

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

THÈSE
en cotutelle entre

L'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger

et

l'Université Paris 13

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR en Métallurgie

par

Riad BADJI

Thème

Influence des traitements thermiques à haute température sur
l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures
d'acier inoxydable duplex 2205

Devant le jury composé de :

| | | |
|----------------|---|-----------------------|
| E. Salhi | Professeur, ENP Alger | Président |
| M. Bouabdallah | Professeur, ENP Alger | Directeur de thèse |
| B. Bacroix | Directeur de Recherche CNRS, Université Paris 13. | Codirectrice de thèse |
| F. Montheillet | Directeur de Recherche CNRS, Ecole des mines de Saint Étienne | Examineur |
| Z. Boumerzoug | Professeur, Université de Biskra | Examineur |
| M. Djeghlal | Maître de conférences, ENP Alger | Examineur |
| C. Kahloun | Maître de conférences, Université Paris 13 | Examineur |

REMERCIEMENTS

Pendant la réalisation de ma thèse j'ai bénéficié de nombreux et divers appuis pour mener à bien ce travail.

Mes premiers remerciements vont à Mabrouk Bouabdallah, Professeur à l'Ecole Polytechnique d'Alger qui a dirigé mon travail en m'accordant toute sa confiance. Sa gentillesse, sa rigueur scientifique ainsi que ses connaissances dans le domaine des transformations de phase ont été d'une grande importance dans la réussite de cette thèse. Plus qu'un Directeur de thèse je tiens à lui exprimer mon entière gratitude.

Ce travail n'aurait pu connaître sa fin sans l'aide de Brigitte Bacroix, Directrice de Recherche CNRS, Université Paris 13, qui a su avec son expérience orienter ce travail dans les bonnes directions et me proposer des solutions aux différents problèmes que j'ai rencontrés. Je tiens à la remercier pour l'accueil chaleureux qu'elle m'a réservé dans son équipe et pour l'indéfectible soutien qu'elle m'a apporté tout au long de ce travail. Je la remercie également pour sa disponibilité et pour les précieux conseils qu'elle n'a cessés de me prodiguer aux moments où ils m'ont été nécessaires. Je considère comme un privilège d'avoir pu effectuer une grande partie de ma thèse sous son égide.

Je tiens à remercier Patrick Franciosi, Directeur de recherche CNRS et Directeur du LPMTM, de m'avoir facilité l'accès du laboratoire et d'avoir mis à ma disposition tous les équipements scientifiques nécessaires à la réalisation de ce travail.

Mes vifs remerciements vont aussi à Charlie Kahloun, Maître de Conférences à l'Université Paris 13, pour ses nombreux conseils et ses encouragements le long de mon parcours. Je le remercie aussi d'avoir accepté de faire partie du jury

Je remercie tout particulièrement Messieurs Frank Montheillet, Directeur de Recherche CNRS, Ecole des Mines de St-Etienne et Zakaria Boumerzoug, Professeur à l'Université de Biskra, qui ont accepté la lourde tâche d'être les rapporteurs de cette thèse.

Je voudrais remercier S. Salhi professeur à l'Ecole Polytechnique d'Alger qui a accepté de présider le jury de cette thèse et M. A. Djeghlal chef de Département Métallurgie qui a accepté de faire partie du jury.

Je tiens évidemment à remercier Fabienne Gregori pour ses encouragements, sa sympathie, sa bonne humeur et ses nombreux conseils.

Si la thèse demeure une expérience très personnelle, les résultats présentés dans ce manuscrit sont les fruits du travail d'un ensemble de personnes. Ainsi, les observations au microscope électronique en transmission ont été patiemment réalisées par Vincent Richard. La diffraction des rayons X et les mesures de textures par Thierry Chauveau. C'est grâce à l'aide de Remi Chiron que j'ai pu acquérir les connaissances de microscopie électronique et d'EBSD nécessaires à ce travail et grâce à la patience de Monique Morel que ce document contient des résultats d'analyse EBSD. Je profite de cette occasion pour leur exprimer l'expression de ma parfaite reconnaissance et ma profonde gratitude.

Je n'oublie pas d'exprimer mes vifs remerciements à mes collègues chercheurs du laboratoire de mécanique et métallurgie du centre de recherche en soudage d'Alger qui ont également contribué à mon parcours de recherche. Je remercie tout particulièrement Tawfiq Fahssi pour ses encouragements et les nombreuses corrections qu'il a apportées dans ce mémoire.

Merci enfin à tous ceux que je n'aurais pas cités, de m'avoir aidé et encouragé à finaliser ce travail.

ملخص :

في هذا العمل قمنا بدراسة التطور البنيوي و النسيج البلوري للفولاذ اللامتأكسد الملتحم 2205 بعد عملية المعالجة الحرارية . بعد التلحيم لاحظنا اختلالا كبيرا في التوازن γ / δ نتج عن التأثير الحراري لعملية التلحيم . المعالجة الحرارية في المجال 800-1000 درجة أدت إلى ترسب البنية σ و الكريبيدات $M_{23}C_6$ عند حواشي الحبيبات γ / δ و التي تعتبر الأماكن المفضلة لهذا الترسيب . المعالجة الحرارية عند الدرجة 1050 لمدة ساعة سمح لنا بإعادة التوازن γ / δ و الحصول على الخصائص الميكانيكية المثلى للفولاذ . رفع درجة المعالجة الحرارية من 1050 إلى 1250 درجة أدى إلى ارتفاع نسبة الفريت في الفولاذ و أثر سلبا على خصائصه الميكانيكية ، هذا العامل له أيضا تأثير على ظاهرة الترسيب حيث آخر تشكل البنية σ و سهل تشكل الاستنيت الثانوي γ_2 . تشبيه حركية الترسيب باستعمال نموذج **J.M.A** المعدل بين أن هناك توافقا جيدا بين النتائج التجريبية و هذا النموذج . دراسة النسيج البلوري باستعمال تقنية الـ **EBS** سمح لنا بإيجاد علاقة توجه بين الاستنيت و الفريت في المعدن الذائب في شكل دوران بـ 44.2 درجة حول محور $\langle 0.16, 0.16, 0.97 \rangle$. خلال هذه الدراسة لاحظنا أيضا أن النسيج البلوري للمعدن القاعدي لم يتغير خلال عمليات التلحيم و المعالجة الحرارية .

الكلمات المفتاحية: للفولاذ اللامتأكسد 2205 ، التلحيم ، المعالجة الحرارية ، النسيج البلوري

RESUME

Ce travail traite de l'évolution de la texture et de la microstructure dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205 traitées thermiquement. L'analyse microstructurale a montré que la ZAT est caractérisée par une forte teneur en ferrite alors que le centre du métal fondu contient plus d'austénite. Les traitements thermiques effectués dans le domaine 800-1000°C ont causé la précipitation de la phase σ et des carbures de chrome $M_{23}C_6$ aux interfaces γ / δ qui sont les sites privilégiés de germination. Au-delà de 1050°C la fraction volumique de la ferrite augmente avec la température. Les propriétés mécaniques optimales du joint soudé sont obtenues suite à un traitement d'hypertrempe à 1050 °C pendant 1h. Le passage de la température d'hypertrempe de 1050 à 1250 °C retarde la précipitation de la phase σ et favorise celle de l'austénite secondaire γ_2 . L'étude de la cinétique de précipitation de la phase σ dans les différentes zones de la soudure montre que celle-ci suit le modèle modifié de JMA. Les résultats obtenus montrent une dépendance significative de la précipitation de la phase σ par rapport à la température d'hypertrempe. L'analyse par EBSD de la texture cristallographique du métal fondu a permis de déterminer la relation d'orientation exacte entre l'austénite et la ferrite comme étant une rotation de 44.2° autour d'un axe $\langle 0.16, 0.16, 0.97 \rangle$. La texture du métal de base reste quasiment stable suite à l'opération de soudage et aux traitements thermiques effectués au moment où une petite dispersion vient perturber légèrement la relation d'orientation dans le métal fondu.

Mots clés : Acier inoxydable duplex 2205, soudage, traitement thermique, texture cristallographique, cinétique de précipitation

ABSTRACT

This work deals with the study of the texture and microstructure evolution during welding and subsequent annealing treatment of 2205 duplex stainless steel. Microstructural examination showed the presence of higher ferrite amount in the heat affected zone (HAZ), while higher amount of austenite was recorded in the centre region of the weld metal. Annealing treatment at temperature range of 800-1000°C resulted in a precipitation of σ phase and $M_{23}C_6$ chromium carbides at the γ/δ interfaces that were found as preferential precipitation sites. Above 1050 °C, the volume fraction of δ ferrite increases with annealing temperature. Optimal mechanical properties and accepted γ/δ ratio throughout the weld regions corresponds to annealing at 1050 °C. Aging at 850 °C after solution treatment showed that increasing the solution treatment temperature from 1050 to 1250°C delays the σ phase formation and favours the precipitation of intragranular secondary austenite γ_2 . The simulation of the σ phase precipitation kinetic in the base metal, HAZ and weld metal indicates a good agreement between the experimental fitted data and the modified J.M.A model. The results indicate also a marked sensitivity of the σ phase precipitation kinetic to the solution treatment temperature. Texture analysis using EBSD technique led to determine the exact orientation relationship between austenite and ferrite in the weld metal as a 44.2 rotation around $\langle 0.16, 0.16, 0.97 \rangle$ axis. While no major change was observed in the HAZ and base metal texture, some scatter of the orientation relationship determined in the base metal was registered after annealing at 1250°C because of the grain morphological change.

Key words: 2205 duplex stainless steel, welding, heat treatment, precipitation kinetic, crystallographic texture.

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE | I |
| CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE | 1 |
| I.1. LES ACIERS INOXYDABLES | 2 |
| I.1.1. Introduction et historique..... | 2 |
| I.1.2. Système Fe-Cr-Ni et Fe-Cr..... | 2 |
| I.1.3. Les principales familles d'aciers inoxydables..... | 4 |
| I.2. LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX | 5 |
| I.2.1. Partage des éléments d'alliage..... | 7 |
| I.2.2. Evolution structurale..... | 9 |
| I.2.3. Transformation structurales au dessus de 1050°C..... | 10 |
| I.2.4. Décomposition de la ferrite entre 600 et 1000 °C | 11 |
| I.2.4.1. Phase σ | 12 |
| I.2.4.2. Carbures de chrome | 13 |
| I.2.4.3. Austénite secondaire..... | 14 |
| I.2.5. Transformation aux températures inférieures à 600 °C. | 14 |
| I.3. RAPPEL S SUR LA CINETIQUE DE TRANSFORMATION DE PHASE A L'ETAT SOLIDE | 15 |
| I.3.1. Introduction..... | 15 |
| I.3.2. Transformations de phase à l'état solide..... | 16 |
| I.3.3. Théorie de Kolmogorov Johnson-Mehl-Avrami (KJMA)..... | 16 |
| I.3.4. Cinétique de croissance des précipités | 17 |
| I.3.5. Modification des équations de KJMA..... | 20 |
| I.3.6. Phénomène d'empiètement et modification des équations de KJMA..... | 21 |
| I.3.7. Détermination des paramètres de la transformation | 22 |
| I.4. METALLURGIE DU SOUDAGE DES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX. | 22 |
| I.4.1. Concepts de base sur la solidification | 22 |
| I.4.2. Solidification et formation de l'austénite | 25 |
| I.4.3. Anisotropie de la croissance cristalline lors de la solidification..... | 26 |
| I.4.4. Transformations en ZAT..... | 27 |
| I.4.5. Reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier 2205 | 29 |
| I.5. DEVELOPPEMENT DE TEXTURES DANS LES ACIERS INOXYDABLES | 29 |
| I.5.1. Introduction..... | 29 |
| I.5.2. Microtexture et macrotexture..... | 30 |
| I.5.3. Indices de Miller | 31 |
| I.5.4. Quelques types de textures. | 32 |
| I.5.4.1. Texture de solidification | 32 |
| I.5.4.2. Texture de déformation..... | 32 |
| I.5.4.3. Développement de texture lors des traitements de recuit | 33 |
| I.5.4.4. Développement de texture dans les aciers inoxydables | 34 |
| I.5.4.5. Texture et relation d'orientation cristallographiques | 36 |

