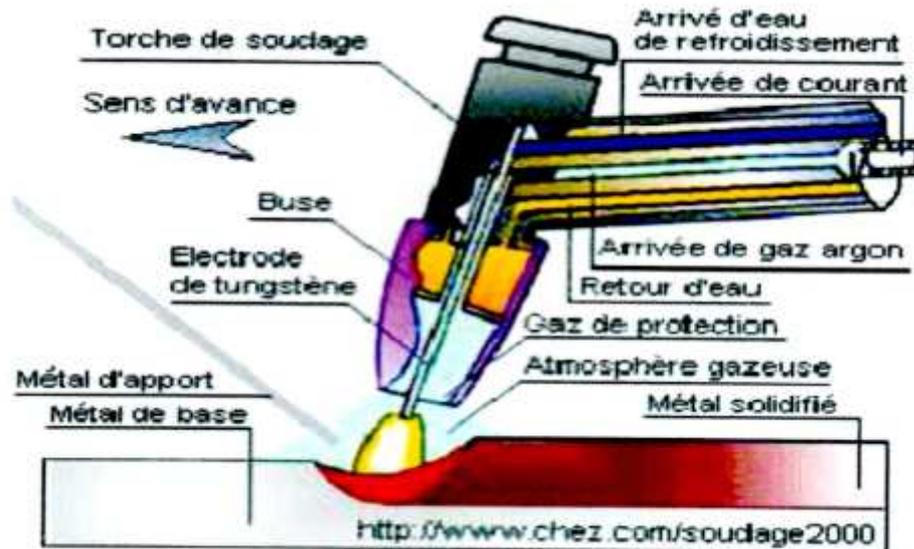


Figure I.5 : Illustration du procédé TIG [7].

Le soudage s'effectue en polarité directe (pole- du générateur relie à l'électrode) pour la majorité des métaux et alliages (Aciers, Inox, Cuivreux, Titane, Nickel...) sauf dans le cas des alliages légers d'aluminium ou du magnésium ou l'on soude en polarité alternée (pendant un laps de temps, l'électrode est reliée au pole + du générateur). Il est important de noter que souder de façons continue en polarité directe (pole + relié à l'électrode) détruit cette électrode en la faisant fondre [7].

Le soudage TIG produit une simple fusion caractérisée par sa largeur et sa pénétration. On réalise un apport de métal en introduisant directement dans le bain un fil de même nature que le métal de base. Ce fil qui fond dès son arrivée n'a aucune liaison avec le circuit de soudage. Il n'est pas une électrode et son taux de dépôt est indépendant de la puissance de l'arc.

Ce fait est une caractéristique importante du procédé TIG qui le distingue des procédés à électrodes fusibles. De même que les procédés à fils fusibles, le procédé TIG peut s'automatiser facilement.

Le procédé TIG s'applique à tous les métaux soudables. Les courants généralement employés vont de quelques ampères à 400A environ en courant continu (par exemple : pour le soudage du cuivre, les intensités nécessaires sont de l'ordre de 600 à 800 A). En courant alternatif, la gamme utile est comprise entre 5 et 525 A. Sa puissance limitée à une vingtaine de kilowatts et son apport de métal séparé le réservent à des épaisseurs généralement faibles, de quelques millimètres. Son cout élevé, relativement aux autres procédés est du essentiellement au cout du gaz de protection, fait qu'on le réserve aux applications requérant qualité et précision comme pour les aciers inoxydables où on cherche la meilleure efficacité contre la corrosion des joints soudés [7].

I.5.3.2. Soudage à l'arc avec électrodes enrobées

Ce procédé est à la fois rapide et d'une bonne souplesse d'utilisation avec toutes les nuances d'aciers inoxydables. Il ne nécessite qu'un matériel peu coûteux. Il a pratiquement supplanté le soudage au chalumeau pour les tôles d'épaisseur supérieure à 1mm, parce qu'il est plus rapide, provoque moins des déformations et donne une meilleure forme de cordon. Il permet, d'autre part, une préparation plus sommaire que le procédé TIG par exemple.

Il existe de nombreux types d'électrodes enrobées, dont les diamètres s'échelonnent en général entre 1,5 et 6mm environ [8].

I.5.4. Le cycle 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. L'intérêt de la connaissance thermique de l'opération de soudage est tout d'abord de permettre l'interprétation aussi quantitative que possible des phénomènes métallurgiques que cette opération engendre et par la suite de prévoir ces phénomènes pour en tenir compte dans le choix des procédés de soudage et des modes opératoires. 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 l'échauffement, 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. La courbe correspondante $\theta = f(t)$, tracée en un point A voisin d'une soudure (**figure I.6**) [9].

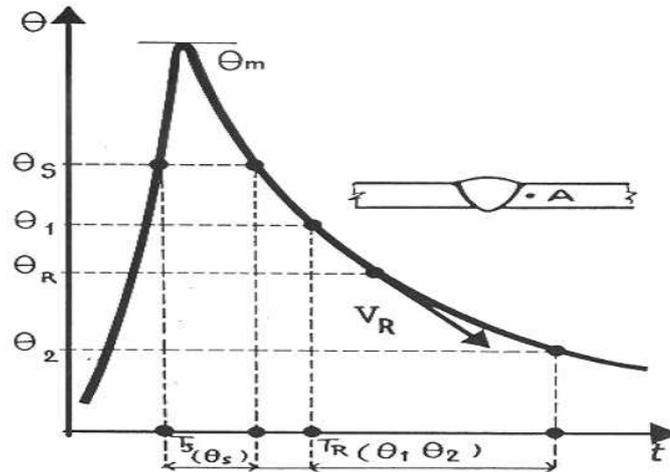


Figure I.6: Variation de la température θ en fonction du temps t [9].

La courbe $\theta = f(t)$ de la **figure I.6** nous renseigne sur les grandeurs suivantes :

- La température maximale atteinte.
- Le temps T_s de séjour au dessus d'une température θ_s .
- La loi de refroidissement, traduite par le temps de refroidissement T_R

(θ_1, θ_2) entre deux température θ_1 et θ_2 ou par la vitesse de refroidissement V_R à une température θ_R . 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 $\theta_m = f(x)$ (**figure I.7**), qui donne la variation de la température maximale θ_m atteinte en chaque point en fonction de la distance x [9].

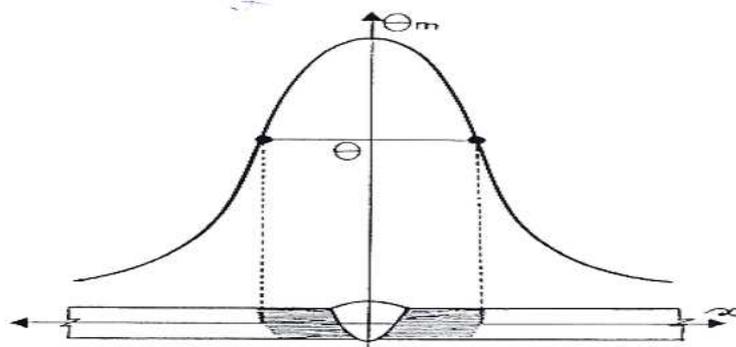


Figure I.7: Variation de la température θ en fonction de la distance x [9].

A travers le cycle de soudage, le gradient thermique provoque des changements microstructuraux dans le métal de base. Ces modifications dépendent de la température

maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point. Après soudage, on distingue successivement, selon l'axe de cordon (x), les zones suivantes (**Figure I.8 et I.9**) :

- ✓ Métal de Base (MB) : Métal des pièces à assembler (de l'acier inoxydable duplex), il est caractérisé par une structure en bande constituée de grain d'austénite et de ferrite (50/50).
- ✓ La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) : C'est la partie de métal de base qui n'a pas été fondue (la zone entre le cordon et le métal de base non fondue), mais elle a subi des modifications microstructuraux à cause de la chaleur du soudage. Elle est caractérisée par une structure granulaire.
- ✓ La Zone de Liaison (ZL) : C'est une zone de frontière entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue.
- ✓ La Zone Fondue (ZF) : C'est une zone de métal fondu après solidification, cette zone est caractérisée par une structure aciculaire de type Widmanstätten et dendritique.

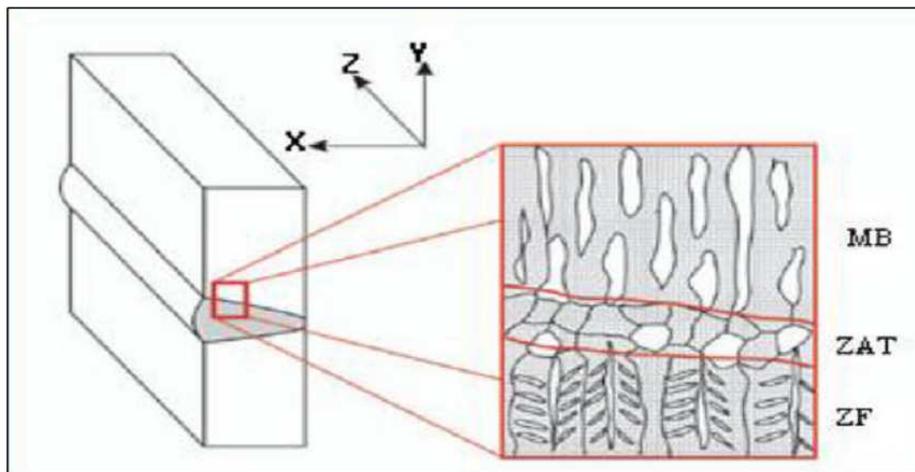


Figure I.8 : Schéma typique d'une structure austéno-ferritique des trois principales zones après soudage [9].

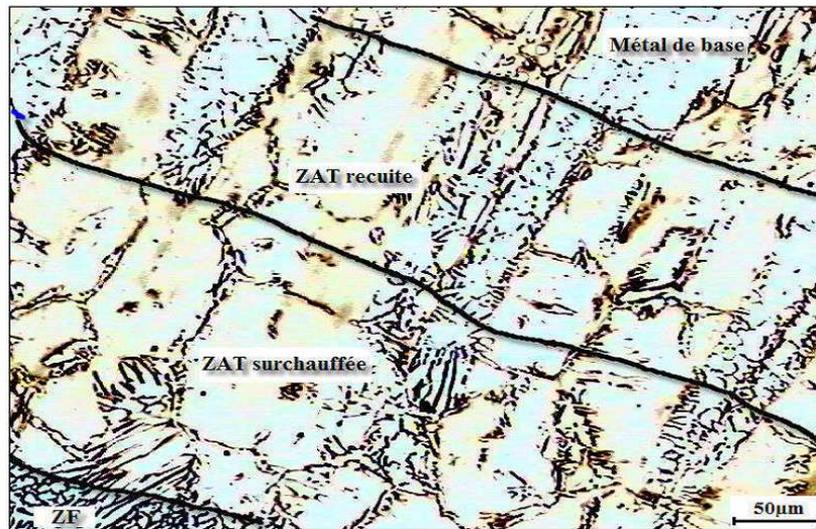


Figure I.9 : La structure métallographique de la soudure (MB, ZAT et ZF) [9].

I.5.5. Les principaux défauts aux joints soudés

Les principaux défauts qui peuvent se rencontrer en pratique sont dus à une exécution défectueuse des joints soudés que se soient des défauts opératoires ou des défauts de soudage interne. Parmi ces défauts, on trouve :

- **Le manque de pénétration** : ce défaut est grave, il engendre une réduction de la section du métal de la soudure et constitue une amorce rupture.
- **Le manque de fusion** : il est dû au fait que le métal de base n'a pas été chauffé à une température suffisante d'où l'absence de la liaison avec le métal d'apport fusionné.
- **La porosité** : résulte de l'inclusion de gaz dans le métal fondu sous forme des bulles isolées, ces cavités se nomment des soufflures ou des piqûres.
- **Les inclusions** : on distingue les inclusions d'oxyde et les inclusions de laitier, sont essentiellement notables dans les procédés soudage non protégés.
- **La fissuration à chaud** : on distingue deux types de fissures : les fissures de solidification sont localisées dans les directions de solidification et les fissures de liquation sont remarquables dans la ZAT.
- **Les fissures à froid** : elles sont souvent apparaissent à des basses températures (au dessous 200°C). elles sont fines et non pas d'orientation privilégiée par rapport à la microstructure, elles se développent souvent dans la ZAT mais parfois dans le métal fondu.
- **La fissuration au réchauffage** : elle est de caractère intergranulaire, et se rencontre essentiellement dans la ZAT à gros grains et rarement dans le métal fondu.
- **Les microfissures** : ce sont des fissures à l'échelle microscopique, elles sont souvent liées à la présence d'hydrogène et à la trempe.

En plus des défauts cités, on constate des défauts au niveau des cordons, qui peuvent accentuer les risques de corrosion et la rupture par la fatigue, ce sont :

- Les cordons trop bombés : sont dus à l'intensité trop faible du courant et un balancement insuffisant de l'électrode.
- Les cordons trop étalés dus à la très importance de l'intensité du courant et le surchauffage des pièces.
- Les cordons irréguliers résultent souvent d'un choix défectueux de l'intensité de courant de soudage ou de l'utilisation d'électrodes non appropriées au métal des pièces [10].

I.5.6.Soudabilité des aciers inoxydables duplex

Souvent les aciers inoxydables ont une bonne soudabilité, ils se solidifient en ferrite (phase δ) et subissent une transformation partielle en austénite au cours du refroidissement. La structure de la soudure dépend de l'équilibre entre les éléments alphas et gammas et de la nature du cycle thermique de soudage tel que :

- ❖ Les cycles thermiques rapides provoquent une forte formation de ferrite dans le joint soudé ce qui a pour effet de détériorer les caractéristiques de résilience.
- ❖ Les cycles thermiques lents favorisent la formation de l'austénite au refroidissement et ils provoquent aussi la précipitation des nitrures et les phases intermétalliques (phase σ) dont les effets néfastes sur la résistance à la corrosion et sur la résilience. Généralement, pour éviter ces phénomènes, il faudra prendre précaution de garder l'énergie de soudage entre 8 et 18kJ/cm et de maintenir la température entre passes au-dessous de 100 à 120°C.

I.5.7.solidification et structure des soudures du duplex

Le mode de solidification et de refroidissement influent sur les propriétés de soudages des métaux, et la différence de structure et du gradient thermique entre le métal d'apport et le métal de base provoque une différence microstructurale entre ces derniers.

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se font suivant le mode épitaxie à partir du métal de base au joint fusionné, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique.

La formation de l'austénite initie sur les sites intergranulaires, ensuite, elle est suivie par la formation de l'austénite type Widmanstätten.

Etant donné que la germination de l'austénite aura lieu dans les joints des grains, une fine taille des grains ferritiques engendrent les taux élevés d'austénite. Souvent, le taux de ferrite dans le métal fondu dépend à la fois de la composition chimique et la vitesse de refroidissement, pour des vitesses lentes de refroidissements conduit à la formation en plus de l'austénite, par contre, pour les refroidissements brusque, on aura une faible teneur d'austénite formé. Donc, la formation de toute structures dans le métal de base est directement influencé par les différents phénomènes extérieurs (le cycle thermique de soudage) et les phénomènes intérieur (tel que la composition chimique), et le mécanisme qui gouverne la formation de ces phases est la diffusion entre phases [11].

I.5.8. La précipitations au niveau de la zone affectée thermiquement

Lors du soudage, il s'établit dans le métal un gradient de température allant de la température de fusion à l'ambiante (**figure II.7**). On trouve donc au voisinage de zone fondue une zone à une température comprise entre 425-800°C pour ces aciers le carbone tend à se combiner au chrome pour former des carbures de chrome qui précipitent aux joints des grains.

D'après la **figure I.10** :

ZF : zone fondue.

Zone A : zone exposée au grossissement des grains remise en solution des précipitations des composés intermétalliques (sigma, chi...) et des carbures (de chrome) ou autre (nitrides).

Zone B : recristallisation partielle sans remise en solution des composés intermétalliques.

Zone C : zone non recristallisée ; précipitation possible des carbures ou autre.

Zone D : métal de base [11].

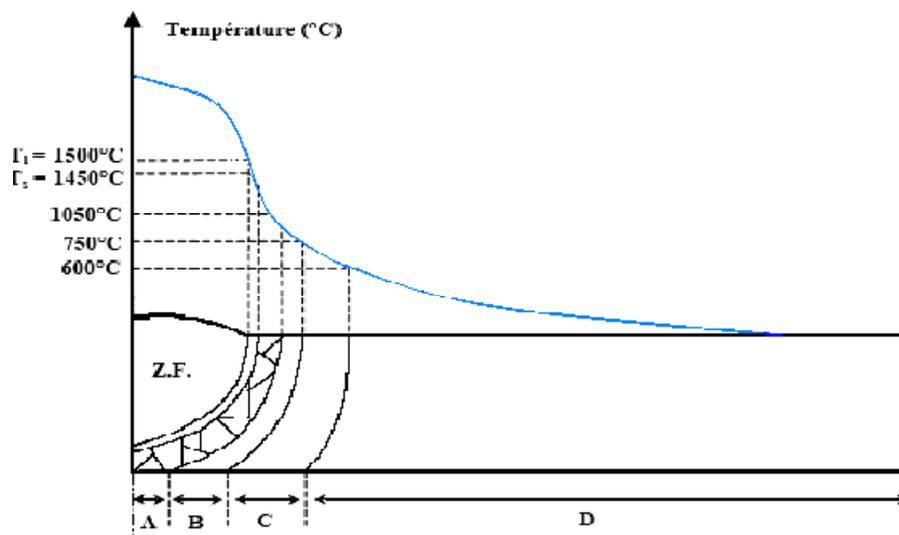


Figure I.10 : Différentes zones d'un joint soudé austéno-ferritique [10].

La zone affectée thermiquement : (nommée ZAT) zone se trouvant en bordure de la zone fondue sur une étendue plus ou moins large ayant été soumise à l'élévation de température sans être portée à la fusion. Le chauffage, la composition chimique et la vitesse de refroidissement de cette zone génèrent des modifications plus ou moins importantes de la structure métallurgique. D'après la **figure I.10** la zone A est exposée à un chauffage entre 750 et 1050°C. Cette zone subit une recristallisation, un grossissement des grains et une remise en solution des précipités (carbure ou autre) ou des composés intermétalliques.

Donc la zone affectée thermiquement présente un risque de précipitation des phases intermétalliques. Pour éviter ou réduire ce risque de précipitation, il faut assurer l'association d'un cycle thermique de soudage et d'une analyse chimique du métal déposé spécifique [11].

Chapitre II :
LE VIEILLISSEMENT
THERMIQUE DES ACIERS
INOXYDABLES DUPLEX

II.1. Introduction

Depuis sa découverte en 1949, le phénomène de fragilisation des alliages Fe-Cr a donné lieu à de nombreuses études. Tout d'abord, cette fragilisation se traduit par une augmentation de la dureté de l'alliage et une diminution de sa résilience. Ce phénomène survient dans un large domaine de température s'étendant de 300°C à 500°C. Il a été constaté que l'effet est d'autant plus marqué que la teneur en Cr de l'alliage augmente.

En parallèle à l'évaluation des conséquences, les causes à l'origine de ces phénomènes ont été étudiées. Les dimensions caractéristiques du phénomène de décomposition de la ferrite sursaturée en Cr observée dans cette gamme de température sont de l'ordre du nanomètre. Si l'on ajoutait à cela le manque de contraste électronique entre le Fe et le Cr rendant peu pertinente les techniques classiques de microanalyses, on comprend les difficultés des premières approches. Ainsi, jusque dans les années 1980, très peu de résultats scientifiques, relatifs à ce phénomène, ont été publiés.

Les travaux de Fisher et al. Peuvent être cités les premiers puisqu'ils parviennent, en 1953, à observer, à l'aide d'un microscope électronique à transmission, une fine précipitation de particules sphériques d'un diamètre moyen de 20 nm dans un alliage binaire Fe-Cr 28,5 % de Cr vieilli pendant 3 ans à 482°C. Ces auteurs suggèrent, pour expliquer cette observation, l'existence d'une lacune de miscibilité à basses températures (<500°C) dans le diagramme de phases Fe-Cr. Un peu plus tard, Williams et Paxton confirment les résultats de Fisher et proposent la présence de cette lacune de miscibilité sous le domaine d'existence de la phase σ , phase bien connue pour son caractère extrêmement fragilisant. Imai et al. en 1966, suivis de Chandra et Schwartz en 1971, proposent puis confirment, par des mesures magnétiques, qu'une réaction de type spinodale se produit à l'intérieur de la lacune de miscibilité. Chandra et Schwartz indiquent que la ferrite est sujette à une séparation de phases jusqu'à des températures de l'ordre de 550°C. Cette décomposition donne lieu à la formation de phases (riches en Fe) et de phases α' (riches en Cr). Les deux phases sont de structures cubiques centrées [12].

II.2. Vieillissement

II.2.1. Principe

Le vieillissement des aciers inoxydables ferritiques et martensitiques se traduit généralement par une fragilisation de l'alliage. Il existe trois formes de fragilisation suivant la température de vieillissement et la composition chimique. Pour des maintiens prolongés entre 565°C et 750°C la fragilisation est provoquée par la précipitation de la phase intermétallique σ . Pour les vieillissements à plus basse température, les dégradations mécaniques, tout d'abord connues sous le nom de « fragilisation à 475°C », sont induites par la précipitation de la phase α' riche en chrome ou par la décomposition spinodale de la matrice ferritique. C'est dans les années 80 que le vieillissement à plus basses températures (350°C et 400°C) a été considéré. C'est alors qu'est apparu le troisième mode de fragilisation induit par la précipitation d'un composé intermétallique appelé « phase G » de stœchiométrie $X_6Ni_{16}Si_7$. Cette phase de structure c.f.c a une composition différente

suivant les alliages. Elle précipite essentiellement dans la ferrite mais aussi dans la martensite pour des temps de maintien prolongés (supérieurs à 5000h ou 11 000h). Elle contribue à la fragilisation des aciers mais son rôle est secondaire comparé à celui de la démixtion de la matrice.

Le vieillissement concerne les aciers ferritiques, austeno-ferritiques et martensitiques. Dans les aciers austeno-ferritiques, seule la ferrite est affectée par les phénomènes de vieillissement. Dans les aciers martensitiques, toute la matrice subit des modifications microstructurales. Notons ici que seuls les mécanismes de vieillissement par décomposition spinodale et précipitation de la phase α' .

II.2.2. Origine du vieillissement

Le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr présente une lacune de miscibilité du chrome dans le fer aux températures inférieures à 500°C, comme le montre (la **Figure II.1**).

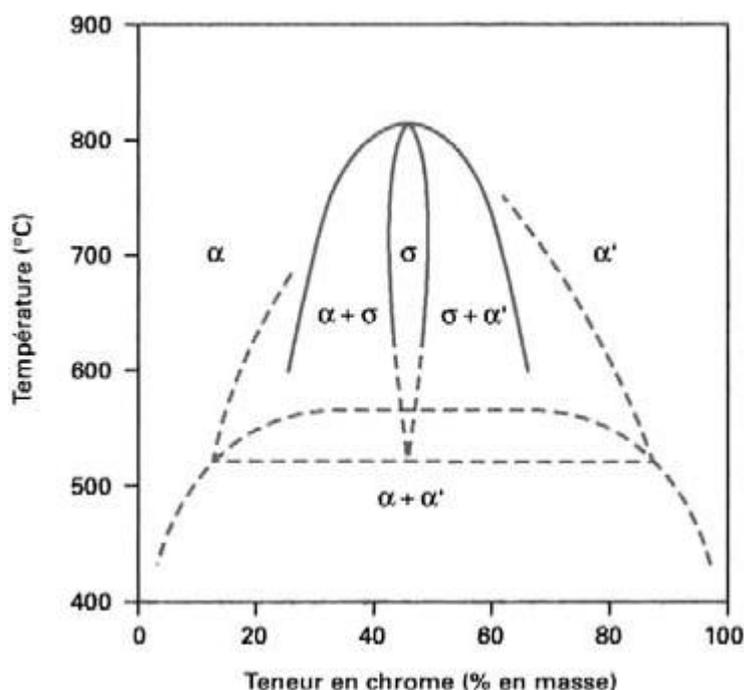


Figure II.1 : Lacune de miscibilité dans le diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [13].

Dans cette lacune, la solution solide de chrome dans le fer se divise en deux phases, une riche en fer, appelée α , et l'autre riche en chrome, appelée α' . Cette phase α' peut atteindre des teneurs en chrome de l'ordre de 90% massique.

Il existe deux domaines dans la lacune de miscibilité faisant intervenir deux mécanismes différents pour atteindre l'état d'équilibre du système. Le bord de la lacune de miscibilité est marqué par la limite de solubilité et la deuxième limite plus au cœur de la lacune est appelée la ligne de décomposition spinodale. Cette ligne de séparation est explicable en représentant la dérivée seconde de l'énergie libre de Gibbs en fonction de la composition, comme le montre (la **Figure II.2**).

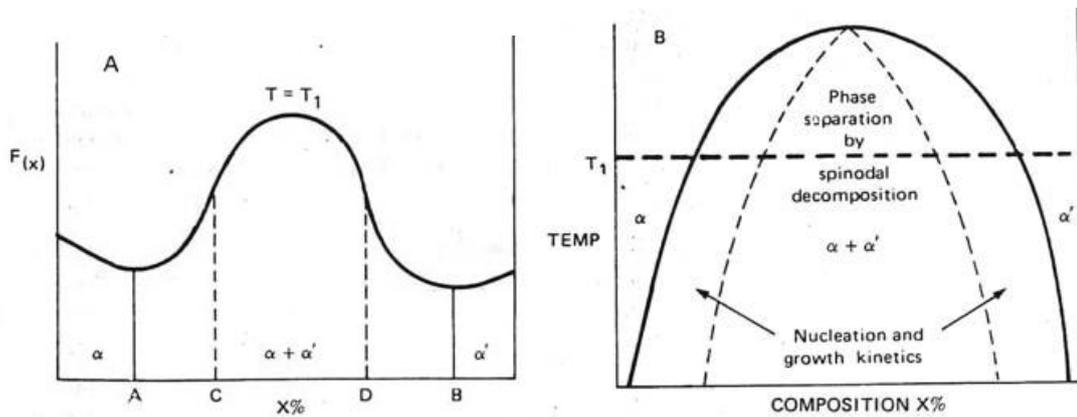


Figure II.2 : Schématisation de la lacune de miscibilité [13].

Deux mécanismes de démixtion sont donc possibles suivant la teneur en chrome de l'alliage :

- **Dans le cas où la variation de l'énergie libre est concave**, la moindre fluctuation diminue l'énergie du système. Le processus se développe jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint, c'est-à-dire que le niveau d'énergie soit minimal. La matrice ferritique se décompose sans énergie d'activation de germination. Les fluctuations de concentration s'accroissent pour former, au cours du vieillissement, un réseau périodique de composition chimique variant d'une teneur riche en chrome à une teneur riche en fer. Dans ce cas, les variations locales de concentration sont équivalentes à des interfaces diffuses et nous ne pouvons pas parler de précipitation. L'évolution de la composition chimique des deux domaines se poursuit jusqu'à atteindre la composition d'équilibre des deux phases (C_{α} et $C_{\alpha'}$). C'est le processus de décomposition spinodale.

- **Dans le cas où la variation de l'énergie libre est convexe**, le système ne peut évoluer que si la variation d'énergie libre est suffisante pour atteindre l'état d'équilibre par franchissement d'une barrière énergétique. Cette fluctuation demande un certain temps, dit d'incubation, avant de se produire. Dans le cas de la germination - croissance, la composition d'équilibre (C_{α} et $C_{\alpha'}$) est atteinte dès le début du processus, au moment de la germination.

La détermination de la position de la lacune de miscibilité ainsi que du processus de vieillissement est maintenant possible grâce à l'évolution des techniques de détection et d'analyse. Compte tenu de l'échelle nanométrique de la décomposition, la technique qui semblerait la mieux adaptée est la microscopie électronique en transmission. Malheureusement les phases α et α' sont quasiment indiscernables par les techniques classiques, telles que la diffraction et la diffusion des électrons ou des rayons X, du fait de la similitude des facteurs de diffusion électroniques du fer et du chrome [13].

II.3. Le vieillissement thermique des aciers inoxydables duplex

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés des matériaux à des températures proches de la température ambiante. Ce vieillissement ne provoque que des modifications limitées des propriétés (léger durcissement, diminution de la ductilité, diminution de la ténacité) [14].

Le phénomène de vieillissement thermique peut se produire dans les composants en aciers inoxydables duplex, durant les processus de fabrication, de soudage et après de longue période d'exposition à la température de service. Ce phénomène a été observé dans les composants en duplex du système de refroidissement du réacteur (RCS-Reactor Cooling System) dont la température opératoire est de 290-330°C et dans les composants d'échangeurs thermiques en duplex avec une température maximale de 350°C [8]. La forte friction du réseau dans les zones riches en chrome qui crée sur les dislocations une force de rappel connu sous le nom Peierls-Nabarro. De plus, l'énergie totale du système est augmentée par la création d'interfaces précipités/matrice suite au cisaillement des zones α' [14]. La différence de paramètre de maille entre les zones α et α' provoque un écart de cohérence entre les deux réseaux cristallins, écart de cohérence qui induit des contraintes internes. Enfin, la différence entre les modules d'élasticité de α' et α est le dernier phénomène durcissant. Etant donné que l'énergie élastique d'une dislocation dépend du module d'élasticité, l'énergie nécessaire pour faire bouger une dislocation dépend de sa position vis-à-vis des phases α' qui sont plus dures que la matrice. Les dislocations vont donc subir une force de rappel qui va provoquer le durcissement du matériau [15].

II.4. Fragilisation à 475 °C des aciers ferritiques riches en chrome

II.4.1. Origine de la fragilisation

Le vieillissement à 475 °C des aciers ferritiques à haute teneur en chrome (> 15 %Cr environ) entraîne leur fragilisation. Elle se traduit par l'augmentation de la dureté et la diminution de la ténacité des aciers lorsque ces derniers sont soumis à des températures proches de 475 °C pendant quelques centaines d'heures. Ce phénomène longtemps inexplicable est dû à la formation d'une phase cohérente α' riche en chrome de paramètre de maille proche de celui de la ferrite. La précipitation de cette phase durcissante est due à la lacune de miscibilité du chrome dans le fer représentée dans le diagramme Fe-Cr.

Suivant la composition chimique de l'acier et la température de vieillissement, la phase durcissante α' apparaît par germination et croissance ou par décomposition spinodale. Dans le premier cas, des germes de précipités de composition α' naissent pour croître ensuite. Dans le second cas, le chrome ségrège progressivement pour donner lieu à une alternance de zones riches et pauvres en chrome [9].

II.4.2. Effet du vieillissement sur les propriétés des aciers inoxydables duplex

1. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques sont fonction du traitement thermique (de la température maximale atteinte, du temps du maintien, de la vitesse de chauffage et/ou de refroidissement). Les figures II.3 et II.4 représentent respectivement la variation des propriétés mécaniques et de résilience de l'acier Z5CNDU21.8 (par exemple) en fonction de la température de revenu, pour un temps de maintien d'une heure [1].

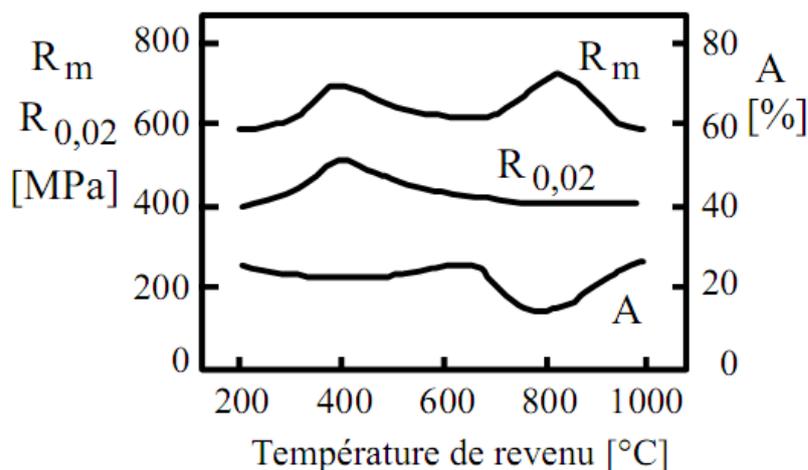


Figure II.3 : Propriétés mécaniques de l'acier Z5CNDU208 en fonction de la température de revenu, pour un maintien de 1h [1].

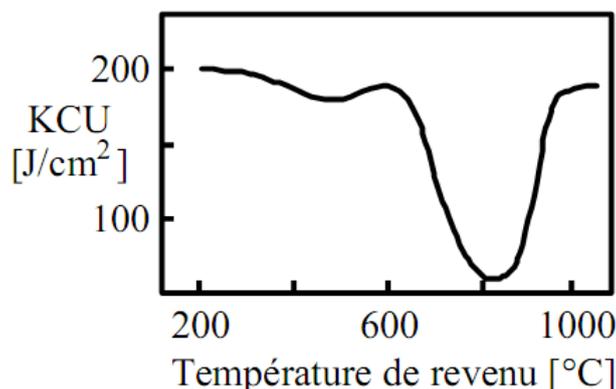


Figure II.4 : Résultats des essais de résilience effectués sur l'acier Z5CNDU 20.8, en fonction de la température de revenu, pour un maintien de 1 h [1].

D'après les résultats de ces deux figures, il existe deux domaines de températures où se produit un durcissement de l'alliage:

- **dans le premier domaine**, compris entre 350°C et 550°C, on obtient un durcissement notable tout en conservant une bonne ténacité. Un traitement thermique à ces températures peut donc être utilisé pour augmenter les propriétés de résistance de l'acier, tout en conservant le même niveau de résilience.
- **le deuxième domaine** est compris entre 700°C et 1000°C, où le durcissement est dû à la précipitation des phases intermétalliques : ce durcissement aboutit à une baisse de ductilité et de résilience

En conclusion, les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austéno-ferritiques dépendent du rapport des phases α/γ , de la présence des phases intermétalliques, des carbures et des nitrures, de la morphologie de la ferrite et de l'austénite, de l'orientation de ces deux phases par rapport à la direction de la contrainte appliquée et de la composition chimique de chaque phase. Tous ces facteurs sont fonction de la composition chimique de l'acier inoxydable austéno-ferritique et du traitement thermique utilisé [1].

2- Les mécanismes et de déformation et de rupture

La fatigue est le processus d'endommagement d'un matériau ou d'une structure résultant de l'application d'une charge cyclique [16]. La déformation après vieillissement est accompagnée de l'apparition du maclage mécanique. Cependant, le maclage n'est pas la seule cause possible de fragilisation [9]. Un essai de fatigue consiste à soumettre un matériau ou une structure à une sollicitation mécanique qui varie cycliquement dans le temps. La **figure II.5** schématise une courbe de Wöhler qui donne le nombre de cycles à rupture N_r en fonction de l'amplitude de contrainte [16].

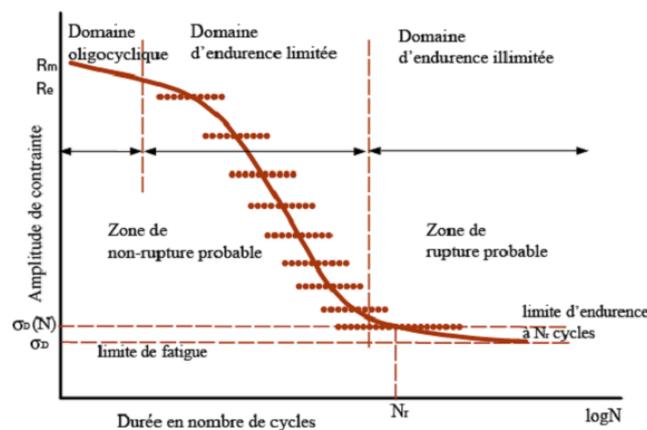


Figure II.5 : Courbe de Wöhler typique [16].

Sur cette courbe, on distingue trois domaines : le domaine de la fatigue plastique oligocyclique, le domaine de la fatigue polycyclique, et entre les deux, le domaine de l'endurance limitée.