| | |
|---|-----------|
| I.5.5. Textures des joints de grains..... | 37 |
| I.5.5.1. Définition du réseau du site de coïncidence..... | 38 |
| I.5.5.2. Indice de coïncidence Σ | 38 |
| PARTIE II..... | |
| MATÉRIAUX ET PROCEDURES EXPÉRIMENTALES..... | 42 |
| II.1. INTRODUCTION..... | 42 |
| II.2. MATÉRIAUX UTILISÉS..... | 42 |
| II.3. PREPARATION DES EPROUVETTES POUR L'OPERATION DE SOUDAGE..... | 43 |
| II.3.1. Conditions du mode opératoire..... | 43 |
| II.3.1.1. Préchauffage | 43 |
| II.3.1.2. Température d'interpasse | 44 |
| II.3.1.3. Energie de soudage | 44 |
| II.3.1.4. Protection envers | 44 |
| II.3.2. Procédés de soudage utilisés | 45 |
| II.3.2.1. Le procédé TIG | 45 |
| II.3.2.2. Le soudage à l'électrode enrobée | 47 |
| II.4. PRELEVEMENT ET PREPARATION DES ECHANTILLONS | 48 |
| II.4.1. Traitements thermiques | 49 |
| II.4.2. Préparation des échantillons pour les observations microscopiques | 50 |
| II.4.3. Observation au microscope optique et estimation des proportions des phases par métallographie quantitative..... | 51 |
| II.4.4. Observation au microscope électronique à balayage et analyse de la composition chimique par EDS..... | 52 |
| II.4.5. Observation en microscopie électronique en transmission..... | 53 |
| II.4.5. Observation en microscopie électronique en transmission..... | 53 |
| II.4.5.1. Préparation des échantillons pour les observations a MET | 53 |
| II.5. ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X | 54 |
| II.6. ANALYSE DE LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE PAR EBSD..... | 56 |
| II.6.1. Principe de formation des diagrammes de kikuchi..... | 56 |
| II.6.2. Préparation des échantillons pour l'analyse EBSD | 57 |
| II.7. CARACTERISATION MECANIQUE | 57 |
| II.7.1. Essai de traction..... | 58 |
| II.7.2. Essai de résilience charpy..... | 58 |
| PARTIE III..... | |
| RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION | 60 |
| III.1. COMPORTEMENT MÉTALLURGIQUE DES MICROSTRUCTURES DANS LE CORDON DE SOUDURE | 61 |
| III.1. 1. Introduction..... | 61 |
| III.1. 2. Aspect macrographique | 61 |
| III.1. 3. Solidification et formation de l'austénite dans la zone fondue | 62 |
| III.1.3.1. Soudure en une passe | 63 |
| III.1.3.2. Soudure en trois passes | 65 |
| III.1.3.3. Répartition des éléments d'alliages | 66 |
| III.1. 4. Zone affectée thermiquement..... | 68 |

| | |
|--|--------------|
| III.1. 5. Estimation du taux de ferrite au niveau du cordon de soudure..... | 71 |
| III.2. TRAITEMENT THERMIQUES DES SOUDURES..... | 72 |
| III.2. 1. Domaine de precipitation (800-1000 °C)..... | 73 |
| III.2. 2. Domaine d'homogénéisation et de transformation $\gamma \leftrightarrow \delta$ (1050-1250 °C)..... | 75 |
| III.2. 3. Analyse par diffraction des rayons X..... | 78 |
| III.2. 4. Influence des traitements d'hypertrempe sur la composition chimique..... | 80 |
| III.3. ETUDE DES PROPRIETES MECANIQUES | 82 |
| III.4. ETUDE DES FACIES DE RUPTURE PAR MEB | 84 |
| III.4. 1. La rupture ductile..... | 84 |
| III.4. 2. La rupture fragile | 84 |
| III.5. ETUDE DE LA PRECIPITATION DE LA PHASE σ ET DES CARBURES DE CHROMES..... | 86 |
| III.5. 1. Evolution microstructurale de la ferrite lors des traitements de vieillissement..... | 87 |
| III.5. 2. Mécanismes et stades de la transformation..... | 89 |
| III.5. 3. Influence de la température d'hypertrempe sur la transformation de la ferrite δ ... | 92 |
| III.6. CINETIQUE DE DÉCOMPOSITION DE LA FERRITE δ..... | 95 |
| III.6. 1. Application du modèle classique de KJMA à la précipitation de la phase σ | 96 |
| III.6. 2. Application du modèle modifié de KJMA à la précipitation de la phase σ | 97 |
| III.7. ETUDE DE LA TEXTURE ET DES RELATIONS D'ORIENTATION..... | 100 |
| III.7. 1. Introduction..... | 100 |
| III.7. 2. Analyse de la texture dans le cordon de soudure..... | 100 |
| III.7.2.1. Métal de base | 100 |
| III.7.2.2. Analyse de la texture de la ZAT | 111 |
| III.7. 3. Influence des traitements sur la texture du métal de base et de la ZAT..... | 114 |
| III.7. 4. Etude des désorientation dans le métal de base et la ZAT..... | 121 |
| III.7. 5. Evolution de la texture dans la zone fondue | 126 |
| III.7.5.1. Determination de la relation d'orientation au moyen de l'analyse par EBSD | 128 |
| III.7.5.2. Analyse de la relation d'orientation entre l'austénite et la ferrite | 129 |
| III.7. 6. Etude de la texture des joints de grains | 136 |
| CONCLUSION GENERALE | 145 |
| BIBLIOGRAPHIE | 148 |
| ANNEXES..... | |

Introduction générale

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques dits « duplex » sont des aciers biphasés constitués d'environ 50% d'austénite γ et 50% de ferrite δ . Leur utilisation est actuellement largement répandue en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leur grande résistance à la corrosion. Leur composition a progressivement évolué, en particulier vers une plus forte teneur en azote qui offre à l'acier plus de stabilité et de résistance à la corrosion par piqûre. Ils sont aujourd'hui utilisés dans de nombreux domaines réunissant à la fois de sévères conditions d'environnement et des sollicitations mécaniques élevées (industries offshore, navale, chimique, pétrochimique, du papier... etc).

Du fait qu'une grande partie de leurs applications utilise le soudage comme procédé de fabrication ou de maintenance, la compréhension de la métallurgie du soudage de ces aciers joue un rôle primordial dans leur mise en œuvre. Différents procédés de soudage sont appliqués aux constructions réalisées en aciers inoxydables duplex, parmi ces procédés le soudage à l'arc électrique est largement utilisé dans le domaine pétrochimique. Lors du soudage par fusion, les bords du métal de base adjacents à la ligne de fusion sont soumis à une succession de cycles thermiques qui entraînent la création d'une zone affectée par la chaleur (ZAT) où plusieurs transformations microstructurales se produisent affectant la microstructure initiale de l'acier. L'équilibre de phase dans cette zone dépend principalement de la température maximale atteinte lors des cycles thermiques de soudage et de la vitesse de refroidissement depuis cette température. Ce nouvel état de microstructure influe sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion de l'acier ; l'obtention d'une part, de forte teneur en ferrite fragilise la ZAT et diminue sa tenue mécanique, et d'autre part la reformation de proportions élevées d'austénite lors du refroidissement induit une forte sensibilité à la corrosion sous contrainte.

La microstructure du métal fondu dépend du mode de solidification et des transformations de phase se produisant à l'état solide. Ces dernières sont dépendantes principalement de la composition chimique du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement. Dans le cas des soudures de fortes épaisseurs, la microstructure de solidification ne possède pas le même ratio de phase que celui du métal de base du fait que la

vitesse de refroidissement varie selon qu'on est au centre du bain de fusion ou dans les régions voisines des bords du métal de base.

Contrairement aux microstructures de solidification obtenues par coulée de l'acier où des opérations de formage à chaud suivies par des traitements thermiques d'homogénéisation sont souvent introduites pour offrir à l'acier les propriétés voulues, les soudures d'acier inoxydable duplex sont utilisées à leur état brut de soudage. Étant privées des phénomènes de recristallisation et d'homogénéisation, ces soudures doivent avoir à leur utilisation des propriétés mécaniques, structurales et de résistance à la corrosion les plus proches possible de celles du métal de base.

Lors de la solidification de ces soudures, des grains colonnaires peuvent se former selon des directions cristallographiques spécifiques entraînant le développement d'une texture de solidification caractérisée par des relations d'orientation entre les phases de l'acier. L'orientation cristallographique des grains d'une structure soudée est l'un des paramètres les plus importants qui influe sur ses propriétés mécaniques. Comme la microstructure du joint change de manière significative suite à l'opération de soudage, l'étude des liens entre les textures et les microstructures des joints soudés a une importance majeure dans l'optimisation de leurs propriétés.

Ces études de texture sont souvent complétées par l'étude de la structure des joints de grains afin d'assurer la solidité et la fiabilité des soudures. Dans la pratique, des problèmes tels que la fragilisation intergranulaire, les ségrégations, la corrosion intergranulaire et la vitesse de migration des joints de grains sont liées aux caractéristiques des joints de grains. Dans le métal fondu, ces caractéristiques jouent un rôle primordial dans le contrôle de son comportement en fatigue, en fluage et de sa résistance à la corrosion.

A l'échelle macroscopique, la texture d'un matériau polycristallin est mesurée conventionnellement par la diffraction des rayons X ou celle des neutrons. Malgré leur large contribution dans l'étude et la compréhension des textures de diverses classes de matériaux, les informations fournies par cette technique restent globales. Avec le développement récent de la technique d'EBSD « diffraction des électrons rétrodiffusés », la détermination des microstructures de solidification combinée aux orientations individuelles des grains devient possible et l'étude des textures de solidification devient plus affinée et leur compréhension plus aisée. Toutes ces implications mènent les recherches classiques de « *métallurgie de soudage* » vers un nouvel axe de recherche que l'on peut appeler « *détermination de microtexture en métallurgie de soudage* ».

L'objectif de cette thèse est d'étudier l'évolution de la microstructure et de la texture dans les soudures de l'acier inoxydable duplex 2205 et de mettre en évidence l'effet des traitements thermiques sur ces deux caractéristiques. Nous avons, pour cela, divisé ce travail en trois parties.

La première partie est consacrée à l'étude bibliographique dans laquelle on présente les aciers inoxydables duplex, leur évolution structurale et les différents phénomènes de précipitation rencontrés et on fait un bref rappel sur la théorie de germination en phase solide dans les matériaux polycristallins ; on présente ensuite les aspects liés à la métallurgie de soudage de ces aciers, leur mode de solidification et les diverses transformations de phase qui se produisent à l'état solide. On termine cette partie par une étude des différents types de textures développées dans ces aciers.

Dans la seconde partie nous présentons les techniques d'observation et d'analyse que nous avons choisies pour notre étude. Le matériau étudié est présenté, avec sa composition chimique et ses caractéristiques mécaniques. Une brève description du principe de chaque technique est donnée.

La troisième partie consacrée aux résultats expérimentaux rassemble les études relatives à :

- La microstructure obtenue après soudage et différents traitements d'hypertrempe : à l'issue de cette étude l'équilibre γ/δ et son influence sur les propriétés mécaniques sont évalués et une température de traitement thermique donnant des propriétés mécaniques optimales est déduite.
- La cinétique de précipitation à haute température : les paramètres de cinétique de transformation de la ferrite δ sont évalués et commentés à la lumière de la bibliographie consultée.
- L'évolution de la texture dans les différentes parties de la soudure et son évolution en fonction des traitements thermiques appliqués.