- **Domaine de la fatigue polycyclique** (ou fatigue à grand nombre de cycles, $N_r > 10^6$ cycles) : il s'agit du domaine où l'endommagement résulte d'une contrainte appliquée inférieure à la limite d'élasticité. Dans ce cas la déformation plastique est localisée dans quelques grains seulement. Dans de nombreux cas, on peut tracer une droite horizontale asymptotique à la courbe de Wöhler, qui détermine la limite d'endurance ou la limite de fatigue, σ_D .
- **Domaine de la fatigue plastique oligocyclique** : il s'agit du domaine où l'endommagement résulte d'une déformation plastique de l'ensemble des grains, se produisant à chaque cycle. La contrainte appliquée à l'éprouvette est alors supérieure à la limite d'élasticité. La rupture de l'éprouvette survient après un faible nombre de cycles ($N_r < 10^5$ cycles). Les essais de fatigue plastique

oligocyclique sur éprouvette sont menés le plus souvent en déformation totale imposée ou en déformation plastique imposée.

Les matériaux soumis à la fatigue subissent un endommagement progressif qui peut conduire à leur rupture. A température ambiante, cet endommagement est causé par accumulation de la déformation plastique qui se produit le plus souvent par le glissement de défauts linéaires appelés dislocations [16].

II.5. Evolution microstructurale des aciers austéno-ferritiques au cours du Vieillissement

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 ferrite pour deux raisons principales :

- ✓ d'une part des vitesses de diffusion élevées qui sont approximativement 100 fois les vitesses de diffusion dans les nuances austénitiques ; ceci est dû à la faible compacité de la ferrite (réseau c.c) par rapport à l'austénite (réseau c.f.c) et à la forte concentration de la ferrite en chrome et molybdène qui sont les principaux constituants des phases et précipités intermétalliques,
- ✓ D'autre part, la solubilité des éléments α -gènes décroît lorsque la température diminue, augmentant par conséquent la probabilité de la précipitation pendant les traitements thermiques [17].

L'étude de la fragilisation à 475 °C des aciers ferritiques est très utile pour celle des aciers austéno-ferritiques. En effet, on retrouve lors du vieillissement thermique des matériaux biphasés une précipitation de la phase α' dans la ferrite. La plupart des évolutions de la microstructure susceptibles de se produire sont décrites par le diagramme temps, température, précipitation (TTP) [9]. D'après le diagramme TTT des aciers inoxydables duplex : **figure II.6**, on constate que la plupart des phases secondaires, des carbures et des nitrures précipitent dans cet intervalle de température [11].

La phase σ fragilisante est formée aux environs de 800 °C. A plus basse température, vers 600 °C, on peut voir apparaître les phases x et R mais pour de plus longs temps de vieillissement. De même, entre 600 et 800 °C, de la ferrite proche de l'interphase est transformée en austénite. Enfin, la phase α' , considérée comme étant la phase principalement responsable de la fragilisation des aciers austéno-ferritiques que nous étudions, précipite pour des températures relativement basses (inférieures à 650 °C). C'est ce phénomène que nous étudions en premier lieu, suivi par la précipitation de la phase G, qui n'apparaît pas sur le diagramme TTP mais qui, comme nous le verrons plus tard, a un rôle à jouer dans le durcissement des aciers austéno-ferritiques [9].

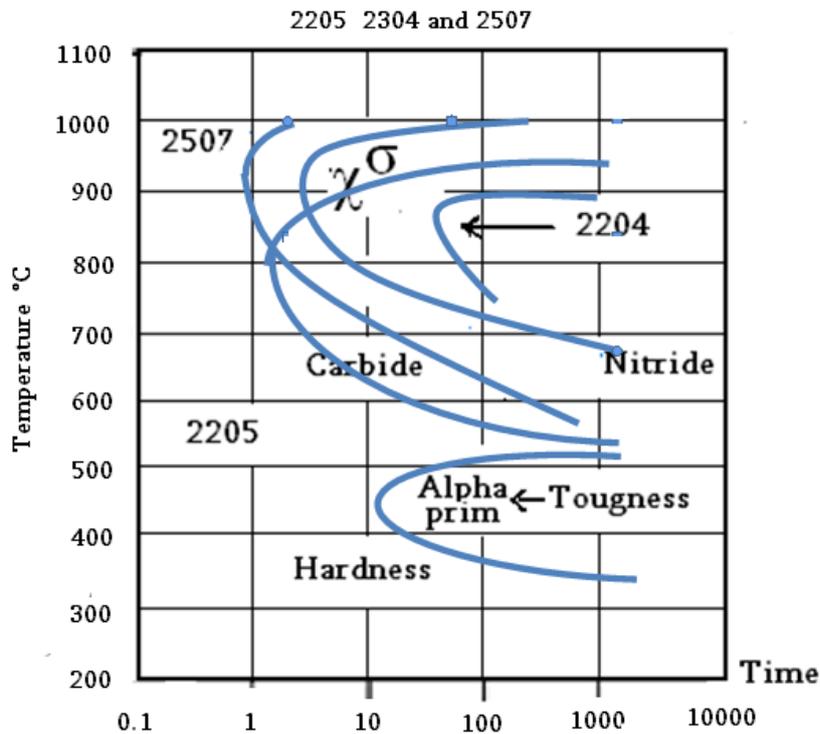


Figure II.6 : Cinétiques de précipitation des phases secondaires dans les aciers inoxydables duplex 2205 et 2507 [11].

II.6. Précipitation des carbures et des nitrures

En plus de la précipitation de la phase G dans les défauts et dans les interfaces α/α' , qui est pilotée par la décomposition spinodale, d'autres phénomènes de fragilisation dépendant de la composition de l'acier austéno-ferritique et de la durée de la température de vieillissement peuvent apparaître. Les précipités les plus cités dans la littérature pour ces conditions de vieillissement sont les carbures $M_{23}C_6$, les nitrures (Cr_2N , π) et l'austénite de réversion γ_2 . Ces précipités influencent considérablement les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion des aciers duplex austéno-ferritiques [18].

Dans les aciers austéno-ferritiques, ces transformations se produisent dans la ferrite. Ces transformations ne sont pas visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographie très proche, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique à transmission, la microscopie atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la diffusion des neutrons aux petites angles [15]. Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion α/α' et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G. D'autres précipités à base de carbone, d'azote ou de chrome principalement, et d'autres phases intermétalliques, telles que les phases π , χ , ε , G ou R peuvent se former par maintien en température [9].

II.6.1. Précipitation de la phase σ

La précipitation de la phase σ dans l'acier duplex 2205 s'amorce préférentiellement dans les interfaces γ/δ dès les premières minutes de vieillissement, les interfaces δ/δ peuvent aussi être le siège d'une telle précipitation. Ce phénomène se caractérise par la diffusion des atomes d'éléments alphasènes Cr et Mo, du grain ferritique vers les interfaces comme le schématise les figures II.7.b et II.7.c. L'absence de toute précipitation intragranulaire de cette phase prouve le caractère hétérogène de cette précipitation. La phase σ peut aussi précipiter dans les interfaces ferrite/carbures $M_{23}C_6$, et co-précipite avec l'austénite secondaire γ_2 . La phase σ a été observée dans les différentes zones des soudures d'aciers duplex (métal de base, ZAT, métal fondu).

L'augmentation de la température d'hypertrempe préalable au traitement de vieillissement favorise la dilution et peut donc retarder la précipitation de la phase σ . La précipitation de la phase σ dans l'acier duplex 2205 entraîne une forte détérioration de ses propriétés mécaniques (figure II.8). Dans le cas des métaux d'apports, la formation de cette phase est d'autant plus rapide que les teneurs en chrome et molybdène sont élevées et l'apport de chaleur est important. [17].

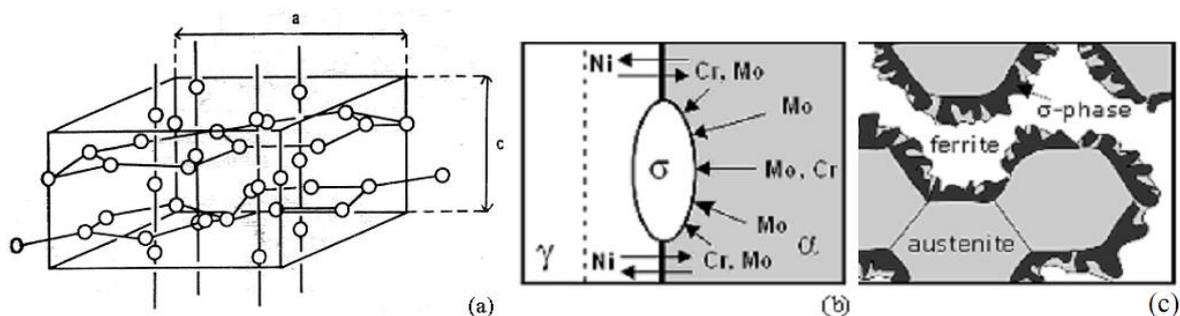


Figure II.7. a) Maille quadratique de la phase σ de paramètres $a = 8.790 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$; b) diffusion des atomes d'éléments alphasènes du grain ferritique vers un germe (σ) ; c) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [17].

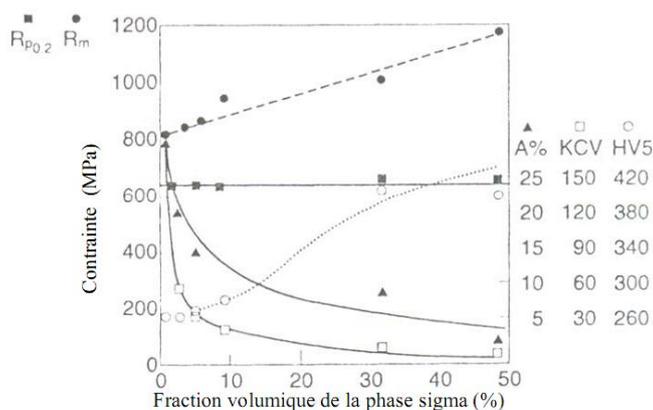


Figure II.8. Propriétés mécaniques de l'alliage duplex S32550 en fonction de la fraction volumique de la phase σ , précipité par traitement thermique de vieillissement [17].

II .6.2. Précipitation de la phase G

Cette phase est généralement observée par MET comme étant de structure cubique à faces centrées ayant une relation d'orientation cube sur cube avec la ferrite. Elle est plus reconnaissable par sa structure que par sa composition qui est donnée comme étant $\text{Ni}_{16}\text{Ti}_6\text{Si}_7$ avec un haut niveau de substitution des atomes Ni et Si.

Dans tous les cas, la phase G apparaît sous forme de petits précipités grossièrement sphérique finement dispersés plus ou moins uniformément dans la ferrite. Il en existe deux types : un dans matrice ferritique de diamètre de l'ordre de quelques nanomètres et l'autre proche des dislocations généralement plus gros (4 à 5 fois plus gros). L'addition de Mo comme celle de Ni ou de Si semble jouer un rôle important. En effet, il a été constaté que la densité de particules de phase G dans un acier CF₈ (contenant 0,07 % de Mo en poids) était considérablement plus faible que celle d'un acier CF₈M (contenant 2,56 % de Mo) et que leur taille était légèrement plus petite [9].

Chapitre III :
LA CORROSION DES
ACIERS INOXYDABLE
DUPLEX

III.1.Introduction

La propriété principale qui définit les aciers inoxydables est leur résistance à la corrosion qui en fait des matériaux de choix pour les industries de la chimie, de la pétrochimie, de la pâte et du papier, de la production d'énergie, de l'agro-alimentaire, de l'eau, de la construction et du génie civil. Cette résistance à la corrosion est liée à leur teneur élevée en chrome (de 10 à 30 %) et renforcée par des additions de molybdène (jusqu'à 7 %) et d'autres éléments d'alliage comme le tungstène, le cuivre, le nickel, l'azote... Le nickel et l'azote sont utilisés pour renforcer la structure des aciers inoxydables austénitiques car ils jouent souvent un rôle positif sur leur tenue à la corrosion, à la différence du carbone [19].

III.2. La corrosion des aciers inoxydables

III.2.1. Définition

Les métaux, à l'exception des métaux précieux tels que l'or et le platine, que l'on trouve à l'état naturel sont toujours extraits de minerais ; les métaux ont donc toujours tendance à évoluer vers un état stable, qui correspond à leur état d'origine, c'est-à-dire à leur forme oxydée. La corrosion des métaux est essentiellement de nature électrochimique, elle intervient à l'interface entre le métal et le milieu extérieur [20]. Dans la corrosion chimique et électrochimique, les métaux tendent à revenir à l'état sous lequel les avait mis la nature, sous l'action des agents corrosifs; c'est la thermodynamique qui nous indique la possibilité de cette attaque.

La tendance d'un métal à se corroder peut être exprimée par la valeur de l'énergie disponible du système métal-oxygène. On peut également envisager la valeur du potentiel électrochimique réversible du métal [21].

III.2.2. Processus de corrosion

Même si, globalement, aucun courant n'est observé, la corrosion métallique est un phénomène fondamentalement électrochimique, car le processus d'oxydation implique un transfert d'électrons à l'interface. (**La figure III.1**) illustre les processus de corrosion se déroulant à l'interface fer/milieu aqueux. Le fer se transforme en ions ferreux Fe^{2+} avec un transfert de charge à deux électrons (e^-). Les électrons produits sont consommés par le processus cathodique ; en milieu aéré, cette réaction est souvent la réduction de l'oxygène dissous. En revanche, dans un électrolyte acide ou dans un milieu désaéré, la réduction de l'eau ou du proton, avec formation d'hydrogène H_2 , est le processus cathodique majoritaire [22].

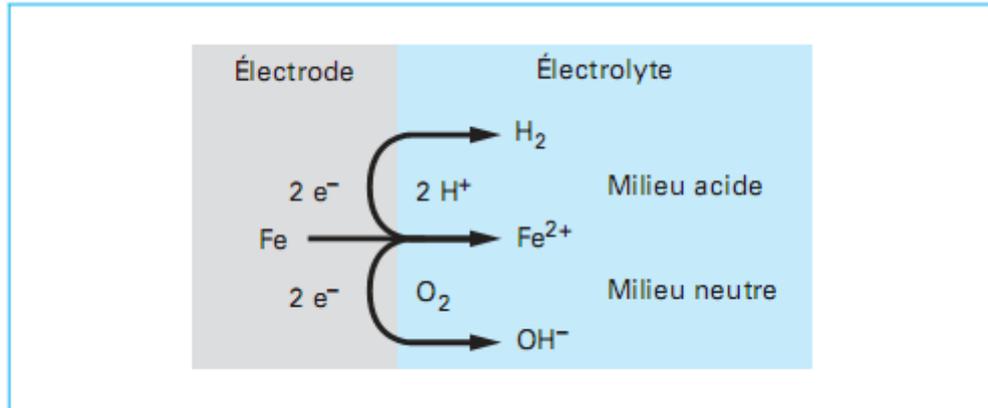


Figure III.1: Représentation schématique de la dissolution du fer [22].

III.2.3. Les grands facteurs de corrosion

- **le matériau** : Composition, Elaboration, Etat métallurgique, (Traitements thermiques, et mécaniques), Additions, Impuretés.
- **le milieu** : Nature chimique, Concentration, Impuretés, pH (acidité), Température, Pression, Viscosité, Dépôts solides, Agitation.
- **le temps** : Vieillessement de la structure, Evolution des tensions, Température variable, Modification des revêtements, Fréquence de l'entretien.
- **la conception** : Etat de surface, Forme, Assemblage (Soudure, rivets), Sollicitations mécaniques, Proximité d'un ou d'autres métaux, Contact avec le milieu, (Immersion partielle ou totale), Moyens de protection [20].

III.2.4. Types de corrosion

Des concepts généraux sur l'interface métal/électrolyte suivis de quelques processus électrochimiques impliqués au cours du phénomène de corrosion seront brièvement décrits. Seront distingués deux types de corrosion, la corrosion uniforme où toute la surface de l'électrode est attaquée, et la corrosion localisée où une partie restreinte de l'électrode subit la corrosion alors que la majorité de la surface reste (pratiquement) intacte [22].

III.2.4.1. Corrosion uniforme

La corrosion des métaux dans le domaine de l'activité (corrosion active) se déroule généralement sur toute la surface de l'électrode, même si la vitesse de dissolution n'est pas entièrement uniforme d'un site à l'autre et fait apparaître la structure métallographique après un séjour dans un milieu agressif. La majorité des méthodes électrochimiques employées pour la détermination des vitesses de corrosion suppose cependant l'uniformité de la vitesse de dissolution, car la mesure est globale et seule la densité de courant moyenne, sur toute la surface de l'électrode est estimée.

III.2.4.2. Corrosion localisée

Différents types de corrosion localisée sont connus : corrosion par piqûre, corrosion par crevasse, corrosion par aération différentielle, etc.

III.2.4.2.1. Corrosion par piqûre

La corrosion localisée affecte essentiellement les matériaux à l'état passif [22]. La corrosion par piqûre est la rupture locale du film passif de l'acier inoxydable provoquée par un électrolyte riche en chlorures et/ou sulfures. A l'endroit de la piqûre, le métal est mis à nu, la corrosion va se développer si la piqûre ne se repassive pas, donc si la vitesse de dissolution du métal permet de maintenir un environnement suffisamment agressif pour empêcher sa repassivation [20].

La **figure III.2** montre la courbe densité de courant (j)-potentiel (E) obtenue avec un alliage Fe-17Cr en solution diluée contenant des chlorures. Cette courbe indique que le potentiel en circuit ouvert, ou potentiel de corrosion E_{corr} , est d'environ $-0,3 \text{ V}_{\text{ENH}}$. Quand le potentiel E se déplace vers des valeurs plus anodiques, la densité de courant j croît et atteint un maximum à $E_1 = -0,19 \text{ V}_{\text{ENH}}$. Au-delà de ce potentiel, le courant diminue mais, à $E = 0,82 \text{ V}_{\text{ENH}}$, une remontée brusque de la densité de courant est observée.

C'est le potentiel de piqûre (E_p) au-delà duquel la corrosion par piqûre est initiée. E_n deçà de ce potentiel, l'alliage est passif et la dissolution est uniforme. Au-delà de E_p , l'attaque est localisée et la densité de courant locale sur ce site devient très élevée. La corrosion par piqûre est souvent générée sur des sites métallurgiques particuliers de l'alliage, notamment des précipités ou des ségrégations. Une fois la corrosion par piqûre amorcée, cet état tend à se maintenir par suite de la modification du milieu à l'intérieur de la piqûre due à la migration d'anions, notamment Cl^- , induite par la forte densité du courant anodique [22].