Enfin une conclusion générale termine cette étude.

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1. Les aciers inoxydables

I.1.1. Introduction et historique

Les aciers inoxydables constituent un groupe d'aciers fortement alliés basés sur les systèmes Fe-Cr, Fe-Cr-C et Fe-Cr-Ni. Leur caractéristique d'inoxidabilité est assurée par la teneur en chrome qu'ils doivent contenir et qui est généralement supérieure à 10.5%. Cette teneur en chrome permet la formation d'une couche passive protectrice contre la corrosion. C'est en 1821 que Berthier introduisit cet élément dans les aciers destinés à l'industrie de coutellerie. Par la suite, il constata que le fer allié au chrome devenait plus résistant aux acides et cette résistance augmentait avec la concentration en chrome. A la fin du 19^{ème} siècle, Brustlein et Boussingault ont, chacun de leur côté, mis en évidence le rôle du chrome sur la résistance à l'oxydation des alliages ferreux [1-3]. Ce n'est qu'au début du 20^{ème} siècle que Goldschmidt développa les premières nuances d'aciers inoxydables à bas carbone [4]. Les grandes familles d'aciers inoxydables se développent progressivement. Dès 1909, les principales nuances de base d'aciers martensitique, ferritique et austénitique connues actuellement sont élaborées. Il faudra attendre 1931 pour voir apparaître les premières nuances d'aciers austéno-ferritiques. Ceux-ci ont été découverts par erreur par Hochmann lors d'essais de corrosion intergranulaire sur des éprouvettes censées être en acier inoxydable austénitique 18-8 [3, 4]. Il remarqua que certaines de ces éprouvettes résistaient mieux que d'autres à la corrosion intergranulaire. De plus, ces éprouvettes étaient magnétiques et avaient révélé une teneur en chrome élevée et une structure métallurgique différente de la structure purement austénitique. Ce constat constitua le point de départ du développement des différentes nuances d'aciers inoxydables austéno-ferritiques.

I.1.2 Système Fe-Cr et Fe-Cr-Ni

Le diagramme de phase présenté dans la figure I.1 constitue l'outil de base dans l'étude et la description de l'équilibre de phases dans les aciers inoxydables. La solubilité du chrome dans le fer à haute température est complète et la totalité des alliages Fe-Cr se solidifient en mode ferritique. A de faibles teneurs en chrome, il existe une boucle d'austénite γ dans le domaine de température 912-1394. Cette boucle sépare le diagramme en deux zones principales :

- en dessous de 11% de Cr, les alliages subissent une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ au chauffage et l'inverse au refroidissement ; ils se comportent donc comme le fer ou l'acier doux,

- au dessus de 12.7 % de Cr, il n'y a plus de transformation de phases et les alliages restent totalement ferritiques.
- Entre 11 et 13 % de chrome, les deux phases α et γ coexistent en équilibre.

Ainsi, selon la composition par rapport à la boucle γ , les aciers au chrome peuvent avoir des structures différentes : ferritique, martensitique ou semi martensitique.

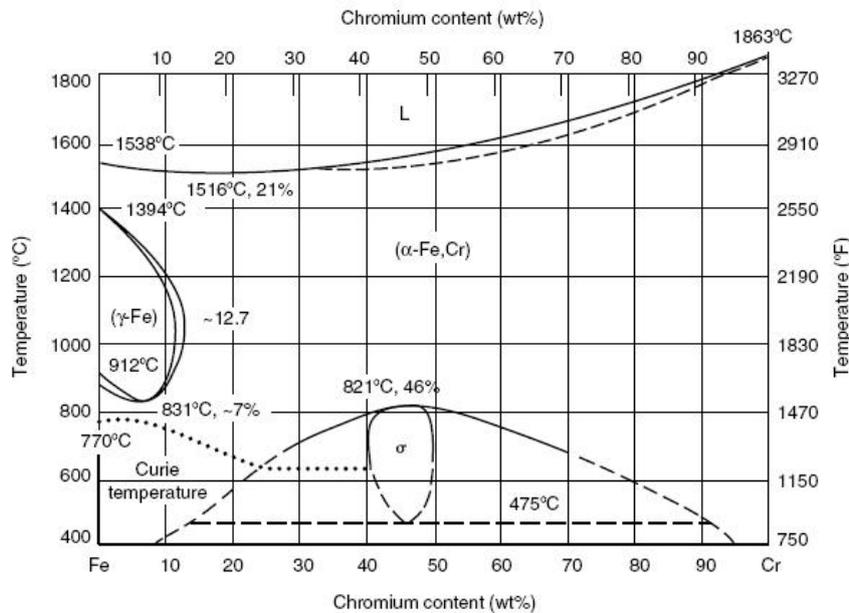


Figure I.1 Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr. [5]

Le diagramme ci-dessus montre aussi la présence d'une autre phase appelée σ , qui se forme en général dans les alliages ayant des teneurs en Cr supérieures à 20 %. Nous reviendrons en détail plus tard sur la structure et les mécanismes de formation de cette phase. Sur ce même diagramme, on montre aussi par une ligne horizontale tracée à la limite inférieure du domaine ($\alpha + \sigma$) la présence d'un phénomène métallurgique important connu sous l'appellation « *fragilisation à 475 °C* ». Ce phénomène est caractérisé par la formation d'un précipité très riche en chrome appelé phase α' , dans la matrice ferritique, et dont l'effet fragilisant devient de plus en plus important lorsque la teneur en Cr passe au-delà de 14% [6].

L'addition du nickel au système Fe-Cr élargit le domaine d'existence de la phase austénitique γ et augmente sa stabilité à la température ambiante. Le système Fe-Cr-Ni constitue la base de l'étude des aciers inoxydables austénitiques et austénoferritiques. Les deux types de projection (liquidus et solidus) présentés à la figure I.2 sont en général utilisés pour décrire la solidification des alliages basés sur ce système en observant les surfaces des solidus et liquidus qui définissent respectivement le début et la fin de la solidification.

Dans la zone du liquidus (figure I.2.a) existe une courbe (trait foncé) qui part des fortes teneurs en fer jusqu'à l'axe Cr-Ni. Cette courbe sépare les alliages qui se solidifient en mode ferritique de ceux qui se solidifient en mode austénitique. A environ 48 %Cr-44 % Ni- 8 % Fe existe un point eutectique ternaire.

Dans la figure I.2.b, la zone de solidus présente deux courbes partant des fortes teneurs en fer (sommets gauche du triangle de la figure I.2.b) jusqu'à l'axe Cr-Ni. La zone comprise entre ces courbes correspond à la coexistence des deux phases α et γ avec le liquide juste au dessus du solidus.

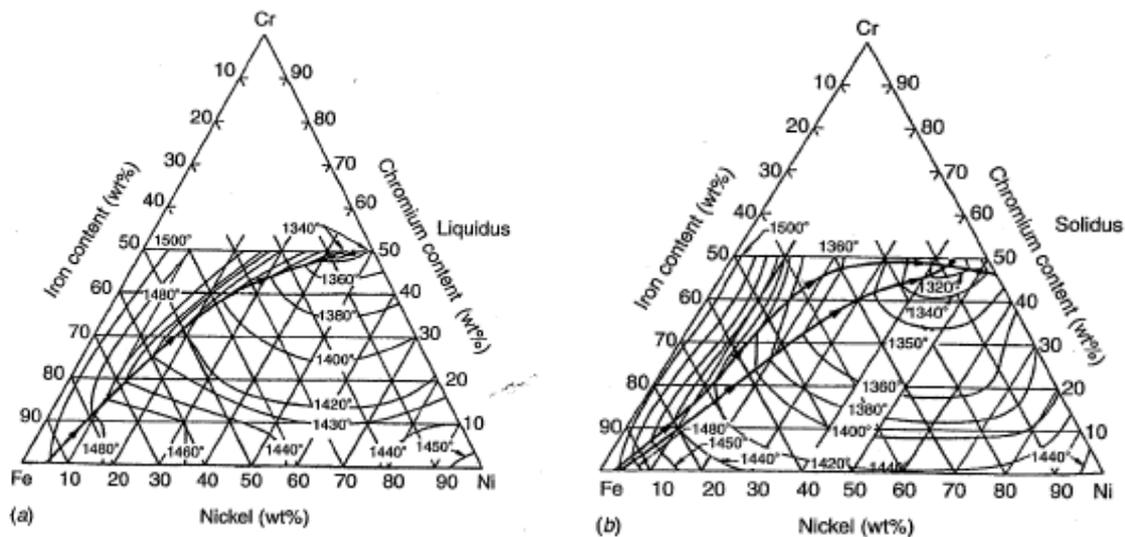


Figure I.2. Projections liquidus (a) et solidus (b) du système ternaire Fe-Cr-Ni [7]

I.1.3. Les principales familles d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent être classés de diverses manières selon les critères de classification considérés (la composition chimique, les méthodes d'élaboration, la structure du demi-produit final avant utilisation). La classification qui est de loin la plus utilisée est celle tenant compte de la structure qui, associée à la composition chimique, permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables que sont [1-3]:

- *Les aciers inoxydables martensitiques* : Ce sont des alliages à base Fe-Cr ; la structure martensitique est obtenue par trempe de l'austénite située dans la boucle γ du diagramme Fe-Cr.
- *Les aciers inoxydables ferritiques* : Ce sont des alliages à base Fe-Cr ne subissant pas de transformation austénitique ; l'équilibre entre les éléments alphagènes (principalement le chrome) et gammagènes (C, N et Ni) doit être tel que l'alliage soit à toute température à l'extérieur de la boucle γ du diagramme Fe-Cr.

- *Les aciers inoxydables austénitiques* : Ce sont des alliages de base Fe-Cr-Ni, tels que leur structure soit totalement austénitique à haute température (1050-1150 °C). Cette structure est ensuite maintenue à l'état métastable par hypertrempe à l'ambiante ($M_s \leq 20$ °C).
- *Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)* : Ceux-là diffèrent des précédents par le seul fait que leur équilibre en éléments alphas et gammagènes est tel que la structure à haute température (1050-1150°C) est mixte ($\alpha + \gamma$). Elle est de même maintenue métastable à la température ambiante par hypertrempe ; ce qui nécessite que la stabilité de la phase austénitique soit suffisante. Dans le cas contraire on obtient une structure ferrite + martensite.

I.2. Les aciers inoxydables duplex

Depuis leur apparition en 1931, les aciers inoxydables austéno-ferritiques n'ont pas cessé d'évoluer [4,8]. La nuance CD4MCu moulée dans les années 50 était connue par sa forte fragilité. Vers la fin des années 60 et le début des années 70, l'utilisation des aciers inoxydables duplex a connu un grand développement grâce aux améliorations apportées aux procédés d'élaboration, avec l'introduction des techniques VOD (Vacuum Oxygen decarburisation) et AOD (Argon Oxygen Decarburisation) permettant, d'une part, de développer des nuances à bas Carbone avec des teneurs faibles en Soufre et en Oxygène, et d'autre part, de mieux contrôler la composition afin d'optimiser l'équilibre des phases α et γ [9]. Au début des années 70, l'acier inoxydable duplex à 22% Cr a été développé en Allemagne et en Suède. Cette nouvelle nuance présentait une bonne tenue à la corrosion intergranulaire. Durant les années 80, des nuances austéno-ferritiques fortement alliées ont été développées pour résister à des environnements plus agressifs. Ces aciers, appelés « superduplex » contiennent environ 25% de Cr, 6 à 7% de Ni, 3 à 4% de Mo, 0.3% de N, 0.2% de Cu et 0.2% de W et ont un $PREN$ (Pitting Resistance Equivalent Number) supérieur à 40, la formule du $PREN$ étant [10] :

$$PREN = \% Cr + 3.3\% Mo + 16\% N \quad (I. 1)$$

Les bonnes propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion de ces aciers proviennent de leur structure biphasée : la présence de la ferrite assure une bonne résistance mécanique et une excellente résistance à la corrosion et l'austénite améliore la ductilité et augmente la résistance à la corrosion uniforme [1-5].

Dans la pratique, les aciers inoxydables duplex existent sous plusieurs formes, entre autres :

- Les aciers inoxydables duplex moulés.
- Les aciers inoxydables laminés.

Les aciers inoxydables moulés : Ils sont en général classés selon la dénomination américaine « CFx », x représentant la teneur maximale en carbone multipliée par 100. Les nuances contenant du molybdène se présentent sous la forme « CFxM ».

Dans ces aciers la proportion de ferrite est minoritaire : elle excède rarement 30%. Après moulage, ils subissent un traitement thermique d'homogénéisation aux environs de 1100°C pendant plusieurs heures, puis une trempe à l'eau [12].

Les aciers inoxydables duplex laminés : Le processus de fabrication de ces aciers suit les étapes de moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de ce processus de fabrication sont présentées à la figure I.3. On note que l'acier est parfois de nouveau laminé à froid.

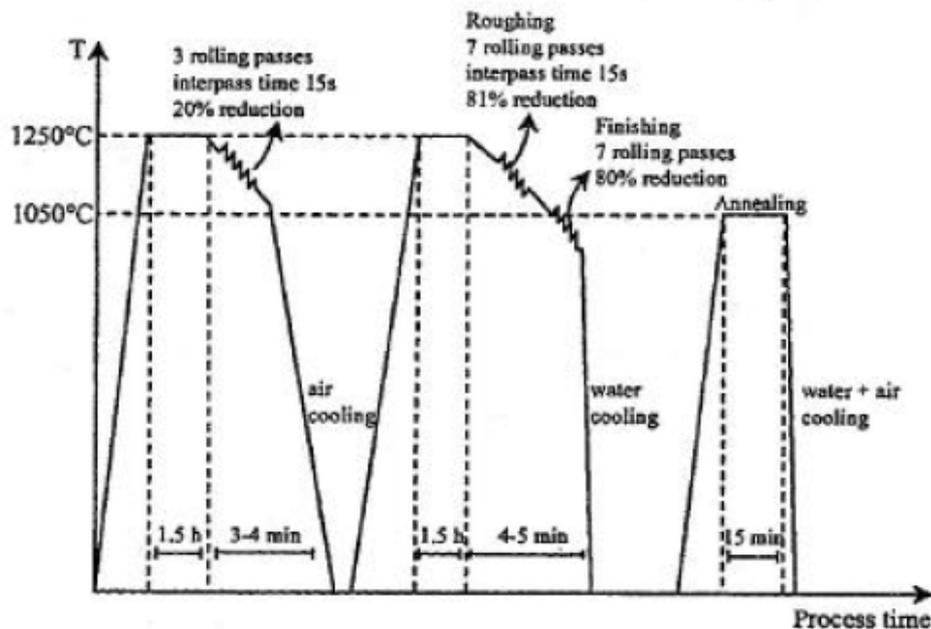


Figure I.3. Processus de fabrication de l'acier inoxydable duplex 2205 par laminage à chaud [13]

Les aciers austéno-ferritiques laminés peuvent être classés en trois grandes nuances [8] :

- Les aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 (ou Z3 CN 2304 AZ) qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques AISI 304 ou 316.
- Les aciers laminés standards de type UNS S 31803 (ou Z3 CND 2205 AZ) présentés largement dans la littérature. Ils sont également connus par leur appellation commerciale SAF 2205.

- Les aciers laminés fortement alliés spécialement conçus pour les applications maritimes, chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type UNS S 32760 (ou Z3 CNDU 2506) plus connus sous leur nom commercial Zéron 100. Ils présentent des résistances mécaniques et à la corrosion très élevées ; leur résistance à la corrosion estimée par le PREN (Pitting Resistance Index = Cr + 3.3 Mo + 16 N) est supérieure à 40, ce qui leur vaut la dénomination de « super duplex ».

Les aciers laminés ont en général, des teneurs en ferrite et en austénite presque égales. Leur microstructure est très différente de celle des aciers moulés : les deux phases se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction de laminage .En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques.

Les microstructures typiques caractérisant les états de moulage et de laminage des aciers inoxydables duplex sont présentées dans la figure I.4.

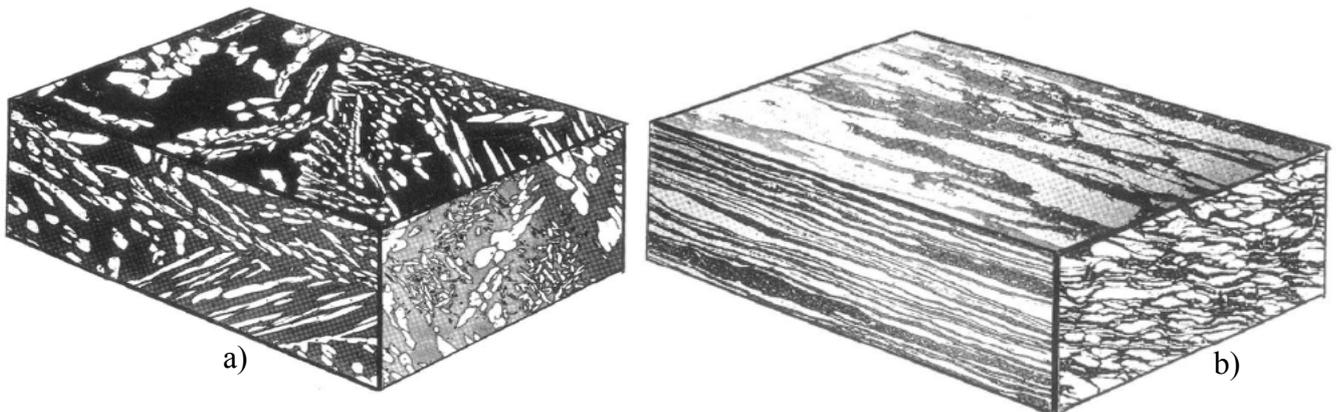


Figure I.4. Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex
a) Moulé, b) laminé [1]

I.2.1. Partage des éléments d'alliage

Le partage d'éléments d'alliages entre l'austénite et la ferrite dans un acier inoxydable duplex est souvent défini par un coefficient appelé coefficient de partage K, tel que

$$K_i = \frac{X_i^\delta}{X_i^\gamma} \quad (I. 2)$$

Où : X_i^δ et X_i^γ correspondent aux teneurs de l'élément i respectivement dans la ferrite et l'austénite. Les différents travaux de recherche, réalisés pour étudier la composition des phases et les coefficients de partage des éléments constituant l'acier après mise en solution [14-17], ont montré qu'à l'exception de l'Azote le coefficient de partage d'un élément donné

ne varie pas de manière significative avec la composition de l'acier. Ceci est dû au fait que les teneurs de ces éléments n'excèdent pas leur limite de solubilité prévue par les diagrammes d'équilibre aux températures et concentrations utilisées. Il a été démontré aussi que la ferrite est riche en P, W, Mo, Si et Cr et l'austénite est riche en N, Ni, Cu et Mn (Figure I.5.a).

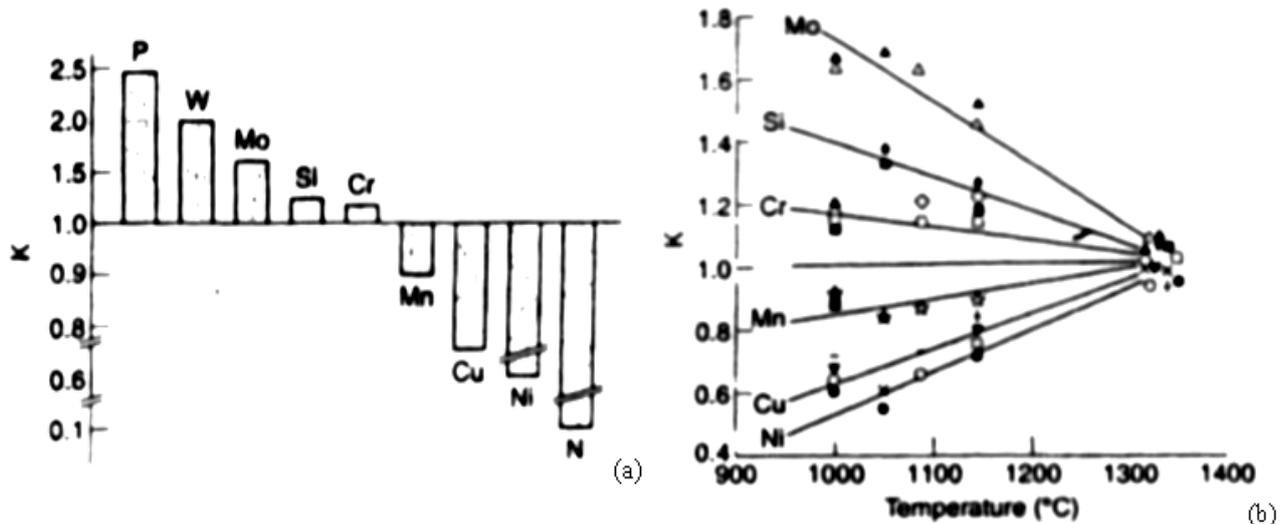


Figure I.5. a) coefficient de partage des aciers hypereutectés à l'eau.
b) évolution du coefficient de partage en fonction de la température. [1, 2]

La figure I.5.b montre l'évolution des coefficients de partage de différents éléments d'addition avec la température. On remarque qu'aux hautes températures les coefficients de partage tendent vers l'unité ; ce qui signifie une répartition identique de la teneur de chaque élément entre l'austénite et la ferrite à ces températures.

Le coefficient de partage de l'azote varie considérablement avec la composition des aciers. Dans la figure I.6.a on remarque que la solubilité de l'azote augmente avec les teneurs de la plupart des éléments d'alliage, en particulier le chrome et le manganèse. Il faut cependant noter que ce coefficient est aussi dépendant de la température. Bien que la solubilité de l'azote dans la ferrite d'un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide augmente légèrement durant une mise en solution, la fraction volumique de l'austénite diminue sensiblement ; ce qui conduit donc à un enrichissement de l'austénite résiduelle en Azote (Figure I.6.b) et par conséquent une croissance du coefficient de partage K (qui s'éloigne de l'unité), alors que durant le refroidissement il y a formation de l'austénite et la ferrite devient rapidement saturée en Azote.