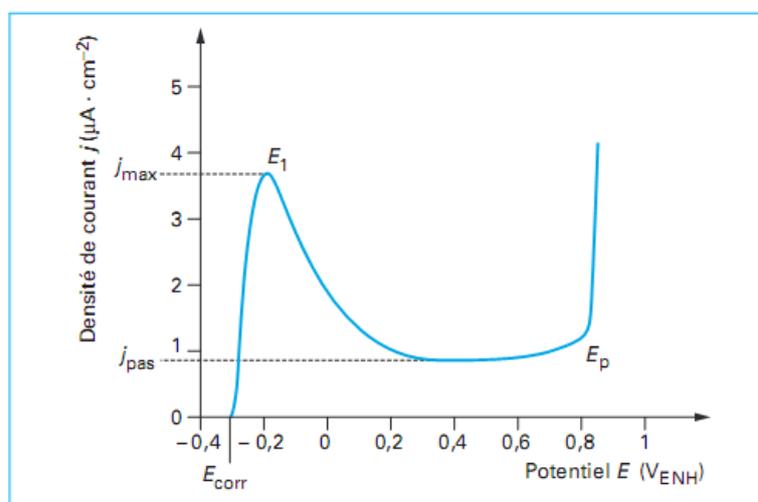


Figure III.2 : Courbe de polarisation de l'alliage Fe-17Cr dans NaCl dilué [22].

III.2.4.2.2. La corrosion intergranulaire

Aux températures supérieures à 1035°C, le carbone est en solution solide dans la matrice des aciers inoxydables austénitiques. Cependant, quand ces matériaux sont refroidis lentement à partir de ces températures ou bien réchauffés dans la gamme 425 à 815°C, des carbures de chrome sont précipités aux joints de grain. Ces carbures présentent une teneur en chrome élevée par rapport à la matrice. En conséquence, la zone directement adjacente aux joints de grain en est largement appauvrie. L'état de sensibilisation se manifeste dans beaucoup d'environnements par l'amorçage privilégié et la propagation rapide de la corrosion sur ces zones déchromées [20].

III.2.4.2.3. La corrosion sous contrainte

On désigne par « corrosion sous contrainte » la formation de fissures qui démarrent après une période d'incubation plus ou moins longue et qui ensuite peuvent se propager très rapidement et provoquer la mise hors service des appareils par fissuration. Ce phénomène, particulièrement dangereux, se produit par effets combinés de trois paramètres:

- la température: la corrosion sous contrainte se développant rarement en dessous de 50°C.
- les contraintes appliquées ou résiduelles subies localement par la pièce.
- la corrosivité du milieu : présence de Cl⁻, H₂S ou milieux caustiques NaOH [20].

III.2.5. Passivité

Le phénomène de passivité présente une très grande importance dans la mesure où il constitue la base du mécanisme de résistance à la corrosion des aciers inoxydables. Le phénomène de passivité se caractérise par la présence d'un film très mince (épaisseur de l'ordre de 10 à 20 nm), appelé film passif ou couche passive, à la surface de l'alliage métallique qui rend sa vitesse de corrosion négligeable. Le film passif, fortement solidaire du substrat métallique, empêche ou rend insignifiant le contact entre l'alliage et les agents plus ou moins agressifs du milieu environnant. Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, et se maintenir, il est nécessaire que l'alliage fer-chrome ait une teneur minimale en chrome de l'ordre de 11 %. Autrement dit, il existe un effet de seuil au-delà duquel le phénomène de passivité peut exister et au-dessous duquel il est impossible. De plus, si la couche passive devait être détruite localement par suite d'un endommagement accidentel (rayure par exemple), elle possède la propriété de pouvoir se reconstituer dans un grand nombre de milieux, ce qui traduit la propriété d'autopassivation de l'alliage métallique dans ce milieu.

III.3.Résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques

III.3.1. corrosion généralisée, par piqûration et caverneuse

Les aciers inoxydables martensitiques, ferritiques et austénitiques ont une bonne résistance à de nombreux types d'attaques corrosives ; la capacité de résistance à la corrosion est fonction de la composition chimique, du traitement thermique, des phases présentes, de la distribution des éléments chimiques dans chaque phase, de la possibilité de précipitation de carbures, du milieu agressif (températures, composition chimique).

Bien que les aciers inoxydables austéno-ferritiques aient des propriétés mécaniques appréciables, c'est la résistance à la corrosion qui est la principale raison de l'utilisation de ces aciers : le comportement à la corrosion de ces aciers est comparable ou supérieur à celui des aciers inoxydables austénitiques ayant les mêmes teneurs en chrome et molybdène.

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques, comme pour les autres types d'aciers inoxydables, est due à l'existence d'une couche passive superficielle dont les propriétés sont déterminées principalement par la composition du métal. La composition de cette couche passive dépend soit de la composition de l'acier en raison des divers processus d'enrichissement, soit de la dissolution préférentielle, par exemple du fer, au contact des divers milieux agressifs, les propriétés de résistance à la corrosion de cette couche passive sont dues à une teneur élevée en chrome, aidée d'une importante contribution des autres éléments chimiques comme le nickel, le molybdène, le cuivre, l'azote et le silicium. Les couches superficielles sont plus épaisses sur la phase ferritique que sur celle de l'austénite, mais cela ne signifie pas que la ferrite soit plus résistante à la corrosion généralisée que l'austénite ; c'est en effet le contraire que l'on a observé sur les courbes intensité-potentiel, où il est montré que l'austénite est moins attaquée en raison de sa plus forte teneur en nickel. Les autres éléments, répartis différemment entre l'austénite et la ferrite influencent également la résistance à la corrosion : le molybdène se concentre dans la ferrite et améliore considérablement cette résistance ; le cuivre et l'azote se concentreraient dans l'austénite, qui contient déjà beaucoup de nickel.

La teneur en chrome est fondamentale pour la résistance à la corrosion : il est difficile de dépasser une teneur de 25% en raison des risques de formation de la phase σ , phase dangereuse qui augmente la fragilisation et diminue la résistance à la corrosion.

Le nickel améliore la résistance à la corrosion caverneuse, car il contrôle le pourcentage γ/α . Le meilleur compromis est d'avoir ce pourcentage voisin de 50% et, par conséquence, la teneur en nickel ne peut pas dépasser 7 - 8% environ : une teneur trop élevée augmente les risques de formation de la phase σ .

Le molybdène limite la corrosion par piqûration, par crevasses et la corrosion en milieu acide réducteur, mais cet élément a un très fort effet alphasène et de plus, sa teneur ne peut pas dépasser 3 - 4% environ, en raison des risques de précipitation de la phase σ .

L'azote a un effet gammagène très puissant et améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion par piqûration et par crevasse, en raison de son effet inhibiteur de la dissolution active en milieu acide.

Le cuivre améliore la résistance à la corrosion en milieu acide réducteur et à la corrosion par piqûration et par crevasse, bien que son effet sur l'amorçage des piqûres soit controversé. Non seulement la composition chimique est importante, mais également la présence de plusieurs phases modifie la résistance à la corrosion des aciers inoxydables austéno-ferritiques: les diverses phases qui peuvent précipiter sont très chargées en chrome, molybdène et nickel.

Ces précipités appauvrissent en ces éléments essentiels la matrice ferritique, dont la résistance à la corrosion peut localement diminuer. Il semble que la phase α' soit moins dangereuse car probablement elle appauvrit moins la matrice ferritique. De même, la phase ϵ riche en cuivre ne semble pas être la cause d'une corrosion localisée très marquée. Les carbures et nitrures de chrome sont rarement la cause d'une sensibilité à la corrosion.

Les phases intermétalliques peuvent aggraver les phénomènes de corrosion sous contrainte. Parmi les nombreux modes d'attaque corrosive, il est important de rappeler que les aciers inoxydables austéno-ferritiques subissent rarement une corrosion généralisée (pour laquelle les vitesses de dissolution sont rigoureusement identiques sur toute la surface).

III.3.2. Corrosion intergranulaire.

Les aciers inoxydables, soit ferritiques soit austénitiques, peuvent être sensibles à la corrosion intergranulaire après revenu entre 500°C et 800°C pour les aciers inoxydables austénitiques, et au delà de 900°C pour les ferritiques. Ceci est dû à la précipitation de carbures de chrome aux joints de grains, appauvrissant ainsi la teneur en chrome en deçà de 12% dans les régions situées autour des joints, et alors la fonction protectrice de l'oxyde de chrome est neutralisée dans ces régions [1]. En fait, la diffusion du chrome étant beaucoup plus grande dans la ferrite, pour les aciers inoxydables duplex la précipitation de carbures de chrome aux joints de grains proviendrait préférentiellement de la phase ferritique. Compte tenu de cette grande vitesse de diffusion, l'appauvrissement est moins localisé. Le risque de sensibilisation est de ce fait très faible (**figure III.3**) [22].

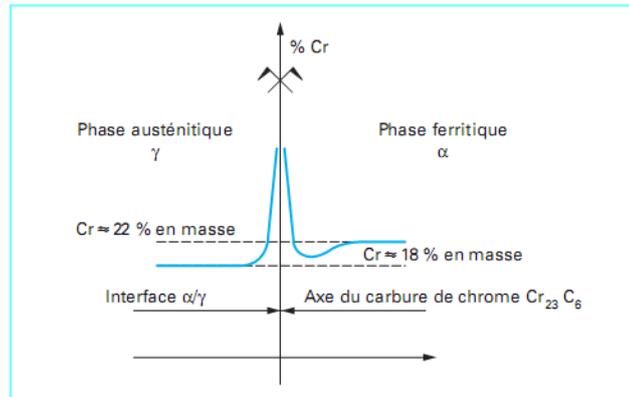


Figure III.3 : déchromisation aux interfaces α/γ par suite de précipitation de carbures de chrome dans le cas d'alliages austéno-ferritiques [22].

La présence de la ferrite modifie la résistance à la corrosion intergranulaire de ces aciers, en diminuant le domaine de température où l'acier subit le processus de sensibilisation. Lorsque les aciers inoxydables austéno-ferritiques possèdent des teneurs en molybdène entre 2 et 3%, ils ne sont pratiquement pas sensibles à la corrosion intergranulaire dans des solutions d'acide sulfurique additionnées de sulfate de cuivre. Cette influence favorable du molybdène est probablement due à son action sur les phénomènes de diffusion et de précipitation, ou à l'amélioration de la passivité et à la diminution de la vitesse de dissolution. La ferrite a un rôle bénéfique sur la corrosion intergranulaire, rôle qui se manifeste de plusieurs façons :

- la teneur en chrome dans la ferrite est élevée, même après précipitation des carbures;
- la diffusion du chrome dans la ferrite (réseau cristallin moins compact que celui de l'austénite) est beaucoup plus rapide que dans l'austénite (les coefficients de diffusion du chrome dans la ferrite et dans l'austénite, à 700°C sont dans le rapport 100 à 1) ; si la précipitation de carbures de chrome a lieu aux joints de grains, il est possible de remplacer plus rapidement le chrome formant $M_{23}C_6$ avec le chrome contenu dans la matrice ;
- le mécanisme le plus plausible d'action de la ferrite semble être le suivant : après traitement à haute température, avant revenu de sensibilisation, le carbone se rassemble aux interfaces, notamment autour des îlots de ferrite qui entourent les grains d'austénite. Pendant le revenu à 700°C, le carbone précipite autour et à l'intérieur de ces îlots (si la durée de revenu est suffisante). Les carbures ne forment donc pas un réseau continu comme dans les aciers inoxydables austénitiques. Le cheminement de l'attaque corrosive intergranulaire n'est pas continu [1].

III.3.3. Corrosion par piqûres et crevasses.

La résistance à la corrosion localisée est fortement dépendante de la composition chimique. La résistance à la corrosion par piqûres peut être exprimée par l'indice PRE (Pitting Resistance Equivalent) :

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3 \% \text{Mo} + k \% \text{N}$$

Où k est un nombre compris entre 10 et 30. Généralement on utilise $k = 16$.

Cet indice de résistance à la piqûration ne tient pas compte de l'effet du nickel et du cuivre, qui ont une grande influence sur la propagation de fissures.

Le phénomène de la corrosion par piqûration peut être divisé en deux étapes :

- **amorçage** : les éléments les plus efficaces semblent être le chrome, le molybdène et l'azote alors que le nickel a une action faible et le cuivre une action quasi-nulle ; il faut rappeler que le chrome et le molybdène se concentrent dans la ferrite, alors que le nickel et l'azote se concentrent dans l'austénite.
- **propagation** : le molybdène, l'azote, le nickel et le cuivre semblent être les éléments les plus favorables ; il faut rappeler également que ces éléments sont concentrés dans l'austénite. La répartition des éléments chimiques entre l'austénite et la ferrite, la formation de gradients de concentration en chrome, la précipitation d'autres phases (Cr_2N , χ , γ'') pendant le revenu, le milieu agressif (teneur en chlorures, température, pH, potentiel d'oxydo-réduction) influent sur l'attaque intergranulaire, soit pendant l'amorçage, soit pendant la propagation des piqûres.

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont habituellement une très bonne résistance à la corrosion par piqûration et par crevasse : cette bonne résistance dépend de leur état métallurgique. Les variations de la composition chimique, à l'échelle microscopique, peuvent être à l'origine de la corrosion : les différentes phases qui peuvent précipiter dans la ferrite (χ , σ , α' , carbures et nitrures de chrome) sont toutes riches en chrome et en molybdène et elles sont entourées de régions appauvries en ces éléments. Ces régions peuvent être des sites d'amorçages de corrosion par piqûration [1].

III.3.4. Corrosion sous contrainte

Les aciers soumis simultanément à une corrosion et à une contrainte mécanique, peuvent être sensibles à la corrosion sous contrainte. Il existe un effet synergique entre l'attaque corrosive et la contrainte mécanique [1]. L'action conjuguée de ces deux facteurs peut être suffisante pour provoquer localement la rupture de la couche passive (**figure III.4**) [22]. Comme la corrosion par piqûration et par crevasse, la corrosion sous contrainte est aussi dépendante de la composition chimique et de la microstructure, mais le comportement est très variable suivant le milieu : par exemple le silicium (3 - 4%) dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques, rend ces aciers extrêmement aucun effet favorable dans les solutions de chlorure de sodium diluées.

La résistance à la corrosion sous contrainte peut être accrue en augmentant de la fraction volumique de ferrite, car les îlots de ferrite peuvent freiner, dans certains cas, la propagation des fissures. La ferrite a aussi un effet de drainage sur les impuretés (surtout le phosphore) dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques. L'effet de la ferrite n'est pas toujours favorable, ou, tout au moins, suffisant : en raison de la répartition des éléments chimiques entre la ferrite et l'austénite, ces deux phases peuvent avoir un comportement soit anodique, soit cathodique ; le niveau de répartition des deux phases, la présence d'autres phases et le milieu agressif sont des facteurs importants pour le couplage galvanique entre la ferrite et l'austénite.

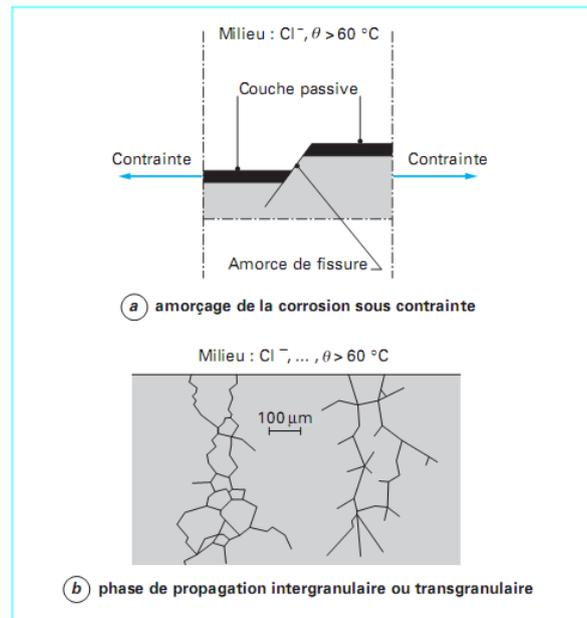
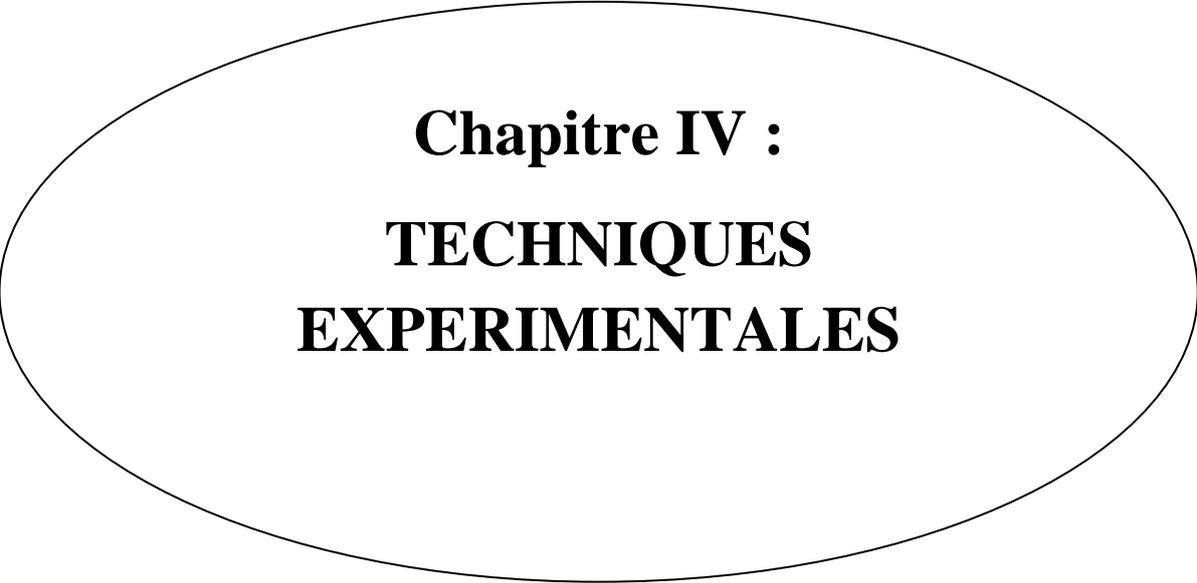


Figure III.4 : Représentation de la corrosion sous contrainte [22].