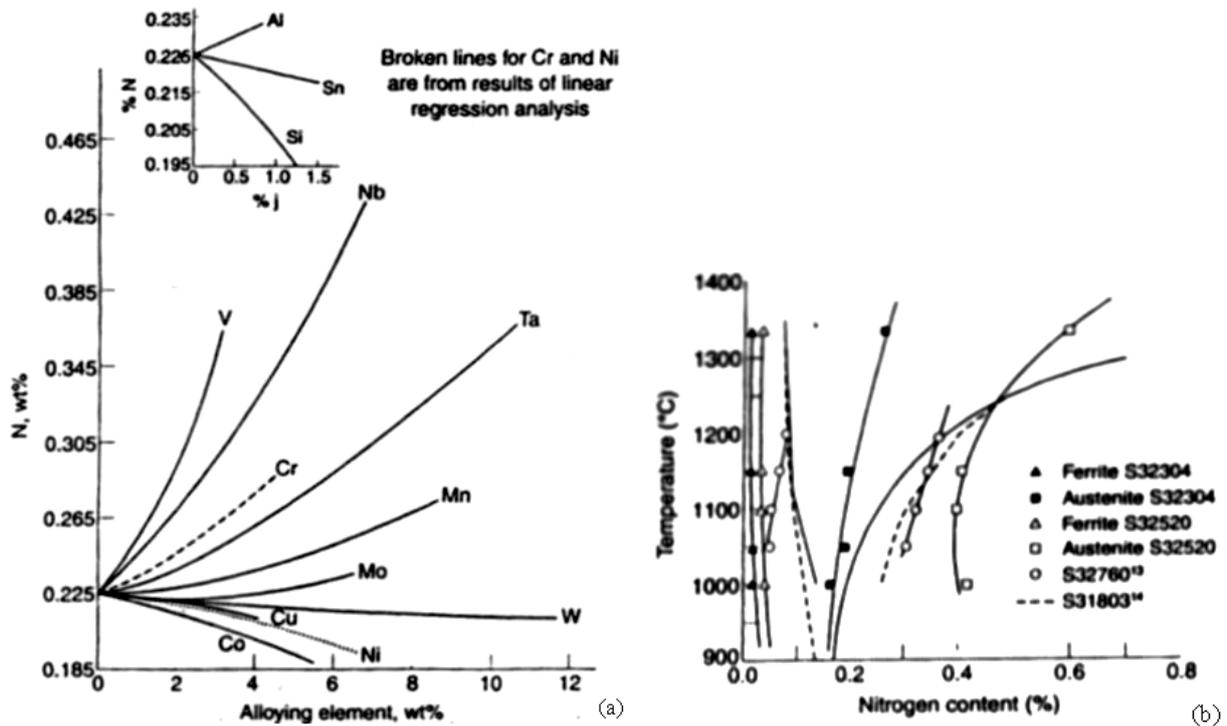


Figure I.6. a) Effet des éléments d'alliage sur la solubilité de l'Azote dans un alliage Fe-18% Cr-8% Ni liquide à 1600°C sous une pression de 1 atmN² ; b) Teneur en Azote de la ferrite et de l'austénite pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex [1,2].

I.2.2. Evolution structurale

L'étude de la structure des aciers inoxydables duplex est basée sur le digramme ternaire Fe-Cr-Ni de la figure I.7. Une coupe à 70 % Fe (figure I.8) permet de prédire la structure de l'acier à la température ambiante, pour une composition chimique donnée, une température de traitement thermique et un mode de refroidissement précis.

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 [19-21],
- 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.

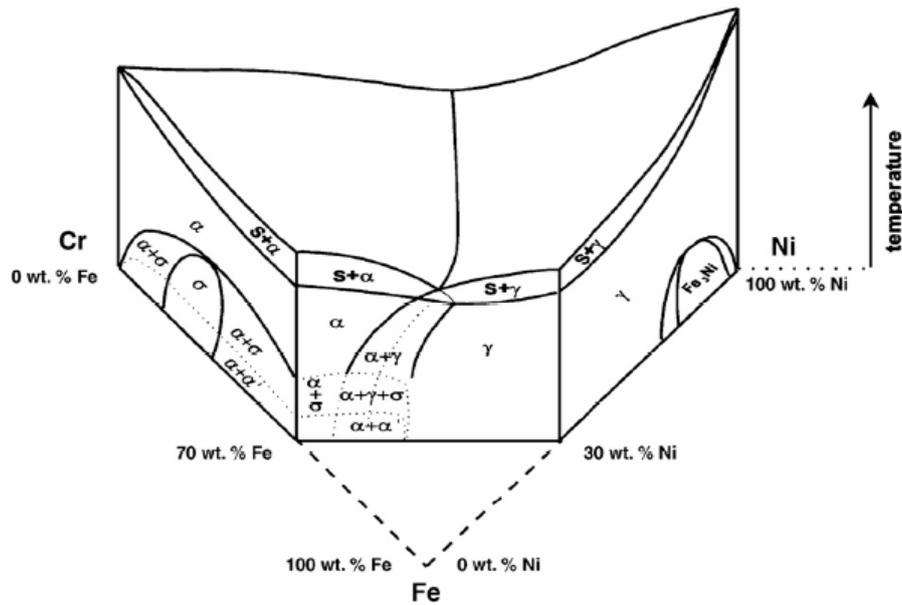


Figure I.7. Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni [18]

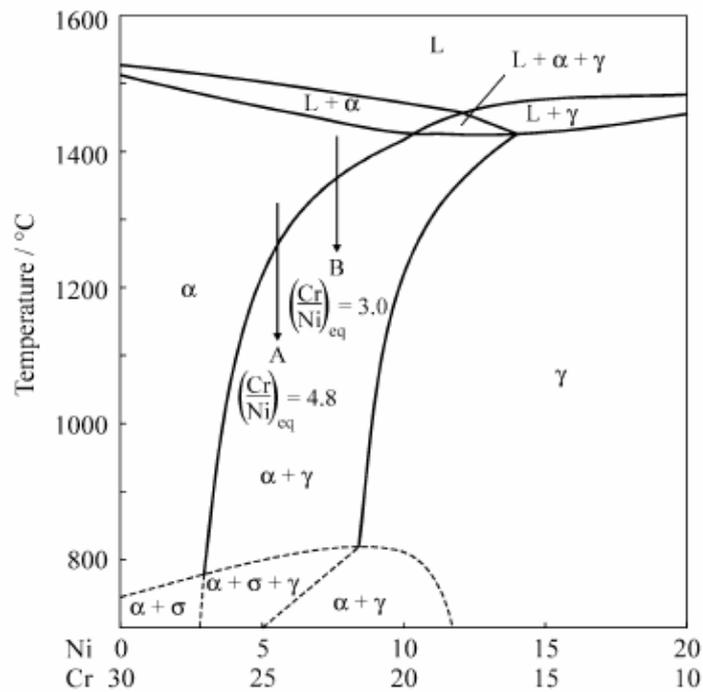


Figure I.8. Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni à 70 % Fe. [4]

I.2.3. Transformation structurales au dessus de 1050 °C

Suite aux opérations de soudage ou de coulée, les aciers inoxydables duplex se solidifient en mode ferritique (ferrite δ), l'austénite se forme par une transformation ultérieure à l'état solide. Cette transformation est réversible car une augmentation de la température au dessus de 1050 °C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite dans l'acier. Par

conséquent, la concentration en ferrite des alliages austénoferritiques dépend de la température d'hypertrempe et augmente avec cette dernière comme le montre la figure I.9.

L'élévation des températures conduit à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases ; le facteur K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité dans la phase austénitique tend vers l'unité (figure 1.5.b). Dans ce cas, la ferrite devient plus riche en éléments interstitiels comme le carbone et l'azote. Pour les teneurs en azote comprises entre 0.25 et 0.4%, les proportions de la ferrite et de l'austénite sont relativement proches à 1250°C. Pour une teneur en cet élément inférieure à 0.2%, la proportion de ferrite peut atteindre 80 à 85%. Cette observation a une répercussion importante sur la structure de la ZAT lors des opérations de soudage. Les grains peuvent devenir équiaxes avec le prolongement du traitement à haute température, ou peuvent devenir aciculaires avec la structure Widmanstätten lors d'un refroidissement intermédiaire.

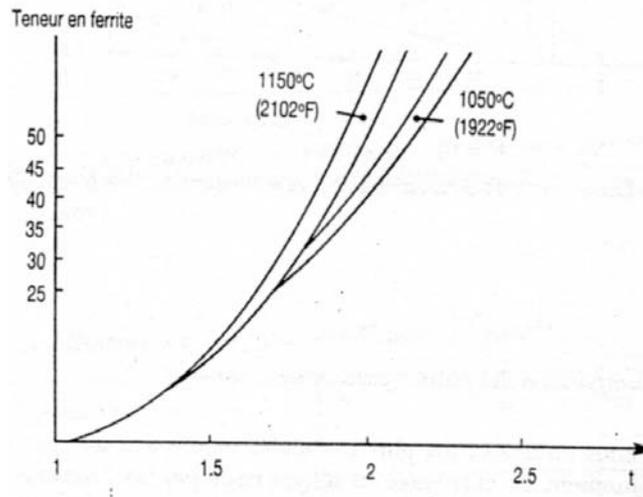


Figure I.9. Evolution de la teneur en ferrite fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C [1,2].

I.2.4. Décomposition de la ferrite entre 600 et 1000°C

Le maintien isotherme des aciers inoxydables duplex entre 600 et 900 °C provoque des réactions métallurgiques complexes dans la ferrite donnant lieu à la formation d'un certain nombre de précipités et phases intermétalliques. La plupart de ces précipités fragilisent l'acier et leur formation est donc à éviter. Dans l'intervalle de température 600-1000 °C, la décomposition de la ferrite δ est caractérisée principalement par la précipitation de la phase σ , des carbures de chrome de types M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, de la phase χ et de l'austénite secondaire γ_2 . Le diagramme de la figure I.10 récapitule les différents précipités qui peuvent se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de

températures. Dans cette étude, seule la précipitation de la phase σ , des carbures de chrome $M_{23}C_6$ et de l'austénite secondaire γ_2 , est prise en considération.

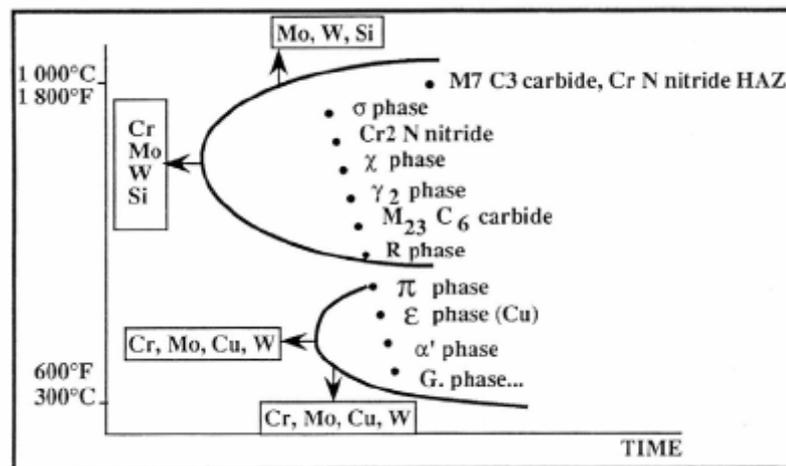


Figure I.10. Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex [4]

I.2.4.1. Phase σ

Découverte en 1927 par Bain et Griffith, σ est une phase intermétallique, amagnétique, dure et fragile ; son réseau tétragonal contient 30 atomes par maille (figure I.11.a). Cette phase précipite généralement dans un large domaine de température allant de 600 à 950 °C. Outre le fer, la phase sigma contient du chrome et du molybdène; elle peut aussi contenir du silicium et du tungstène [20, 21].

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 I.11.b et I.11.c. L'absence de toute précipitation intragranulaire de cette phase prouve le caractère hétérogène de cette précipitation [22]. La phase σ peut aussi précipiter dans les interfaces ferrite/carbures $M_{23}C_6$, et co-précipite avec l'austénite secondaire γ_2 [19, 23]. La phase σ a été observée dans les différentes zones des soudures d'aciers duplex (métal de base, ZAT, métal fondu) [18-27].

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 [16, 17]. La précipitation de la phase σ dans l'acier duplex 2205 entraîne une forte détérioration de ses propriétés mécaniques (figure I.12). 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. [26, 27].