La contrainte a aussi un rôle très important sur la fissuration des aciers inoxydables austéno-ferritiques :

- **aux fortes contraintes**, avec des déformations notables, la ferrite, dont la résistance mécanique est plus élevée que celle de l'austénite, serait suffisamment sollicitée pour que la fissuration débute et se propage rapidement de façon préférentielle, la ferrite a une plus grande sensibilité à la fissuration que l'austénite, due au maclage mécanique et à la noblesse de l'austénite par rapport à la ferrite. Il n'est pas étonnant que l'interface α/γ soit la plus exposée à la fissuration car la sollicitation y est maximale.

- **aux faibles contraintes**, en raison de la plus faible résistance mécanique de la matrice austénitique, celle-ci se déforme pratiquement seule, la ferrite n'étant guère sollicitée. Cependant, l'austénite est suffisamment protégée cathodiquement par la ferrite qui est toujours anodique, et subit seulement une faible corrosion générale, et non plus une fissuration [1].



Chapitre IV :
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

IV.1. Matériau étudié

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

- Sa bonne soudabilité aux basses températures
- Sa bonne résistance à la corrosion intergranulaire et par piqure à aux basses températures

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

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

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

Dans les conditions d'un refroidissement à l'équilibre et avec cette composition chimique, la structure à l'ambiant est biphasé (austénite-ferrite) avec des proportions égales.

La proportion de la ferrite dépend des conditions de chauffage (la température et la durée de maintien) et de la vitesse de refroidissement.

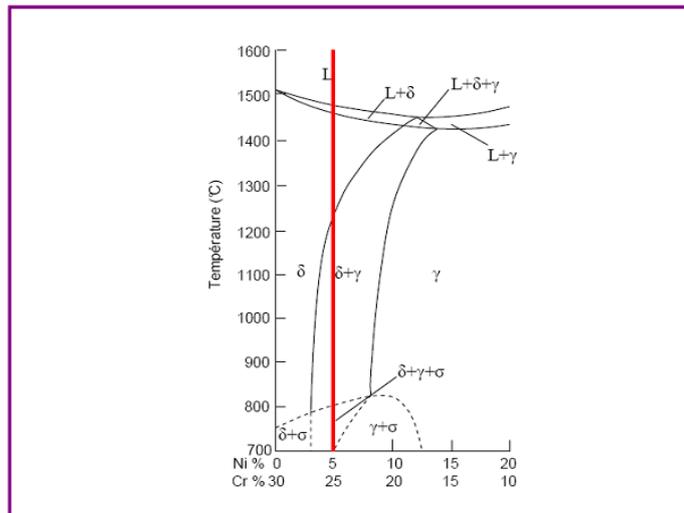


Figure IV.1: Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.

IV.1.1 Analyse chimique

L'analyse chimique d'un échantillon prélevé par découpage et ayant subi un usinage au moyen d'une fraiseuse afin d'obtenir une surface plane de dimensions 40x40mm². Cette analyse a été faite au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND), par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X. Le **tableau IV.1** représente les résultats de la composition chimique obtenue.

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

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

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

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

La comparaison entre les deux résultats dans le (**tableau IV.1**) avec celle du (**tableau IV.2**) permet de confirmer que l'acier étudié est l'acier 2205 défini par la norme ASTM.

IV.1.2. Les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié

Les propriétés mécaniques sont présentées dans le **tableau IV.3**. Les valeurs des caractéristiques montrent que l'acier possède de bonnes propriétés de résistance avec une ductilité et une résilience acceptables.

Tableau IV.3: Propriété mécanique de l'acier étudié.

désignation	Re _{0.002} (MPa)	Rm(MPa)	A(%)	KCV (daJ/cm ²)	Dureté HRC
SAF 22 05	523	677	36	22.5	23

IV.2. Réalisation des soudures

IV.2.1. procédés de soudage

Dans notre travail, les procédés de soudage effectués sont les procédés TIG (Tungsten Inerte Gas Welding) manuel pour la première passe (passe de pénétration) et l'arc électrique avec électrode enrobée pour la réalisation des autres passes (les passes de bourrage et de finition). Cette procédure est très employée pour les aciers duplex car elle confère une bonne tenue à la corrosion.

IV.2.2. Métal d'apport utilisé

Dans notre étude, on a utilisé un métal d'apports de composition chimique très proche de celle de métal de base. Pour l'obtention d'une soudure homogène.

Le métal d'apport choisis est selon la norme ASME SECTION IX2000.

- ER22 09 pour le procédé TIG sous forme de baguette
- E22 09 pour le procédé à l'arc électrique sous forme d'électrode enrobée.

Le **tableau IV.4** représente la composition chimique de métal d'apport.

% massique	C	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	P	S	Cu	N
2209	0.015	0.5	1.3	8.5	3.0	22.5	-	-	-	-

IV.2.3 Paramètres de soudage

Les paramètres sont déterminés en fonction du matériau, des dimensions de l'assemblage et des procédés utilisés. Dans notre cas, les paramètres utilisés sont ceux définis par la norme ASME SECTION IX 2000.

IV.2.4. Soudage des tubes

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

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

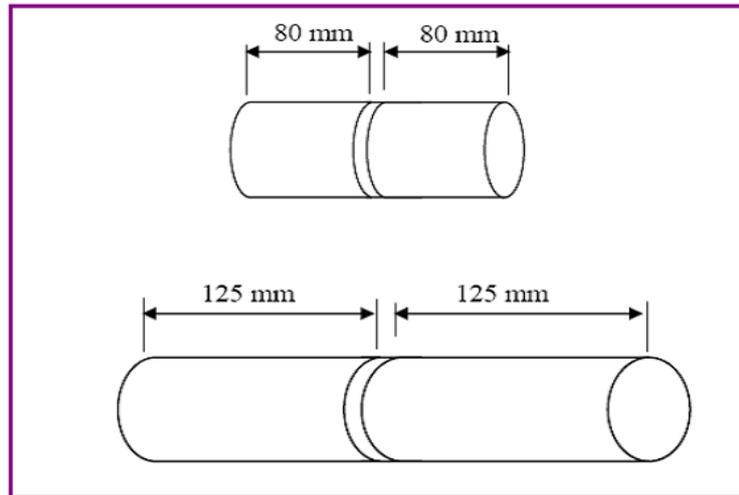


Figure IV.2 : Longueur des tubes à souder

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

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

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

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

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

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

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

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

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

IV.2.5. Tronçonnage des éprouvettes

Avant le tronçonnage, un contrôle radiographique (rayons γ) a été effectué pour s'assurer que les soudures ne présentent aucun défaut. La lecture du film radiographique, nous a permis de constater que les soudures étaient parfaitement saines et exempts de défauts. Donc les soudures sont de très bonne qualité et le tronçonnage peut se faire à n'importe quelle région de cordons. Le tronçonnage a été réalisé de la manière suivante:

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

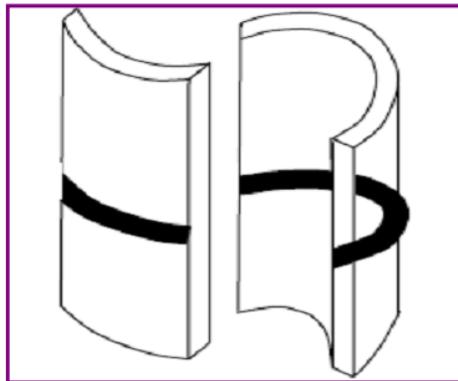


Figure IV.3 : Tronçonnage de tube en deux

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



Figure IV.4 : Schéma de tronçonnage des éprouvettes

IV.3. Le travail expérimental

L'objectif de notre étude est de suivre l'effet de vieillissement thermique à différentes températures sur la résistance à la corrosion d'un acier inoxydable duplex soudé. Le plan de notre travail est composé deux parties comme suit :

- 1- traitement de vieillissement thermique à trois températures (320°C, 350°C et 475°C) de 10h jusqu'à 50h.
- 2- préparation métallographique et attaque électrolytique.
- 3- observation structurale par microscope optique avec analyse quantitative.
- 4- Mesure de la micro-dureté des phases dans les deux zones de l'échantillon (MB, zone soudée).
- 5- Essai de corrosion : étude électrochimique à l'aide d'un potentiostat.

IV.3.1 Traitement thermique

IV.3.1.1. Traitement de mise en solution (hypertrempe)

Ce traitement consiste à porter les échantillons à très haute température, de les maintenir à cette température pendant une demi-heure. Ensuite, ils sont refroidis rapidement à l'eau (hypertrempe). Ce traitement a été réalisé dans un four à résistance électrique (**figure IV.5**) au sein du laboratoire de métallurgie de l'Ecole Nationale Polytechnique. La température de l'hypertrempe adoptée est de 1050°C.

IV.3.1.2. Traitement de vieillissement thermique

Ces traitements thermiques sont effectués dans un four à résistance électrique (**figure IV.5**). Les conditions de traitement de vieillissement sont :

- Températures de traitement : 320°C, 350°C et 475°C
- Les durées de maintien pour les deux premières températures sont 10h, 20h, 30h, 40h et 50h.

Pour la température 475°C, les durées sont 10h, 30h et 50h.

Le choix des températures et des durées a été fait à partir des données du diagramme TTT de l'acier. Les températures et les durées choisies permettent d'étudier la précipitation de la phase α' au cours du temps.



Figure IV.5 : photographie représentatif du four électrique à résistance utilisé pour les traitements thermiques.

IV. 3.2. Méthodes de caractérisation

On distingue deux parties de caractérisation, la première est microstructurale destinée à mettre en évidence les diverses phases existantes ainsi que leurs taux de présence dans la structure. Le but principal est de faire une jonction qualitatif-quantitatif.

IV.3.2.1. Caractérisation structurale

IV.3.2.1.1. Préparation des échantillons

Pour l'analyse structurale, en microscopie optique, les échantillons passent successivement sur différents papiers abrasifs(en rotation) de granulométries décroissantes 120 240 600 800 1000 1200 sous lubrification d'eau, ce processus est achevé par un polissage de finition sur papier feutre avec de l'alumine de granulométries décroissantes (3 μ m). Cette préparation a été réalisée dans une polisseuse (**figure IV.6**) au sein de l'ENP. Pour avoir à la fin un état miroir. Cette procédure est effectuée pour les deux parties de notre travail, à la fin, on les séchera avec le séchoir des cheveux.



Figure IV.6 : polisseuse de type HITECH.

IV.3.2.1.2. Attaque métallographique

L'attaque métallographique est effectuée durant notre étude, c'est une attaque électrolytique. L'appareillage utilisé se compose d'un bûcher contenant l'électrolyte. D'une alimentation en courant continue. L'échantillon est relié à la borne + du générateur en position d'anode. La cathode en acier inoxydable est reliée à la borne – du générateur. Dans cette étude nous avons utilisé une attaque électrolytique avec une solution de KOH. Les paramètres utilisés dans l'opération d'attaque sont représentés dans le **Tableau IV.4**. La cellule électrolytique est schématisée dans la **Figure IV.7**.

Tableau IV.5 : Description de la solution d'attaque utilisée

solution	Composition et paramètres
KOH	Concentration : 10N (56 g de KOH, 100 ml H ₂ O) Tension : 3 V Temps : quelques secondes (de 20 à 30s)

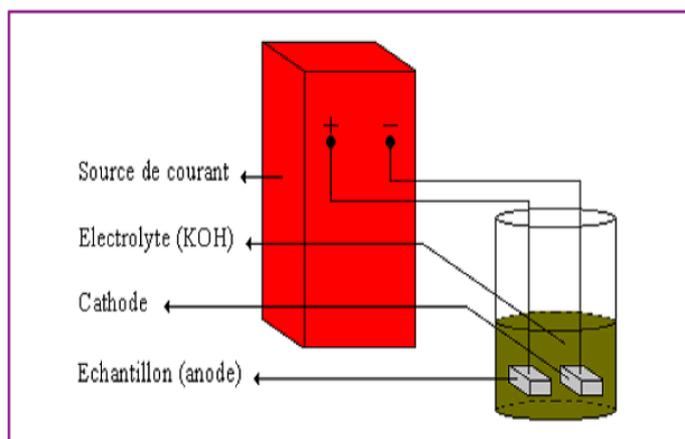


Figure IV.7 : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique

IV.3.2.1.3. observations microstructurales par microscope optique

L'observation des microstructures a été réalisée au niveau du Laboratoire de Métallurgie à l'ENP. L'appareil utilisé est un microscope optique(OPTIKA) muni d'une camera numérique (**figure IV.8**). Après traitements thermiques tous nos échantillons sont observés dans les trois zones effectif (le métal de base MB, la zone affectée thermiquement ZAT et la zone fondue ZF).



Figure IV.8 : les équipements nécessaires pour prendre la micrographie.

IV.3.2.1.4. l'analyse et traitement d'image

L'utilisation de la microscopie optique et d'un logiciel de traitement et d'analyse d'image permet d'obtenir des valeurs quantitatives des paramètres de la structure de la soudure. Cette technique nous a permis d'utiliser le logiciel Image J nous a permis de calculer le taux de ferrite dans les trois zones de la ferrite. L'utilisation du logiciel Image J pour le calcul du taux de ferrite est bien détaillé dans la (**Figure IV.9**) (résumé de toutes les étapes optimales).

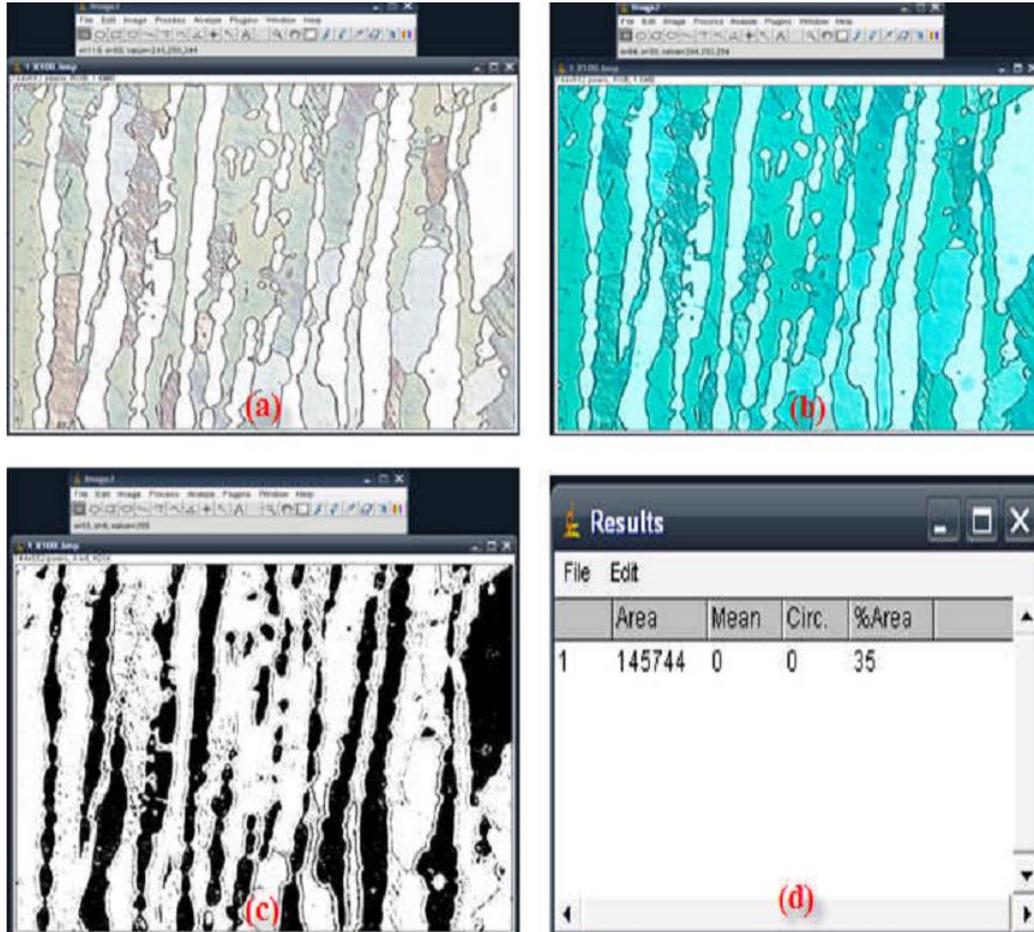


Figure IV.9 : Les principales étapes effectuées pour calculer le taux de phase (austénite ou ferrite) par l’imageJ, (a) l’image initiale, (b) l’image traitée, (c) l’image binaires, (d) la valeur de la fraction.

IV.3.2.2.Essai de micro-dureté

Les duretés des phases ferritique et austénitique ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et attaqués pour révéler les phases. Les mesures de micro-dureté ont été effectuées avec une charge de 300g avec un microduromètre de marque (SHIMADZU HVM-M3) (**figure IV.10**). Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l’austénite dans la zone affectée thermiquement et dans le métal de base. Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes de résilience avec un temps de maintien de la charge de 30 secondes. Les essais de micro-dureté sont réalisés dans Laboratoire de Métallurgie.



Figure IV.10 : Le microduromètre utilisé pour les essais de la micro-dureté.

VI. 3. 3. Essai de résilience

L'essai de résilience a pour but de caractériser la propriété de résistance au choc d'un matériau. Il consiste à rompre d'un seul coup de mouton pendule (Charpy) (Figure III.11), une éprouvette entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis. On détermine l'énergie absorbée dont on déduit la résilience. La résilience est l'énergie de rupture exprimée en joules/cm².

Résilience = énergie absorbée par la rupture W (joules)/ section au droit de l'entaille (cm²).

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

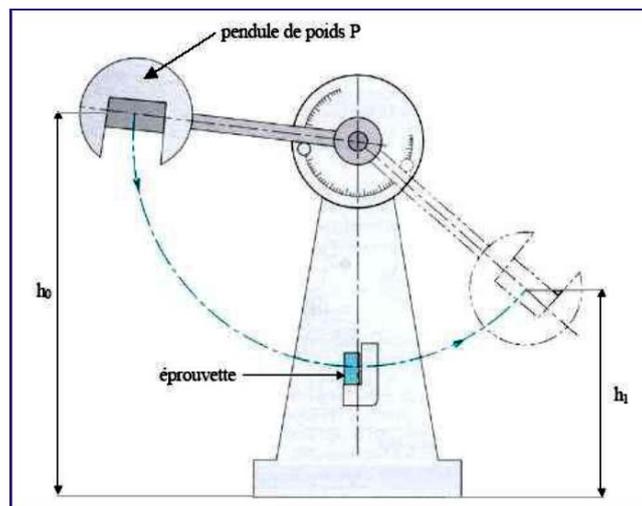


Figure IV.11 : Schéma illustratif du mouton Charpy.