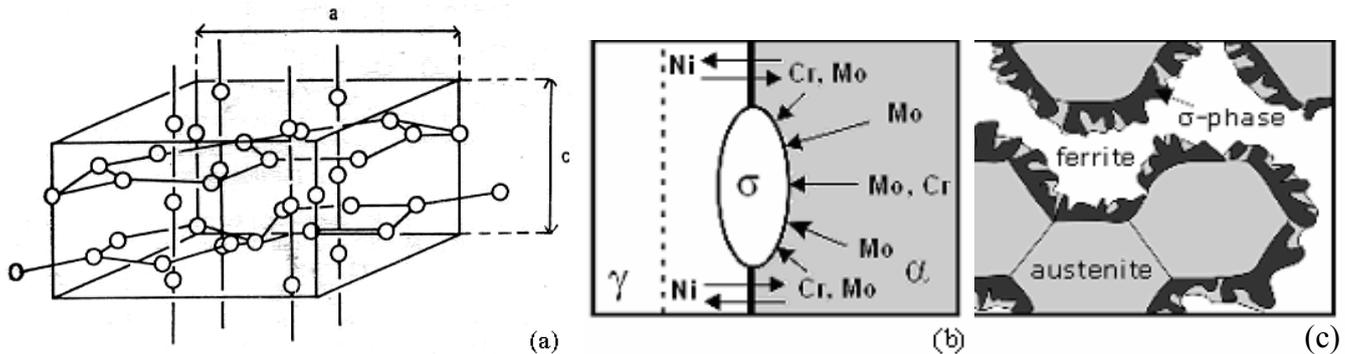


Figure I.11. a) Maille quadratique de la phase σ de paramètres $a = 8.790 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$; b) diffusion des atomes d'éléments alphas du grain ferritique vers un germe σ ; c) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface γ/α et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [2,14].

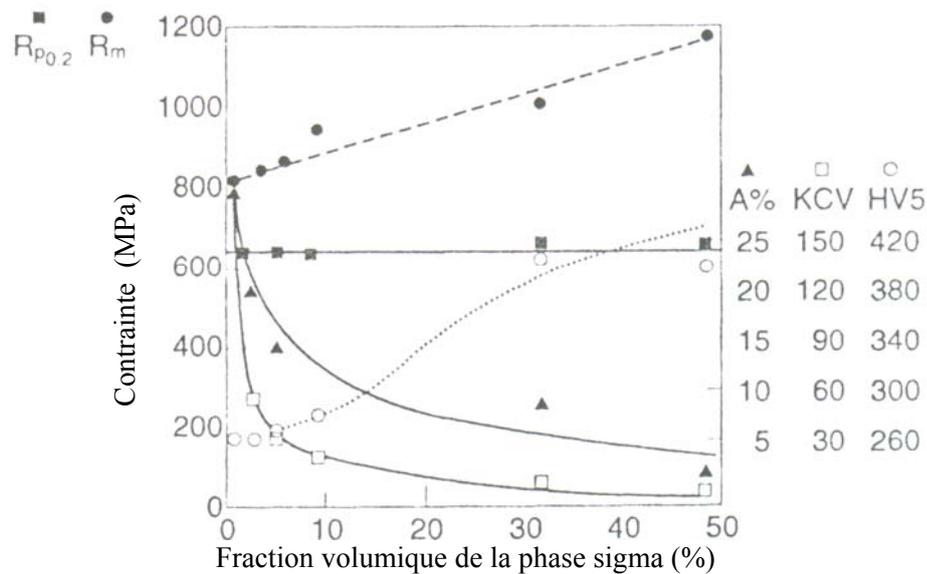


Figure 1.12. Propriétés mécaniques de l'alliage duplex S32550 en fonction de la fraction volumique de la phase σ , précipité par traitement thermique de vieillissement [1].

I.2.4.2. Carbures de chrome

Lors des traitements thermiques entre 700°C et 950°C , le carbone forme un précipité avec le chrome, il s'agit d'un carbure de formule général $M_{23}C_6$ où M représente des atomes métalliques, en particulier chrome et fer. Les carbures précipitent préférentiellement aux joints de grains ferrite/austénite. Le carbure est un précipité très riche en chrome, sa formation appauvrit fortement les zones qui l'entourent en cet élément ; la résistance à la corrosion de l'acier se trouve ainsi affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son

rôle protecteur. La précipitation des carbures de chrome dans les aciers inoxydables duplex se fait d'une manière discontinue ; la croissance de ces carbures s'accompagne d'une migration de l'interface δ/γ de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique[19]. La précipitation des carbures est favorisée par la diminution de la solubilité du carbone dans l'austénite à des températures inférieures à celles de mise en solution. Les carbures de chrome $M_{23}C_6$ ont été observés dans les soudures de l'acier duplex 2205, leur formation est favorisée par la présence de fortes teneurs en chrome et en carbone [19,28]

I.2.4.3. Austénite secondaire

L'azote est généralement introduit dans les aciers inoxydables duplex pour renforcer la stabilité de l'austénite et améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique de l'acier. Grâce à sa solubilité élevée, cet élément est maintenu en solution solide lors du chauffage de l'acier à des températures supérieures à 1100°C [29]. Lors du refroidissement depuis ces températures, la ferrite devient sursaturée en cet élément ; une précipitation compétitive de l'austénite secondaire et des nitrures de chrome est ainsi déclenchée. La composition chimique de l'acier, la taille des grains et la vitesse de refroidissement sont des facteurs déterminants du type de précipité qui domine la microstructure de l'acier. Deux types d'austénite secondaire sont en général rencontrés dans l'acier duplex 2205 :

- γ_2 intergranulaire : précipite aux interfaces δ/γ .
- γ_2 intragranulaire : précipite dans les grains ferritiques. Celle-ci se forme par un mécanisme de germination et de croissance contrôlé par diffusion

L'austénite intragranulaire peut prendre deux aspects différents à savoir celle de type Widmanstätten ou de type aciculaire. [30]

I.2.5. Transformation aux températures inférieures à 600 °C

A des températures inférieures à 600°C, les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter une fragilisation de la ferrite par transformation localisée de cette dernière en phase α' . La phase α' est très riche en chrome, jusqu'à 80%, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la ferrite. Elle se forme par décomposition spinodale ou par germination et croissance selon la teneur en chrome et la température. Dans les références [17] et [31] on trouvera plus de détails sur la fragilisation des aciers duplex par formation de la phase α' .

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 (Figure I.10). Des informations supplémentaires sur ces précipités peuvent être obtenues en consultant la référence [32].

I.3. Rappels sur la cinétique de Précipitation à l'état solide

I.3.1. Introduction

Les propriétés des matériaux dépendent de leur composition chimique et de leur microstructure. Ainsi, la manière la plus efficace d'améliorer les propriétés des matériaux est la maîtrise des changements de composition et/ou de microstructure lors de leur fabrication par divers processus industriels. Dans l'histoire des sciences des matériaux, la compréhension et la maîtrise des transformations de phase menaient progressivement à l'amélioration de leurs différentes propriétés vis-à-vis des utilisations dictées par l'industrie. En métallurgie physique, la cristallisation, la croissance des grains et le durcissement des différents alliages métalliques suite à des transformations de phase continuent de faire l'objet de nombreux travaux scientifiques. Les procédures expérimentales adoptées pendant toutes ces évolutions concernent deux modes de transformation de phase:

- les transformations non isothermes qui se produisent durant le refroidissement à vitesse constante et qui ont conduit à l'élaboration des diagrammes de transformation en refroidissement continu (TRC). Lorsque la microstructure à l'ambiante est métastable, on assiste aussi à des transformations durant un chauffage continu.
- Les transformations de phase en conditions isothermes où un traitement thermique est appliqué à une température fixe. Cette température T_i est atteinte soit après homogénéisation puis trempe rapide, soit après trempe et revenu. L'étude des transformations structurales d'un matériau à différents niveaux de température conduit à l'établissement des diagrammes de transformation en conditions isothermes (TTT).

Pour chacune de ces deux méthodes, un modèle empirique approprié est nécessaire pour évaluer les paramètres cinétiques et thermodynamiques et établir les liens existant avec les mécanismes mis en jeu lors de la transformation. Les premiers travaux ont été entamés par Kolmogorov [33], Johnson et Mehl en 1939 [34] puis poursuivis par Avrami en 1940 [35, 36]. Cette approche, baptisée depuis la théorie de Kolmogorov-Johnson-Mehl et Avrami (KJMA), traduit la cinétique globale de transformation au cours du temps au sein d'un matériau solide. Basée sur le calcul statistique du volume transformé au cours du temps, la théorie de KJMA devient encore plus performante lorsque les données intrinsèques de la nouvelle phase formée

sont intégrées, entendu les données de la théorie de la germination et de la croissance classique.

L'emploi du modèle de KJMA s'est vu fortement généralisé par le développement des techniques d'analyse thermique. De nombreux travaux de recherche ont été effectués pour élargir le champ de cette théorie aux transformations non isothermes. Cette évolution a nécessité cependant de prendre en compte l'ensemble des hypothèses énoncées par KJMA.

I.3.2. Transformations de phase à l'état solide:

Le terme général "transformation de phase" désigne des réarrangements locaux de la structure atomique d'un matériau sous une action thermique et/ou mécanique. La force motrice nécessaire pour déclencher une transformation de phase est la différence dans l'énergie libre (enthalpie de Gibbs) entre l'état initial et final du matériau. Pour chaque phase stable formée, cette énergie doit être réduite au minimum possible. A l'échelle microscopique, le stade intermédiaire d'un système est en général caractérisé par l'existence de régions distinctes où certaines d'entre elles sont transformées et d'autres non. Ceci attribut le caractère hétérogène à la plupart des transformations de phase dans les matériaux. Dans ce travail nous nous intéressons uniquement aux transformations qui se produisent par « *germination et croissance* » du fait qu'elles représentent la plus grande partie de transformations à l'état solide.

L'objectif de cette partie est de présenter brièvement le modèle de (KJMA), d'énoncer ces limites, et de présenter les modifications récentes qui lui ont été apportés afin d'élargir son domaine d'application.

I. 3. 3. Théorie de Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami (KJMA)

L'application de cette théorie à une transformation donnée nécessite le regroupement de trois phénomènes physiques qui sont la germination, la croissance et la coalescence des précipités jusqu'à leur empiètement. Les travaux de Kolmogorov [33], Johnson et Mehl [34] et Avrami [35-37] ont concerné le suivi des mécanismes des transformations hétérogènes qui se produisent à la suite de la variation d'un paramètre tel que la température, le temps, la concentration ... etc. Le succès de la méthode réside dans la possibilité de mesurer, au cours de la réaction, la fraction volumique transformée à partir des connaissances apportées par la théorie de la germination classique.

I.3.4. Cinétique de croissance des précipités

Afin de mieux comprendre la cinétique de la formation des germes et leur croissance, nous rappelons brièvement les principes de calcul qui permettent d'aboutir à l'approximation de KJMA pour les différents mécanismes simples de transformation de phase.

La précipitation peut être contrôlée soit par la diffusion soit par la réaction à l'interface soit par les deux à la fois.

Prenons le cas où la cinétique de croissance est contrôlée par diffusion. Ce cas se présente lorsque la vitesse de diffusion des atomes du soluté est très lente de sorte qu'il existe un gradient de concentration au voisinage immédiat du précipité. Considérons le cas d'une particule isolée en croissance selon une direction x . Dans une première approximation, deux suppositions peuvent être faites :

- les précipités se forment à partir d'une solution solide faiblement sursaturée,
- la diffusion du soluté maintient une concentration d'équilibre C_e à l'interface entre le précipité de concentration C_β et la matrice de concentration C_0 [38] (figure I. 13).