IV.3.4. Etude de corrosion

L'étude électrochimique a pour but de comparer la résistance à la corrosion des différents échantillons ayons subit les traitements de vieillissement à différentes températures et différents temps de maintient.

- L'étude consiste à tracer les courbes de polarisation à l'aide d'un potentiostat.

IV.3.4.1. Préparation des échantillons

Les échantillons destinés aux essais électrochimiques sont de dimension $15 \times 10 \text{ mm}^2$, la préparation de l'électrode de travail se fait comme suit :

- ✓ Un fil électrique inséré dans une gaine en plastique est légèrement fixé à l'échantillon.
- ✓ L'échantillon est enrobé à froid de sorte que la soudure fil électrique/échantillon soit recouverte.
- ✓ Après durcissement de la résine, la surface de l'électrode doit subir un polissage mécanique grossier à l'aide des papiers abrasifs de granulométries décroissantes (voir partie I). le polissage mécanique de la surface de l'électrode exposée à la solution corrosive est nécessaire avant chaque essai électrochimique.

L'essai électrochimique est assuré par le potentiostat (**figure IV.12**), la méthode de polarisation choisie est la potentiodynamique. Le potentiostat fournit une différence de potentiel continue U entre les bornes (électrode de travail) et (contrôle).



Figure IV.12 : photographie du potentiostat utilisé.

IV.3.4.2. Description de montage

Les expériences électrochimiques sont effectuées dans une cellule en verre, de forme cylindrique d'une contenance de 200 ml, la cellule est surmontée d'un couvercle muni de cinq rodages, permettant de placer en position fixe et reproductible les électrodes de travail ET, de référence ER et l'électrode auxiliaire (ou contre électrode) CE.

Le montage utilisé est un montage classique à trois électrodes (électrode de travail, de référence et auxiliaire). Ce montage est constitué de deux circuits électriques de mesure :

- ✓ Un premier circuit permet la mesure du potentiel de l'électrode de travail ET par rapport à celui de l'électrode de référence ER.
- ✓ Un deuxième circuit permet la mesure de l'intensité du courant électrique entre ET et la contre électrode CE.

- **Electrode de travail**

Les échantillons préparés préalablement sous forme d'électrodes de travail sont liés à la chaîne électrochimique par le biais d'un fil électrique relié au thermostat. L'électrode elle-même est immergée dans la cellule de manière à ne laisser que la surface de sa section droite exposée à la solution corrosive.

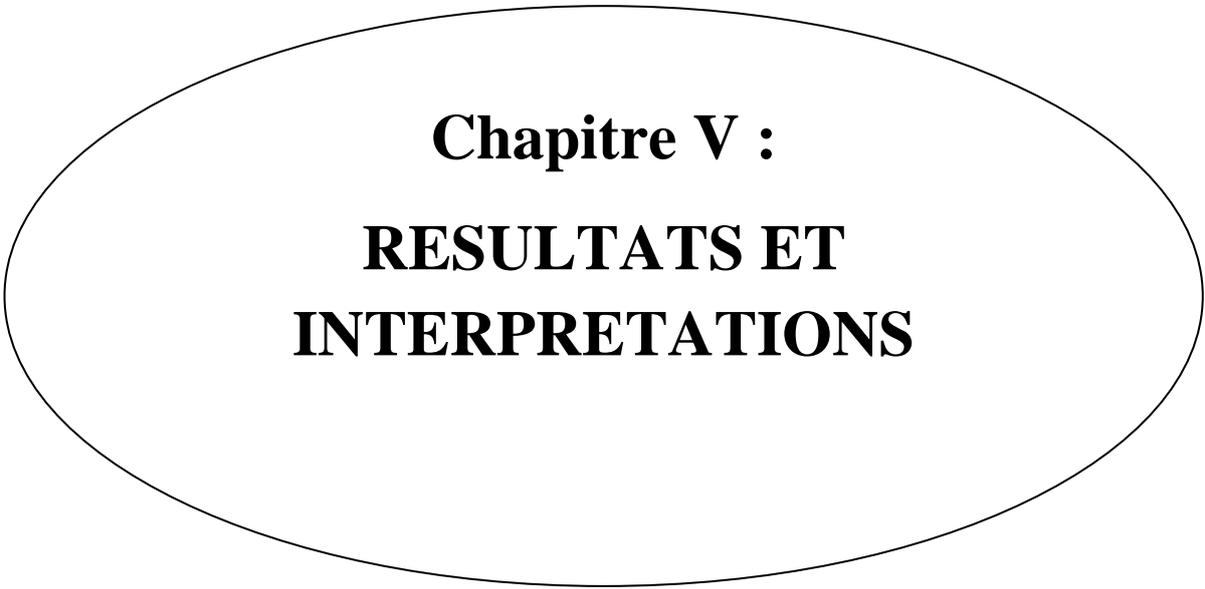
IV.3.4.3.préparation de l'électrolyte

Le milieu corrosif étudié est une solution aqueuse de H_2SO_4 à pH=1 préparée à partir d'une solution concentrée (normalité=12N) à 98% de pureté et densité $d=1.36$.

IV.3.5.4. Conditions de travail

Les conditions de travail sont :

- ✓ **Durée d'immersion:** l'échantillon est immergé dans la solution corrosive pendant 20mn.
- ✓ **Température de travail:** les échantillons ont été étudiés à la température ambiante.
- ✓ **Vitesse de balayage de potentiel:** la vitesse est de 10mv.



Chapitre V :
RESULTATS ET
INTERPRETATIONS

A l'état d'équilibre, l'acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) 2205 a une structure biphasée (50% austénite et 50% ferrite). A l'état de soudure, les conditions du soudage, créent un état structural différent par la composition chimique, par la morphologie de la structure et par les propriétés.

V.1. Structure à l'état initial

V.1.1. Métal de base

La structure de métal de base après soudage reste toujours biphasée et présente une morphologie dite en bande. Les deux phases existantes sont : la phase austénitique (γ) et la phase ferritique (α). Elles se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage au cours de l'élaboration de notre métal. Les fractions volumiques des phases sont proches et égale à 50%. **La figure V.1** représente la structure initiale du métal de base.

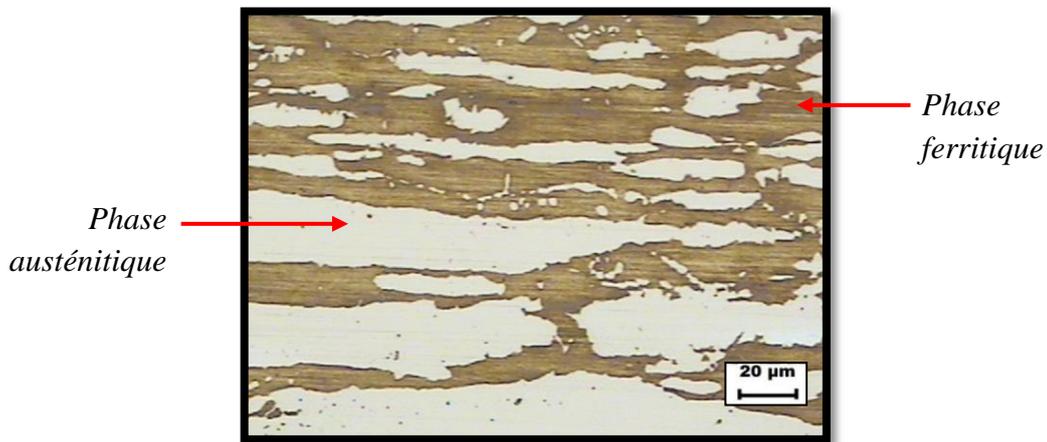


Figure V.1 : Etat microstructural du duplex 2205 brut au niveau du métal de base.

L'observation de l'état microstructural de notre métal étudié met en évidence les deux phases γ et α présentes dans le duplex 2205 par effet de contraste. La microstructure **figure V.1** est le métal de base non affecté par les cycles thermiques de soudage. Dans cette zone le métal ne subit pas de transformation et donc conserve sa structure initiale de bandes parallèles.

V.1.2. La zone fondue

La microstructure **V.2** présente la zone fondue caractérisée par la présence d'une structure de solidification et la morphologie dendritique repérée sur la micrographie.

Lors du soudage par fusion de notre métal, ce dernier passe à l'état liquide isotrope. Au cours de la solidification du cordon de soudure, il prend ses premières orientations préférentielles qui influent sur structure finale et la solidification s'amorce

en général lors du contact du métal fondu avec l'atmosphère (température ambiante). De nombreux grains germent à l'interface solide/liquide ; la direction de croissance observée est souvent parallèle à la paroi solide au front de la solidification.

La zone fondue présente une structure dendritique des deux phases austénitique et ferritique. On note l'augmentation du taux de ferrite dans cette zone à 56% due à la vitesse de refroidissement rapide à partir de la température de soudage.

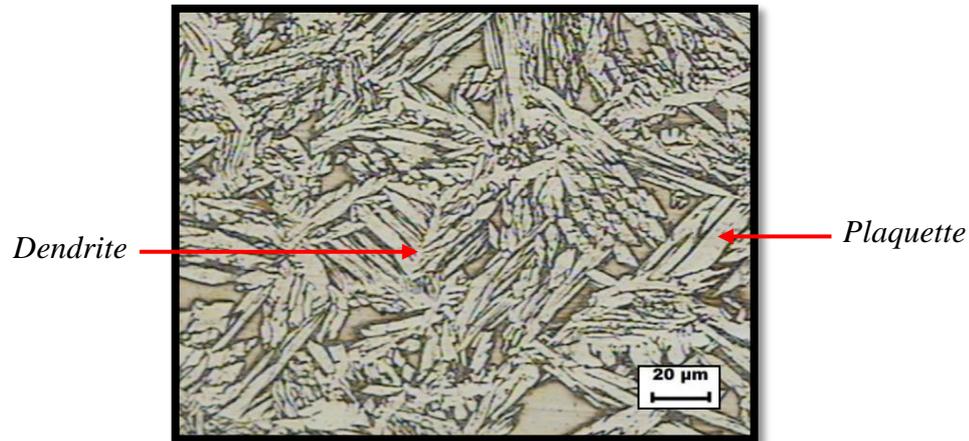


Figure V. 2 : Etat microstructural du duplex 2205 brut au niveau de la zone fondue.

V.2.Caractérisation microstructural de la soudure après traitements de vieillissement

Les traitements de vieillissement ont été effectués à trois températures 320°C, 350°C et 475°C avec temps de maintien variant jusqu'à 50 heures. Nous avons constaté un effet considérable sur l'évolution microstructurale dans les deux zones (MB et ZF).

V.2.1.Vieillissement à 320°C

Les figures V. 3 à V.5 illustrent les microstructures du Métal de base.

Les figures V.6 jusqu'à V.8 illustrent les microstructures de la zone fondue après traitement de vieillissement à 320°C.

V.2.1.1.Métal de base (MB)

On constate dans les figures V.3.4.5 un changement de la morphologie des bandes, ces dernières deviennent irrégulières après traitement de vieillissement et se développent ce changement avec le temps de maintien de vieillissement, ce changement représente dans le grossissement des grains ferritique. La phase ferritique est sous forme de bandes moins épaisses et de plus en plus discontinues. Les joints de grains ferritique deviennent

épais à cause d'une éventuelle précipitation des phases intermétalliques de la phase α et l'austénite secondaire γ_2 au sein de la ferrite.



Figure V.3 : Microstructure du métal de base après 10h à 320°C.

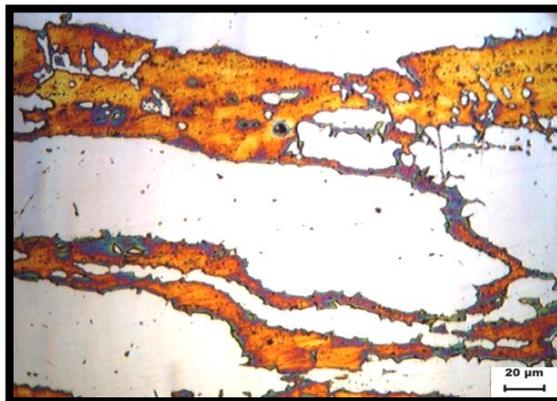


Figure V.4 : Microstructure du métal de base après 30h à 320°C



Figure V.5 : Microstructure du métal de base après 50h à 320°C

V.2.1.2.Zone fondue (ZF)

La structure de la zone fondue vieillie à 320°C jusqu'à 50 heures ne subit pas de modification (**figures V.6, V.7 et V.8**)

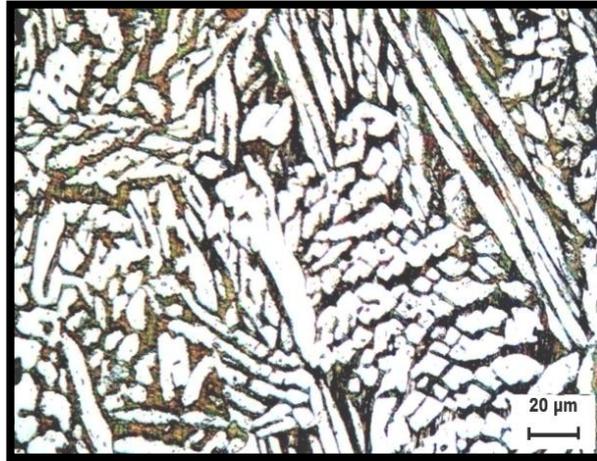


Figure V.6 : Microstructure de la zone fondue après de 10h à 320°C

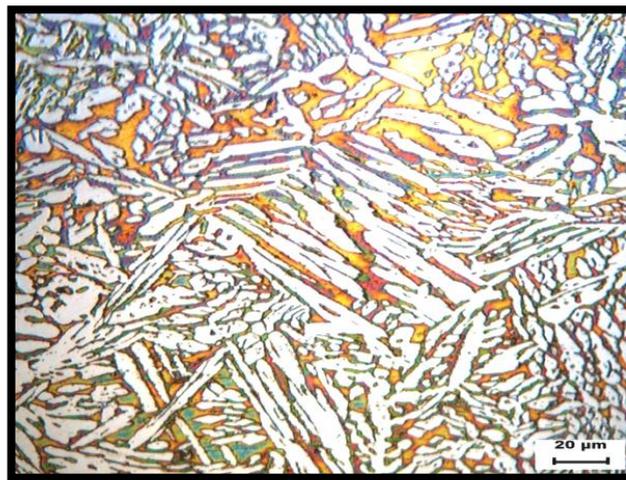


Figure V.7: Microstructure de la zone fondue après de 30h à 320°C.

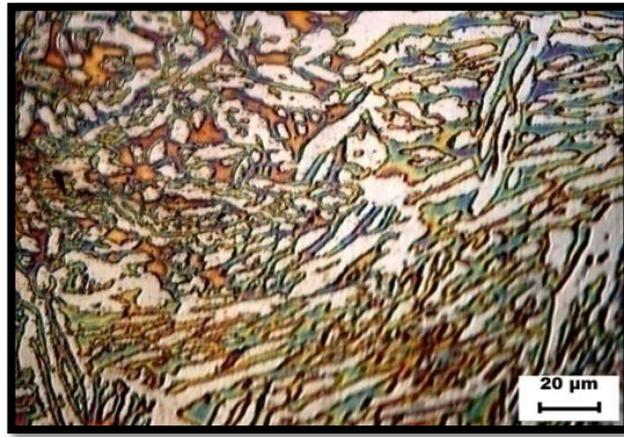


Figure V.8 : Microstructure de la zone fondue après de 50h à 320°C.

V.2.2. Vieillissement à 350°C

V.2.2.1. Métal de base (MB)

Les figures V.9 et V.10 suivantes montrent la conservation de la structure en bande de laminage du métal de base après 40 heures de maintien.

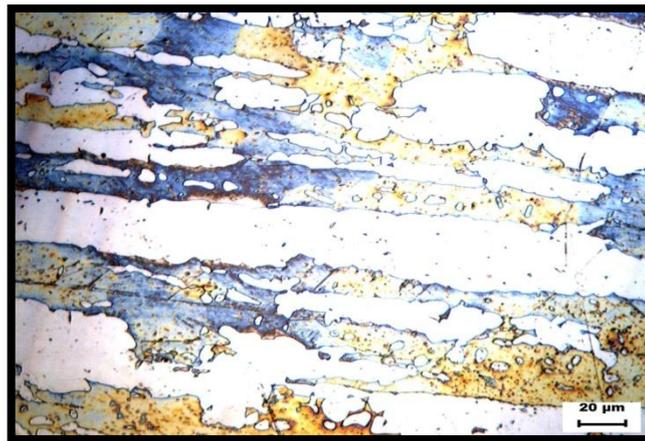


Figure V.9: Microstructure du métal de base après 10h à 350°C.