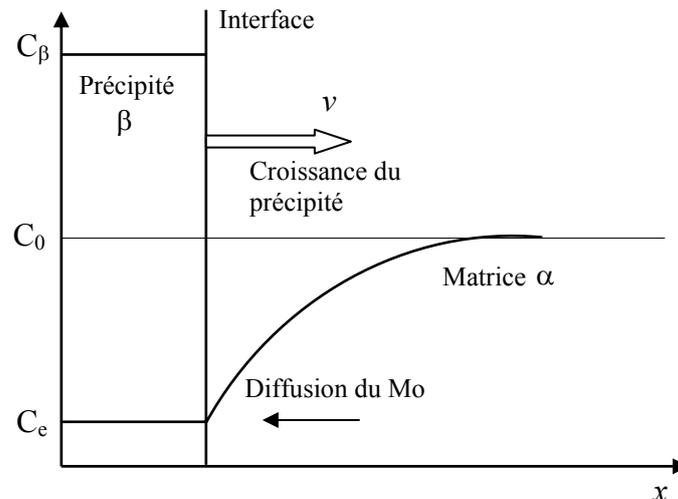


Figure I. 13 Représentation schématique de la croissance d'une plaquette de précipité, contrôlée par diffusion.

Lorsque l'interface avance d'une distance dx , le précipité capte $C_\beta dx$ atomes par unité de surface. Le flux net d'atomes apportés par diffusion à l'interface est donc :

$$J = (C_\beta - C_e) dx/dt . \quad (\text{I. 3})$$

D'où la vitesse de croissance :

$$v = \frac{dx}{dt} = \frac{J}{C_\beta - C_e} = \frac{D}{C_\beta - C_e} \frac{dC}{dx} . \quad (\text{I. 4})$$

Avec D : coefficient de diffusion supposé indépendant de la concentration.

$$J : \text{flux donné par la loi de fick ; } J = D \frac{dC}{dx}$$

En approximant $\frac{dC}{dx}$ à $(C(t) - C_e)/x$ l'équation (I. 4) devient après séparation des variables :

$$x \frac{dx}{dt} = D \frac{C(t) - C_e}{C_\beta - C_e} \quad (\text{I. 5})$$

On définit la fraction d'atomes transformés à un instant t par unité de volume, par le rapport du nombre d'atomes transformés à celui d'atomes susceptibles de se transformer :

$$y = \frac{C_0 - C(t)}{C_0 - C_e} \Rightarrow 1 - y = \frac{C(t) - C_e}{C_0 - C_e} \quad (\text{I. 6})$$

En remplaçant dans l'équation (I. 5) on obtient :

$$x \frac{dx}{dt} = D \frac{C_0 - C_e}{C_\beta - C_e} (1 - y) \quad (\text{I. 7})$$

Le facteur $(1 - y)$ de l'équation (I. 7) rend compte de la compétition entre particules voisines au cours de la croissance. Dans l'approximation de Johnson-Mehl-Avrami, le facteur $(1 - y)$ peut être négligé au début de la croissance. Cette hypothèse est justifiée par le fait qu'au début de la transformation, la fraction de soluté formée par diffusion est faible. Dans ce cas, la vitesse de croissance d'un précipité peut s'écrire sous la forme :

$$v = \sqrt{\frac{D}{2t}} \left(\frac{C_0 - C_e}{C_\beta - C_e} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{I. 8})$$

En supposant qu'à l'amorce de la croissance le nombre de germes stables est N et qu'aucun autre germe ne se forme, la fraction totale d'atomes qui ont été captés par le précipité à l'interface au temps t est donc: $VN (C_\beta - C_e)$ où V est le volume du précipité au temps t . On peut donc exprimer la fraction transformée en fonction du volume V des précipités, ou par leur taille. Cette dernière s'écrit sous la forme :

$$y = \frac{4}{3} \pi x^3 N \frac{C_\beta - C_e}{C_0 - C_e} \quad (\text{I. 9})$$

La combinaison des équations (I. 8) et (I. 9) donne

$$\frac{dy}{dt} = 4\sqrt{2} \pi N D \left(\frac{C_0 - C_e}{C_\beta - C_e} \right)^{\frac{1}{2}} \sqrt{Dt} \quad (\text{I. 10})$$

L'expression (I. 10) n'est valable qu'aux tout premiers instants de la transformation lorsque la compétition entre particules voisines est faible. Lorsque le taux de transformation est

important, des corrections sont introduites à cette relation. La multiplication de l'expression (1. 10) par le facteur $(1-y)$ permet de respecter les conditions aux limites particulièrement à la fin de la transformation :

$dy/dt = 0$ lorsque $y = 1$.

La séparation des variables donne :

$$\frac{dy}{1-y} = 4\sqrt{2} \pi N D \left(\frac{C_0 - C_e}{C_\beta - C_e} \right)^{\frac{1}{2}} \sqrt{Dt} dt \quad (\text{I. 11})$$

Après intégration on obtient l'équation caractérisant le modèle classique de Johnson Mehl Avrami qui donne la fraction transformée y en fonction du temps par :

$$y = 1 - \exp((-kt)^n) \quad (\text{I. 12})$$

- n désigne l'indice d'Avrami.
- K est une constante de vitesse exprimée par l'équation d'Arrhenius en fonction de la température par :

$$K = K_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{avec :}$$

- K_0 est une constante.
- R est la constante des gaz.
- Q : énergie d'activation de la transformation.

En dérivant l'équation de KJMA (équation I. 12), l'expression de la vitesse de transformation

$$s'écrit : \quad v = \frac{dy}{dt} = KnK^n t^{(n-1)} \exp(-kt)^n. \quad (\text{I. 13})$$

Le développement de cette équation donne :

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right) = n \ln K + n \ln t \quad (\text{I. 14})$$

Ainsi, une transformation de phase suit le modèle classique de KJMA, si la fonction

$\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right) = f(\ln t)$ présente une forme linéaire de pente n . Le paramètre n est

caractéristique du mécanisme de transformation qui contrôle la précipitation ; il est alors caractéristique de la croissance et dans ce cas de 3/2.

Dans le cas où la croissance est le processus dominant dans la transformation, la croissance d'un précipité peut être gouvernée soit par une réaction d'interface soit par la diffusion. On observe généralement que pour les petits germes, la diffusion se fait plus vite

que la traversée de l'interface. Lorsque la taille des précipités devient assez grande l'inverse peut se produire.

Dans le cas où la transformation est gouvernée par une réaction d'interface, la fraction volumique transformée augmente proportionnellement à $t^{1/3}$. Compte tenu d'une interaction faible entre précipités, un coefficient KJMA situé autour de $n = 3$ est généralement observé. Les réactions contrôlées par la diffusion présentent quant à elles des coefficients variant de 1 à 2 selon la morphologie des précipités qui se développent.

Si toutefois la germination se poursuit au cours de l'avancement de la transformation, l'exposant n est plus élevé ; d'une unité si le taux de germination reste constant pendant un temps appréciable [39].

I.3.5. modification des équations de KJMA

Le domaine de validité du modèle de KJMA est toujours d'actualité dans l'étude des cinétiques de transformation de phase ; cependant, les anomalies observées lors de l'utilisation de ce modèle dans certains cas de cristallisation et de transformation, justifient les modifications qui lui ont été introduites. Partant du fait que la constante de vitesse $k(T)$ est généralement un paramètre stable, le point le plus critique dans la validité de la théorie de KJMA est l'interprétation de l'exposant n . Il est couramment constaté [40, 42] qu'en début de transformation, les résultats expérimentaux présentent un bon accord avec la droite théorique du modèle, cependant, à partir d'un certain taux de transformation (60%), des écarts sont souvent observés entre les deux courbes. Les causes de ces écarts sont nombreuses ; elles peuvent être dues à :

- une distribution hétérogène des germes préexistants [43],
- l'effet de la morphologie des particules précipitées [44]
- l'effet de l'empiètement dû au contact des précipités qui croissent. [42, 45].

Il s'avère donc que plusieurs systèmes présentant des transformations à l'état solide ne suivent pas exactement le modèle classique de KJMA, d'où la nécessité d'y apporter des modifications afin qu'il puisse décrire des cas spécifiques de transformation de phase. La bibliographie scientifique présente en détail les différentes modifications qui ont été apportées à ce modèle. On cite à titre d'exemple son extension à la cristallisation surfacique proposée par Kelton et *al.* [46] puis Weinberg et *al.* [47] et son application à la cristallisation de particule non isotrope par Weinberg [48] ; le modèle a été modifié aussi par Shepilov et *al.* [44] pour traiter la cristallisation des particules ayant des morphologies particulières et par

Lee et *al.* [49] pour traiter le problème d'empiètement résultant du contact mutuel des germes en croissance.

I.3.6. Phénomène d'empiètement et modification des équations de KJMA

Pour obtenir une équation générale de cinétique de transformation dans un matériau donné, l'interface mutuelle des régions qui croissent à partir des germes séparés doit être prise en considération. Le problème est donc en premier lieu géométrique, il doit être séparé ainsi des lois de cinétique concernant la germination et la croissance.

Pour exprimer la cinétique de transformation dans ce cas, reprenons l'équation (I.13) et remplaçons $\exp(-kt)^n$ par $(1-y)$, on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = Kn(1-y)(kt)^{n-1} \quad (\text{I. 15})$$

Les modifications apportées par Austin-Ricket [50] et plus tard par Lee et *al.*[49] portent sur l'exposant d'empiètement c de la fraction non transformée $(1-y)$. Ce paramètre est introduit afin de corriger certains effets morphologiques ou chimiques de la transformation qui peuvent être :

- Une déplétion du soluté dans la matrice non transformée due à la croissance compétitive des produits de la transformation.
- Une collision directe de deux germes en croissance.
- Un épuisement en sites de germination [51]

En généralisant le facteur d'empiètement, Lee et al [49] ont développé un modèle de cinétique de transformation isotherme. La corrélation avec le modèle de KJMA est expliquée à partir de la différence dans les valeurs du coefficient c .

Ainsi, l'équation I.15 s'écrit sous la forme :

$$\frac{dy}{dt} = Kn(1-y)^{c+1}(kt)^{n-1} \quad (\text{I. 16})$$

En choisissant une valeur convenable du paramètre c , les résultats expérimentaux de la cinétique se rapprochent le mieux possible à la droite théorique du modèle de KJMA. L'intégration de l'expression (I. 16) donne finalement:

$$y = \left[\frac{1}{1 + c (kt)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad (\text{I. 17})$$

I.3.7. Détermination des paramètres de la transformation:

Etudions maintenant les cas où $c = 0$ (modèle classique de KJMA) et $c \neq 0$ (modèle modifié). En transformant les équations (I. 12) et (I. 17) on obtient:

$$(kt)^n = \begin{cases} \ln \frac{1}{1-y} & c=0 \\ \frac{1}{c} \left[\frac{1}{(1-y)^c} - 1 \right] & c \neq 0 \end{cases} \quad (\text{I. 18})$$

$$\text{d'où : } n \ln k + n \ln t = \begin{cases} \ln \ln \frac{1}{1-y} & c=0 \\ \ln \left[\frac{(1-y)^{-c} - 1}{c} \right] & c \neq 0 \end{cases} \quad (\text{I. 19})$$

Ainsi, lorsqu'une transformation isotherme suit le modèle modifié de KJMA, les paramètres cinétiques n , k et c peuvent être déterminés à partir de l'équation (I. 19) ; le graphe de la fonction $\ln \left[\frac{(1-y)^{-c} - 1}{c} \right] = f(\ln t)$ présente une forme linéaire de pente n .

I.4. Métallurgie du soudage des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex ont en général une bonne soudabilité malgré qu'elle ne soit pas aussi évidente que celle des aciers austénitiques. L'obtention d'un métal déposé duplex avec des propriétés structurales, mécaniques et de résistance à la corrosion aussi proches que celles du métal de base nécessite une bonne optimisation des différents paramètres de soudage.