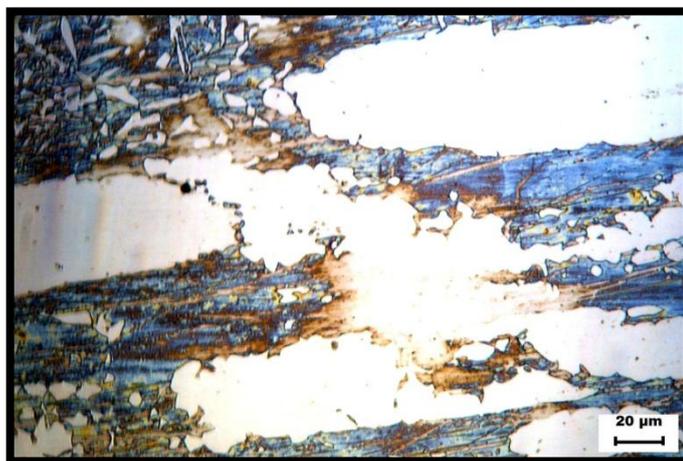


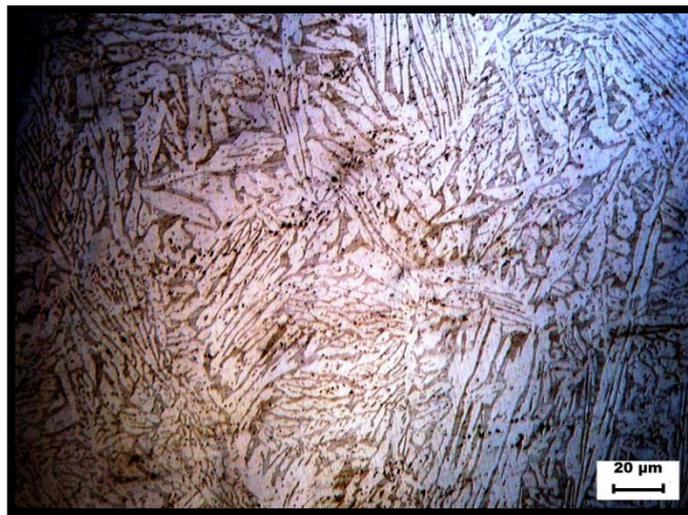
Figure V.10 : Microstructure du métal de base après 40h à 350°C.

V.2.2.2.Zone fondue (ZF)

Les figures V.11 et V.12 montrent que après 40 heures de vieillissement, la structure de la zone fondue ne subit pas de modification.



Figure V.11 : Microstructure de la zone fondue après de 10h à 350°C.



figureV.12 : Microstructure de la zone fondue après de 40h à 350°C.

V.2.3.Vieillissement à 475°C.

V.2.3.1.Métal de base

On constate dans les figures V.13, V.14 etV.15 un changement de la morphologie des bandes, ce changement est d'autant plus remarquable après 50 heures. Ceci s'explique par le grossissement des grains ferritiques et austénitiques. Une structure granulaire apparaît après 30 heures de maintien.



Figure V.13 : Structure du métal de base Après 10h à 475°C.

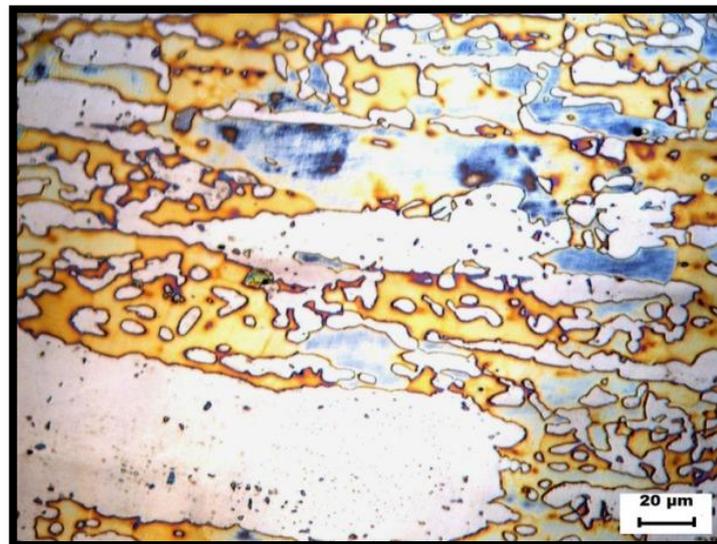


Figure V.14 : Structure du métal de base après 30h à 475°C.



Figure V.15 : Structure du métal de base après 50h à 475°C.

V.2.3.2.Zone fondue

Un changement notable, sur le plan morphologique, se produit à 475°C et qui se manifeste par la disparition progressive des dendrites à partir de 10 heures de maintien (**figure V.16**). **La figure V.18** montre la formation d'une structure granulaire qui a coalescé au bout de 50 heures de maintien.



Figure V.16 : Structure de la zone fondue après 10h à 475°C.

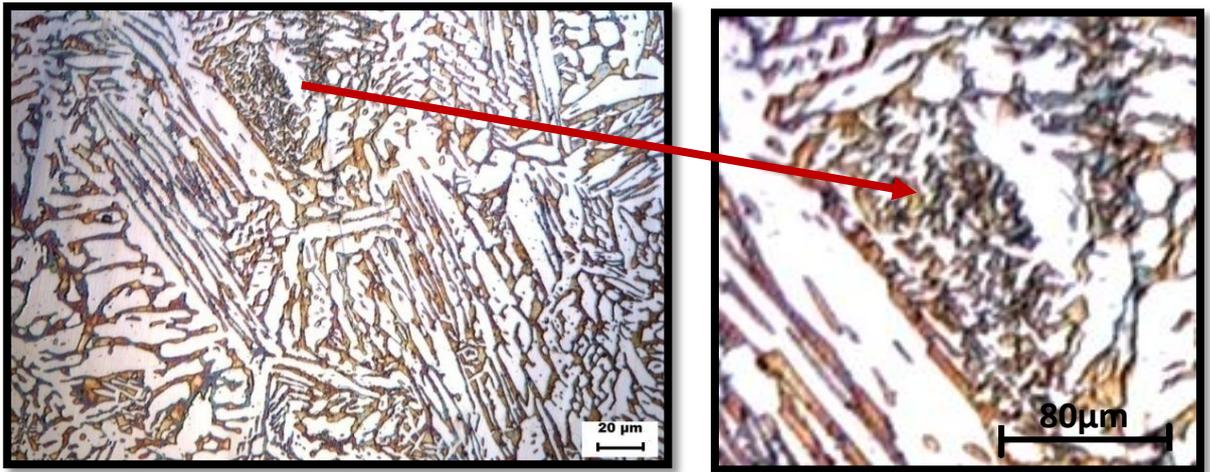


Figure V.17 : Structure de la zone fondue après 30h à 475°C.

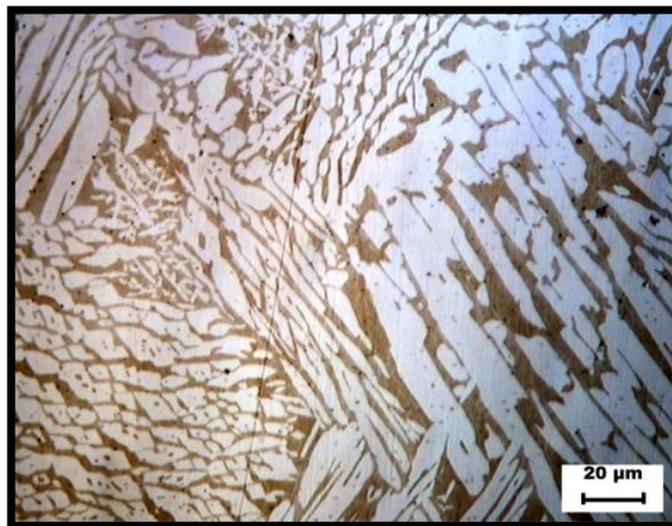


Figure V.18 : Structure de la zone fondue après 50h à 475°C.

- **Interprétation**

Au cours des traitements de vieillissement aux températures de 320, 350 et de 475 °C, la structure subit un recuit de recristallisation qui donne une forme des grains plus isotrope. Dans la zone fondue, la forme aciculaire disparaît progressivement pour donner une forme granulaire et dans le métal de base une disparition progressive de la structure en bande se produit pour atteindre une morphologie plus stable (grains équiaxe). Ces phénomènes étant thermiquement activés, la cinétique est plus rapide à 475 °C. D'après les résultats obtenus nous constatons que la durée de 50 heures n'est pas suffisante pour une modification totale. Toutes les transformations morphologiques qui se sont produites sont dues à l'instabilité des deux phases.

V.3. Etude de la précipitation de la phase α' au cours du vieillissement

Les précipitations de phases qui se produisent dans l'acier duplex qui se produisent aux basses températures, ne sont visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographies très proches, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique en transmission, la microsonde atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA).

L'étude de la précipitation par mesure de la micro dureté est très utilisée, car le durcissement dû à la précipitation est proportionnel à la fraction des précipités.

L'étude de la précipitation de la phase α' au cours des maintiens aux températures 350 et 475°C a été réalisée par les mesures de la micro dureté. La figure V.20 représente l'évolution de la dureté de l'austénite et de la ferrite au cours des traitements à 350°C et 475 °C.

On constate une augmentation de la dureté de la ferrite au cours des maintiens pendant 50 heures. Le durcissement est plus important à 475°C qu'à 350° à cause de la précipitation importante de la phase α' . Cette phase possède une structure cubique centrée et un paramètre de maille très proche de celui de la ferrite mais une concentration en chrome très élevée qui lui confère une grande dureté (Figure V.20).

La dureté de l'austénite décroît pendant les traitements à 350 et 475 °C. La dureté est plus basse à 475°C(Figure V.21).

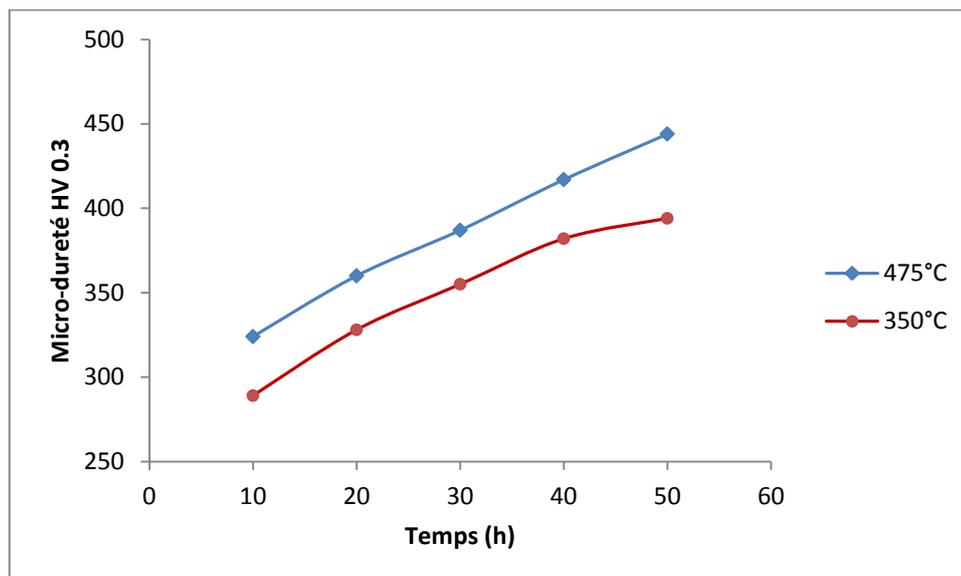


Figure V.19 : Evolution de la micro-dureté de la ferrite au cours des traitements à 350°C et 475 °C.

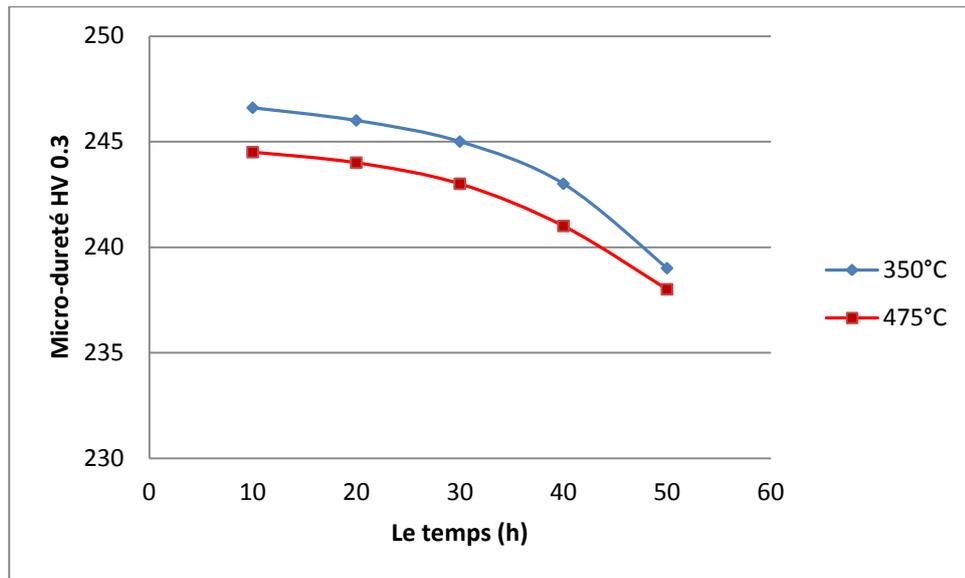


Figure V.20 : Evolution de la micro-dureté de l'austénite au cours des traitements à 350°C et 475 °C.

Les transformations dans la ferrite sont principalement la démixtion α / α' et la précipitation d'une phase intermétallique riche en Ni, Si et Mo, la phase G. Les particules G sont de structure CFC et de taille très petite (entre 1 et 10 nm généralement et de 50 nm occasionnellement) et elles précipitent, plus ou moins uniformément, dans les grains ferritiques, dépendant de la composition chimique de l'acier.

Les particules les plus grosses se forment préférentiellement dans les défauts, les autres se forment dans les interfaces α / α' . Leur composition dépend non seulement de la composition chimique de l'acier mais également des conditions de vieillissement. Des phénomènes de fragilisation secondaires, lors du vieillissement de très longue durée, comme la précipitation de carbures $M_{23}C_6$ et la précipitation d'austénite de réversion au sein de la ferrite peuvent également apparaître. Quelques transformations microstructurales peuvent intervenir dans la phase austénitique mais elles sont sans conséquences sur les propriétés mécaniques.

La démixion de la ferrite (en α pauvre en chrome et en α' riche en chrome) peut selon la teneur en chrome et la température se former selon deux mécanismes différents :

- par décomposition spinodale ($280 \leq T \leq 475^\circ\text{C}$).
- par germination et croissance (souvent à 500°C).

Le rôle de la phase G dans le durcissement et la fragilisation de la ferrite reste très controversé dans la littérature. Le durcissement est attribué principalement à la phase α' . En effet, les écarts de cohérence entre les réseaux cristallins de α et α' introduisent des contraintes internes qui réduisent la mobilité des dislocations. De plus, α et

α' possèdent des modules d'élasticité différents, ce qui modifie l'énergie nécessaire au mouvement d'une dislocation [18].

L'adoucissement de l'austénite doit être attribué à l'effet de la température sur la configuration et la densité des dislocations

V.4. Variations du Taux de ferrite au cours du vieillissement

Nous avons calculé, à l'aide du logiciel Image J, le taux de ferrite dans le métal de base et dans la zone fondue au cours du vieillissement à 350 et à 475°C. Les résultats sont présentés dans les figures IV.22 et IV.23.

V.4. 1. Effets du vieillissement à 350°C

Le taux de ferrite décroît légèrement dans le métal de base. Après 50 heures. Le taux d'abaissement est faible (environ 5.8 %). Dans la zone fondue, la diminution du taux de ferrite se produit de manière identique que dans le métal de base (**Figure V.22**)

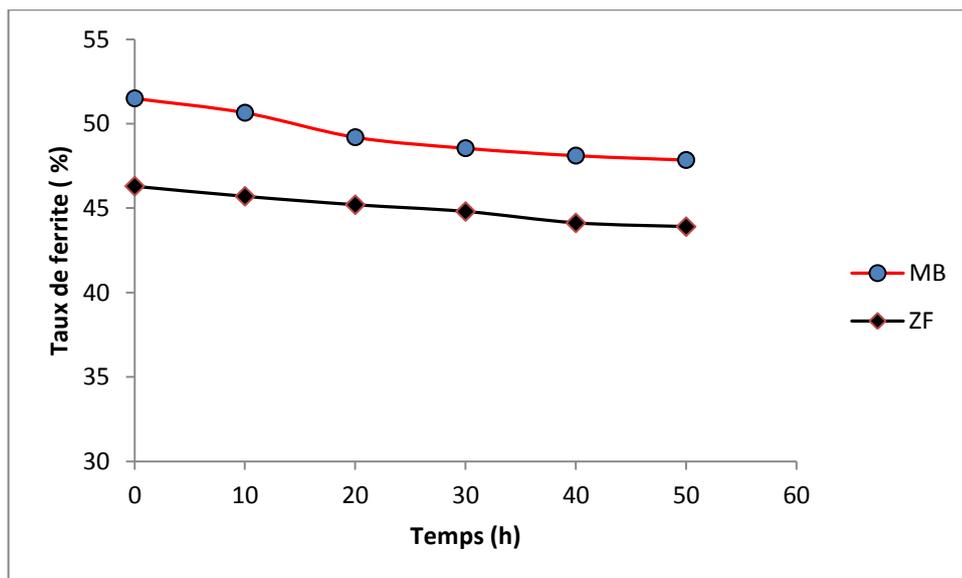


Figure V.21 : Evolution de la variation du taux de ferrite à 350 °C au cours de temps de maintien.

V.4. 2. Effets du vieillissement à 475°C

Au cours du vieillissement à 475 °C, le taux de ferrite évolue dans le métal de base et dans la zone fondue, de la même manière dans le cas précédant (à 350°C) (**figure V.23**). Cependant, la cinétique de l'évolution est plus rapide qu'à 350 °C. car la chute du taux de ferrite atteint 9.80 % après 50 heures.

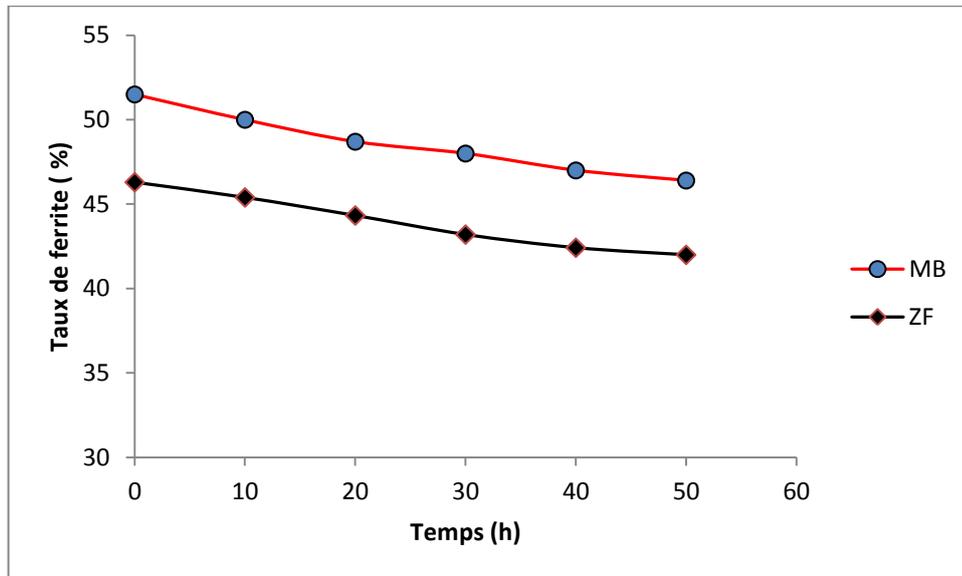


Figure V.22 : Evolution de la variation du taux de ferrite à 475 °C au cours de temps de maintien.

- **Interprétation**

Par chauffage aux températures du vieillissement, les deux zones tendent à revenir à leur état stable défini par un équilibre des taux de ferrite et d'austénite. Le suivi de l'évolution du taux de ferrite au cours des vieillissements effectués montre que ce taux reste pratiquement stable dans le métal de base pour les deux températures à cause de la stabilité de cette zone et subi une diminution dans la zone fondue à 350 °C et aussi une diminution à 475 °C pendant les 50 heures de maintien. Cette diminution s'explique par la précipitation de l'austénite de réversion γ_2 au cours du vieillissement thermique.

D'après Calonne [15], l'austénite γ_2 peut précipiter pour des températures de vieillissement inférieures à 500 °C par ségrégation du fer et du nickel qui provoque un déplacement de la frontière austénite-ferrite vers la ferrite. Ce retour à l'équilibre est plus rapide à 475 °C car le mécanisme est basé sur la diffusion du fer et du nickel. Le phénomène est thermiquement activé. L'austénite secondaire et l'austénite primaire sont cohérentes ce qui rend leur détection expérimentale par microscopie impossible.

V.5. Effet du Vieillissement à 350 et 475 °C sur la résilience

Les variations de la résilience en fonction du traitement thermique de vieillissement à deux températures 350°C et 475°C est représenté dans **La figure V. 24**. La résilience passe de 280 à 150 joules après 50 heures à 350°C avec une chute de 46 %.

Tandis qu'à 475°C, on constate une chute remarquable de la résilience après 20 heures de maintien. La résilience varie peu au cours des 30 heures suivantes (**Figure V.24**).

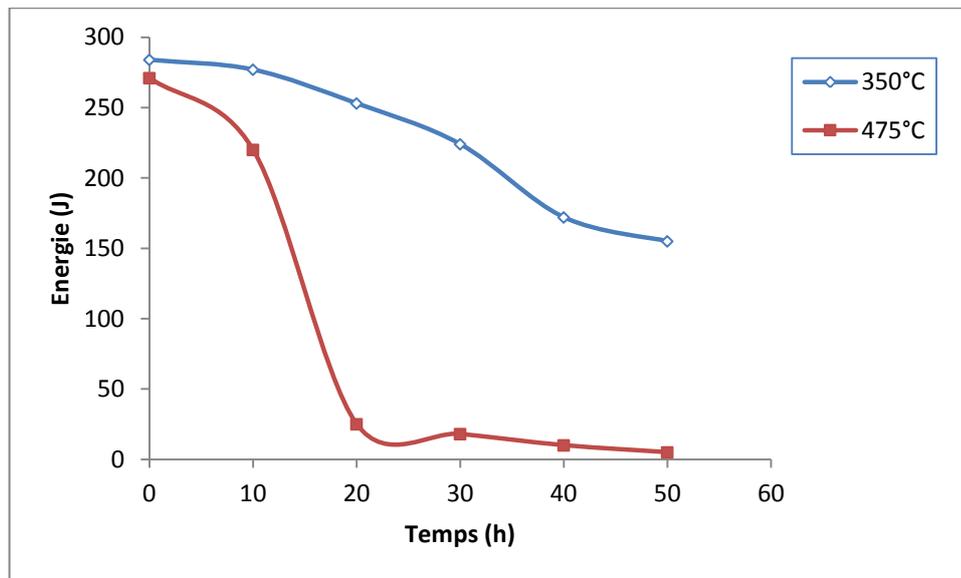


Figure V.23 : Variation de la résilience en fonction du traitement.

V.6. Caractérisation électrochimique de la soudure

La corrosion par les acides, en particulier l'acide sulfurique, de l'acier inoxydable duplex provoque une attaque généralisée du film passif. Dans notre étude, nous nous sommes intéressés aux effets du vieillissement aux températures 320, 350 et 475°C sur la résistance à la corrosion du métal de base et de la zone soudée.

L'allure générale des courbes obtenue permet de distinguer deux domaines différents selon le comportement électrochimique :

- Un domaine cathodique correspondant à une croissance limitée du courant, ce domaine est caractérisé par une réaction de réduction des ions H^+ avec dégagement d'hydrogène
- Un domaine anodique, où l'augmentation du courant devient importante dû à la dissolution du film d'oxyde de chrome.

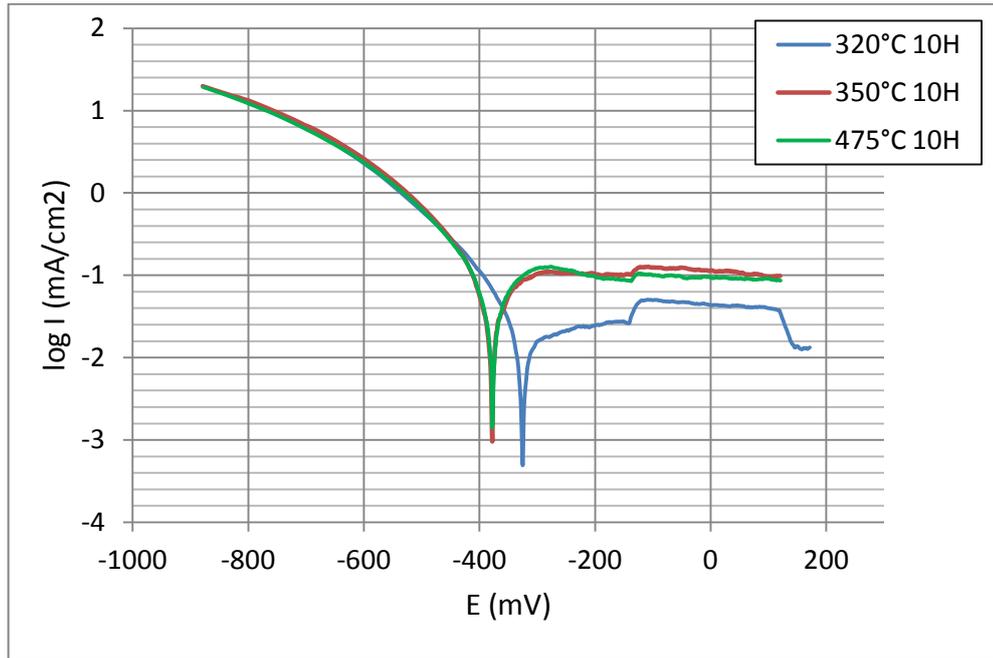
V.6.1. Courbe de polarisation de métal de base vieilli

Les résultats obtenus de l'essai de corrosion de l'acier duplex (métal de base) immergé dans une solution d'acide sulfurique H_2SO_4 sont présentés dans **le tableau V.1**. Les résultats montrent un effet marquant du vieillissement de 10 heures sur la résistance à la corrosion.

Tableau V.1 : Résultats des essais électrochimiques de l'acier duplex 2205 vieillis dans une solution d'acide H₂SO₄.

Caractéristiques Vieillessement	$E_{corr}(mV/ECS)$	$i_{corr}(\mu A/cm^2)$	$R_p(K\Omega.cm^2)$	$V_{corr}(mm/an)$
10 h à 320°C	-325.6	0.049	1.14	0.575
10h à 350°C	-378.4	0.641	0.386	7.496
10h à 475°C	-379.2	0.850	0.386	9.943

La courbe de polarisation correspondante à l'attaque de la solution d'acide sulfurique H₂SO₄ de l'acier duplex 2205 vieilli est présentée dans **la figure V.25**.



FigureV.24 : Courbes de polarisation $i = f(E)$ de MB vieillis à 320°C dans H₂SO₄.

D'après les résultats trouvés, nous observons l'influence de la température de vieillissement sur l'évolution des courbes de polarisation obtenues, l'augmentation de la température de vieillissement provoque :

- Un déplacement de l'allure des courbes vers la gauche.
- Une diminution des résistances de polarisation.
- Une croissance des vitesses de corrosion.
- Diminution des potentiels de corrosion.

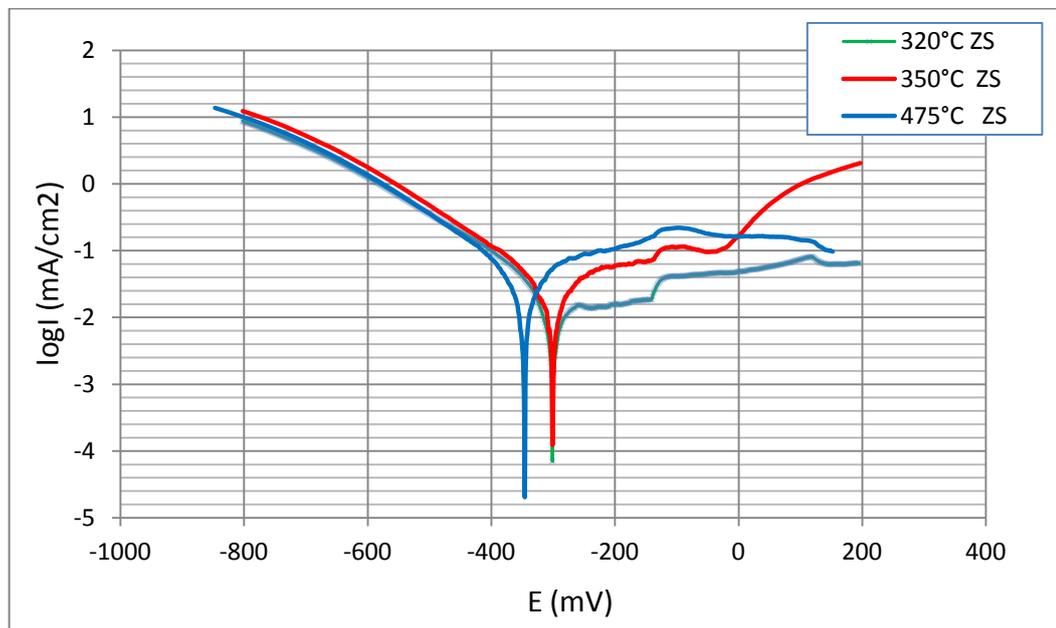
Dans le métal de base, le vieillissement aux températures 350 et 475 donne les mêmes résultats car les valeurs du potentiel et de la vitesse de corrosion sont pratiquement les mêmes. Par contre à la température 320°C la résistance à la corrosion est meilleure car le potentiel de corrosion est plus élevé et la vitesse de corrosion plus faible (**figure V.25**).

V.6.2. Courbe de polarisation de La zone soudée vieillie

Les résultats des essais de corrosion, dans une solution d'acide sulfurique, de la zone soudée en acier duplex vieillie pendant 10 heures aux températures 320, 350 et 475°C sont présentés dans le **tableau V.2**.

Tableau V.2 : Résultats des essais électrochimiques de la zone soudée vieillie à 320°C, 350°C et 475°C dans la solution d'acide H₂SO₄.

Température de vieillissement (°C)	E_{corr} (mV/ECS)	i_{corr} (μ A/cm ²)	R_p (K Ω .cm ²)	V_{corr} (μ m/an)
320°C	-300.6	0.0274	1.66	320.5
350°C	-299.6	0.0293	1.15	342.3
475°C	-346.9	0.0420	0.831	628.5



FigureV.25 : Courbes de polarisation $i = f(E)$ de la zone soudée vieillie à 320°C, 350°C et 475°C dans une solution d'acide H₂SO₄.

D'après ces résultats, nous constatons que le potentiel de corrosion est plus faible et que la vitesse de corrosion plus élevée après un vieillissement à 475°C.

•**Interprétation**

La résistance à la corrosion par l'acide sulfurique décroît après un vieillissement à des températures proches de 475 °C. En effet, lorsque la température de vieillissement passe de 300 à 475, le potentiel de corrosion décroît et la vitesse de corrosion augmente.

En comparant les résultats du comportement du métal de base et de la zone soudée, la résistance à la corrosion de cette dernière est plus faible.

Les raisons de ce comportement peuvent être liées aux effets des conditions de vieillissement sur la couche passive d'oxyde de chrome. La structure de l'acier étant protégée. Donc, a première vue, il n'y a pas d'effet direct entre la précipitation de la phase α' ou la diminution du taux de ferrite sur la résistance à la corrosion. L'attaque de l'acide sulfurique concerne surtout le film passif.

Cette attaque doit être du type généralisée (très fréquente par les acides). La corrosion par piqûre ne peut se réaliser en l'absence d'ions chlorures.

Le but de ce travail est l'étude des effets du vieillissement thermique de la ferrite, par un chauffage des soudures en acier duplex de nuance UNS S 31803 aux températures de 475 ,350°C et de 320 °C, sur la résistance à la corrosion.

La résistance à la corrosion des soudures en acier duplex dépend fortement de des conditions du vieillissement thermique (température et durée).

Aux températures situées entre 300 et 475°C, une dégradation importante par fragilisation a été constatée dans les structures soudées. L'origine de cette fragilisation est la précipitation de la phase alpha-prime dans la ferrite.

Les travaux effectués ont permis d'obtenir les résultats suivants :

1. L'essai de micro-dureté montre la précipitation de la phase α' , cette dernière est responsable du durcissement de la ferrite.
2. Le taux de ferrite a subi une diminution dans le métal de base (MB) et la zone fondue (ZF), cela peut être attribué à la précipitation de l'austénite de réversion γ_2 .
3. Au cours du maintien aux températures 350 et 475 °C, une fragilisation importante de la soudure, traduite par la chute de sa résilience, se produit. Ce résultat limite l'utilisation des soudures en aciers duplex à 300 °C.
4. le vieillissement a un effet accélérateur de la corrosion. Une augmentation de la température de vieillissement tend à accroître les vitesses de diffusion des différentes espèces chimiques dans les films passifs.

Nous souhaitons que ce travail soit approfondi et complété par d'autres techniques d'investigation dans les domaines suivants :

- Caractérisation quantitative de la phase alpha-prime.
- Analyse quantitative des phases ferrite et austénite.
- Caractérisation électrochimique : essais potentiodynamique cycliques et méthodes d'impédances.

Nous recommandons, d'autre part, de réaliser l'étude sur d'autres nuances des aciers inoxydables (austénitiques, austéno-ferritiques et ferritiques) pour pouvoir faire des comparaisons et optimiser le choix du matériau adéquat.

[1] : FRANCESCO IACOVIELLO

Fragilisation par l'hydrogène de l'acier inoxydable austeno - ferritique Z2CND22 05 - rôle de la microstructure. Thèse de doctorat. Ecole centrale paris, 1997.

[2] : P.A.MAURY R.MOLINS

Definition of a New Metallic Alloy for the Realization of Secondary Reference Mass Standards. Thèse de doctorat, grosset centre des Matériaux Ecole des mines Paris 2007.

[3] : H.DELEIRIS

Métaux et alliages, Tome II. Edition MASSON Paris 1971.

[4] : MADI YUCEF

Etude de l'évolution de l'oxydation en fonction de la température des aciers inoxydables ferritiques. Mémoire de magister, Ecole Nationale Polytechnique, 2003.

[5]: HACINI AMINA

Effets de précipitation des carbures de chrome et la phase sigma sur le comportement mécanique et la résistance a la corrosion des joints soudés en acier inoxydable duplex S₃₂₅₅₀ (25% Cr), mémoire de magister, Ecole Nationale Polytechnique, 2007.

[6]: R.N. GUNN. Duplex Stainless Steels.

[7]: A.H. AMROUCHE, M.BISKRI

Influence du traitement thermique à 700°C sur la microstructure d'un joint soudé en acier inoxydable 316L, mémoire de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, 2011.

[8] : F.DELATTRE

Le soudage des aciers inoxydables, édition DUNOD, paris 1965.

[9] : DELILECHE HADJAR

Le vieillissement de la ferrite dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205, mémoire de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, 2009.

[10] : NACER MOUNIR

Effets des traitements de vieillissement et de chocs thermiques sur la microstructure de la soudure en acier inoxydable duplex 2205, mémoire de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, 2011.

[11] : BOUCHAIR FARES

Cinétique de précipitation de la phase sigma dans les aciers inoxydables duplex, mémoire de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, 2008.

[12] : STEPHANE NOVY

Mécanismes de vieillissement à très longue échéance des aciers inoxydables austéno-ferritiques, thèse de doctorat, université de rouen, 2009.

[13] : BERTRAND. CHASSIGNOLE

Influence de la structure métallurgique des soudures en aciers inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrason, thèse de doctorat, Lyon, 2000.

[14] : BOUGHANEM SASSA

Etude de la soudabilité de l'acier inoxydable duplex 2205 en condition de fatigue thermique, projet de fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, 2008.

[15] : V. CALONNE

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

[16] : AHMED EL BARTALI

Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micro-mécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex, thèse de doctorat, L'école centrale de Lille, 2007.

[17] : BADJI RIAD

Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205, thèse de doctorat, L'Université Paris 13 et L'école Nationale polytechnique (Alger), 2008.

[18] : RIM DAKHLAOUI

Analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons x et neutronique, thèse de doctorat, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Paris, 2006.

[19] : VERONIQUE AUBIN

Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non-proportionnel, thèse de doctorat, L'école centrale de Lille et l'université des sciences et technologies de Lille, 2001.

[20] : ARCELORMITTAL, Stainless Europe, Paris

L'acier inoxydable et la corrosion, 2010.

[21] : M. BALLAY, J. BENARD, G. CHAUDRON, J. DUFLOT, P. LACOMBE, A. PORTEVIN

Introduction à l'étude de La corrosion Métallique dans les Industries Pétrolières et Chimiques, SEDES PARIS, 1952, page 11.

[22] : PIERRE-JEAN CUNAT

Aciers inoxydables - Propriétés. Résistance à la corrosion, techniques de l'ingénieur, m4541, 10/06/2000.