I.4.1. Concepts de base sur la solidification

Lorsqu'un liquide de composition uniforme se solidifie, le solide formé restaure rarement cette uniformité chimique. Les atomes de soluté dans le liquide se redistribuent au cours de la solidification. La redistribution du soluté dépend de plusieurs facteurs tels que les conditions thermodynamiques (diagramme de phase), la cinétique (liée à la diffusion), degré de surfusion ...etc.

Lors de la solidification d'un alliage, si les conditions d'équilibre sont maintenues, le soluté est rejeté à l'interface solide liquide et diffuse vers le liquide pour former une couche de diffusion en avant de l'interface [52] ; on dit dans ce cas qu'on est en présence d'une solidification à front plan. Il faut pour cela que la température réelle du liquide soit toujours supérieure ou égale à celle du liquidus. Cela se traduit par un gradient thermique G élevé, tel

que $G = \frac{dT_L}{dx}$, où T_L est la température du liquidus, x est la distance à l'interface liquide/solide. Lorsque le refroidissement est trop rapide, la diffusion dans le solide est limitée, l'interface solide/liquide contient donc un excédent de soluté qui a pour conséquence le phénomène de surfusion constitutionnelle. Sur une distance x en avant du front de solidification, la température réelle est inférieure à celle du liquidus, comme indiqué à la figure I.14.

Cette apparente anomalie s'explique par une situation hors équilibre due à la variation très locale de la température de liquidus, variation elle-même liée aux forts gradients de composition à proximité de l'interface solide-liquide. Le degré de surfusion constitutionnelle est en général inférieur au rapport $\frac{D * G}{\sqrt{R}}$ (G : gradient thermique, R : vitesse de solidification et D : coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans le liquide) et proportionnel à la concentration C_L en soluté dans le liquide à l'interface liquide / solide [52].

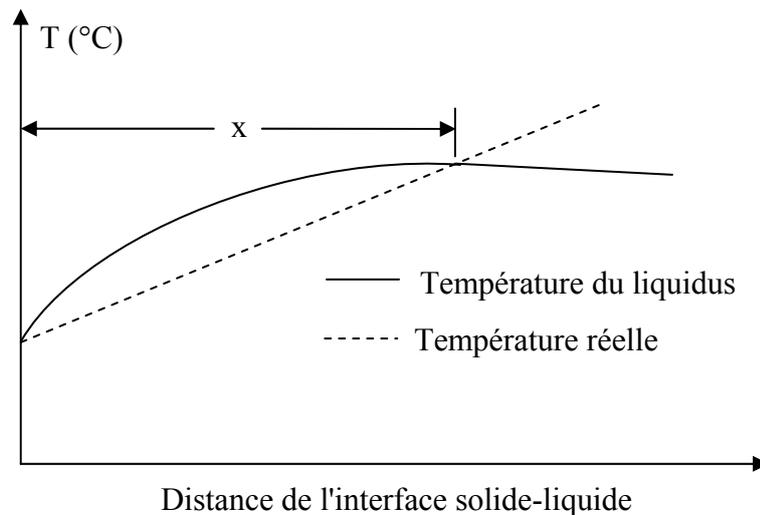


Figure I.14. Influence du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle

On retrouve ainsi des variations dans le mode de solidification et croissance de différents matériaux. Ces variations caractérisées par les sous structures de solidification résultantes, sont présentées dans le schéma de la figure I.15.

La vitesse de solidification R est définie comme étant la vitesse de migration de l'interface solide/liquide vers l'intérieur du liquide. Lors de l'exécution des soudures, le mouvement du bain de fusion suit le déplacement de la source de chaleur le long de la partie soudée formant ainsi une géométrie uniforme. Pendant ce déplacement, la vitesse de solidification du liquide est directement liée à la vitesse de soudage.

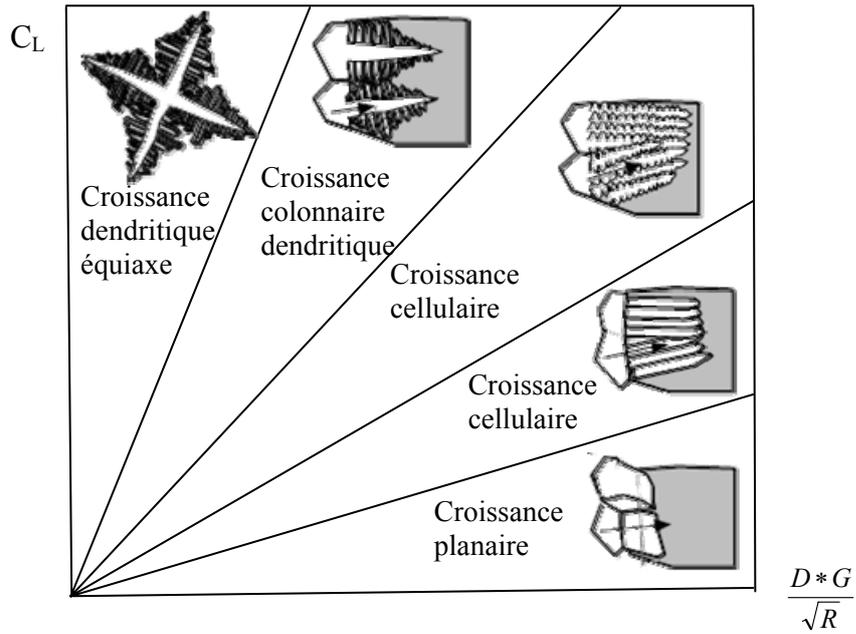


Figure I.15. Types de solidification en fonction des valeurs de C_L et de $\frac{D*G}{\sqrt{R}}$ [53]

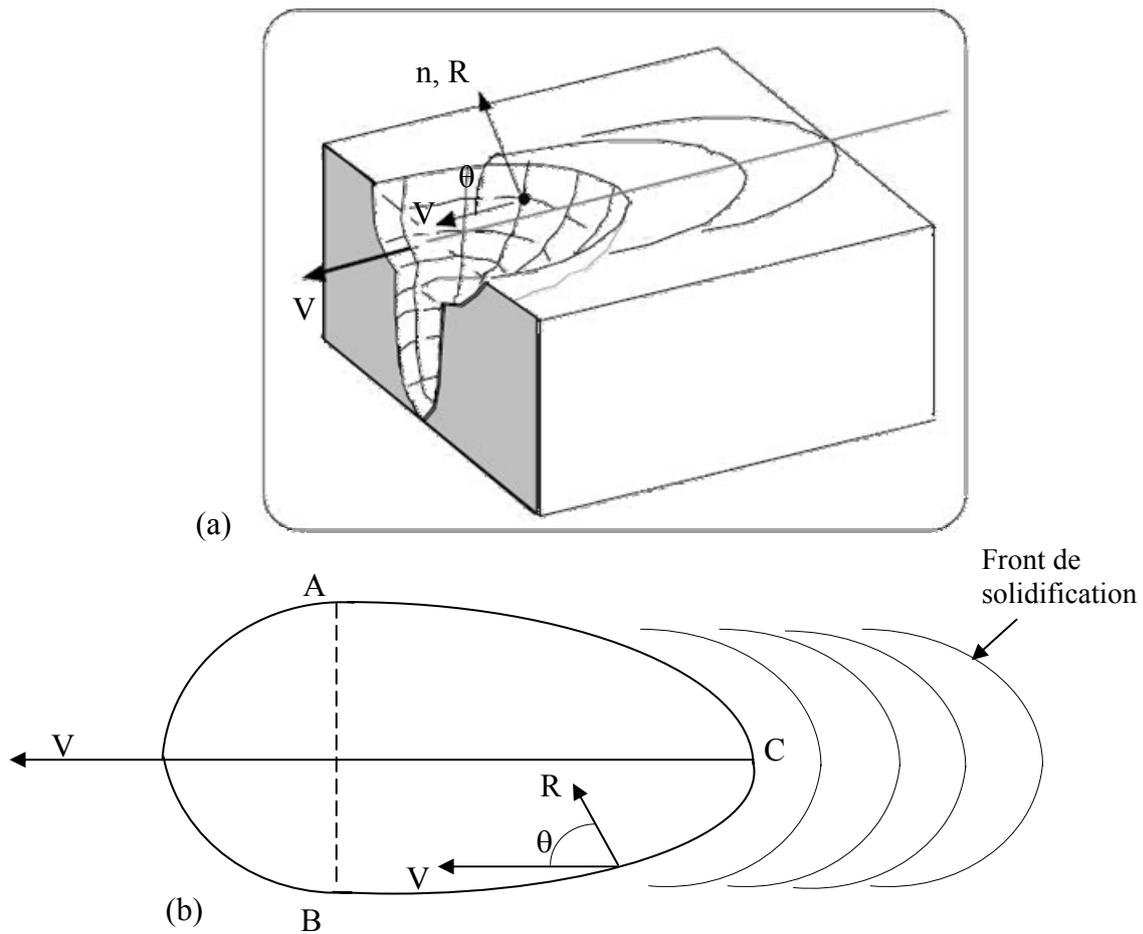


Figure I.16. Représentation schématique du bain de fusion.
a) schéma en 3D, b) schéma en 2D

La figure I.16.a est une représentation schématique en 3D du bain de fusion où :

- V indique la vitesse de soudage.
- R vitesse de solidification.
- n vecteur unitaire normal au front de la soudure.

Partant du fait qu'en n'importe quel point du bain de fusion (figure I.16.b) la vitesse de solidification R est perpendiculaire à l'interface liquide/solide au même titre que le gradient thermique maximum, cette dernière est donc liée à la vitesse de soudage par la relation:

$$R = V \cdot \cos \theta \quad (\text{I. 20})$$

θ est défini comme étant l'angle entre la normale aux isothermes et la direction de soudage.

On constate alors que la vitesse de solidification R est minimale sur les bords du bain de fusion ($\theta = 90^\circ$), elle est par contre maximale et égale à V au centre du bain ($\theta = 0$). Par conséquent, la direction de croissance des grains change continuellement en allant de l'interface liquide vers l'intérieur du bain liquide. Nous reviendrons sur ce point avec plus de détail dans le paragraphe I.4.4.

I.4.2. Solidification et formation de l'austénite

La structure de solidification des aciers inoxydables dépend des influences relatives des éléments d'alliage qu'ils contiennent. Ces effets sont quantifiés par les formules empiriques exprimées en terme d'équivalents chrome et nickel (Cr_{eq} , Ni_{eq}) proposées par Long et Delon [54] :

$$- (Cr)_{eq} = (\%Cr) + 1,5(\%Si) + (\%Mo) + 0,5(\%Nb). \quad (\text{I. 21})$$

$$- (Ni)_{eq} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 30(\%C) + 30(\%N) \quad (\text{I. 22})$$

Ainsi, la structure de solidification d'une soudure d'acier inoxydable en fonction de sa composition chimique est souvent prédite en positionnant les équivalents Cr et Ni dans le diagramme de schaeffler (figure I. 17).

Les soudures d'aciers inoxydables duplex se solidifient en mode totalement ferritique [1, 4, 6]. La croissance de la ferrite s'effectue par épitaxie ; les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lequel ils reposent. La croissance des premiers cristaux formés suit le sens du gradient thermique [55]. Cette solidification est suivie d'une transformation ultérieure en austénite à l'état solide.

L'étendue de la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ dans les métaux d'apport de ces aciers dépend essentiellement de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. Dans le cas du soudage multipasses des structures de fortes épaisseurs, les zones internes du métal fondu se refroidissent en dernier, et sont donc caractérisées par de fortes teneurs en austénite par rapport aux passes externes. C'est donc cette transformation qui détermine la balance de

phase δ/γ et la répartition de l'austénite dans le métal fondu. Sur la base de ces considérations métallurgiques, la séquence de transformation proposée pour les aciers inoxydables duplex est donnée comme suit [4]:

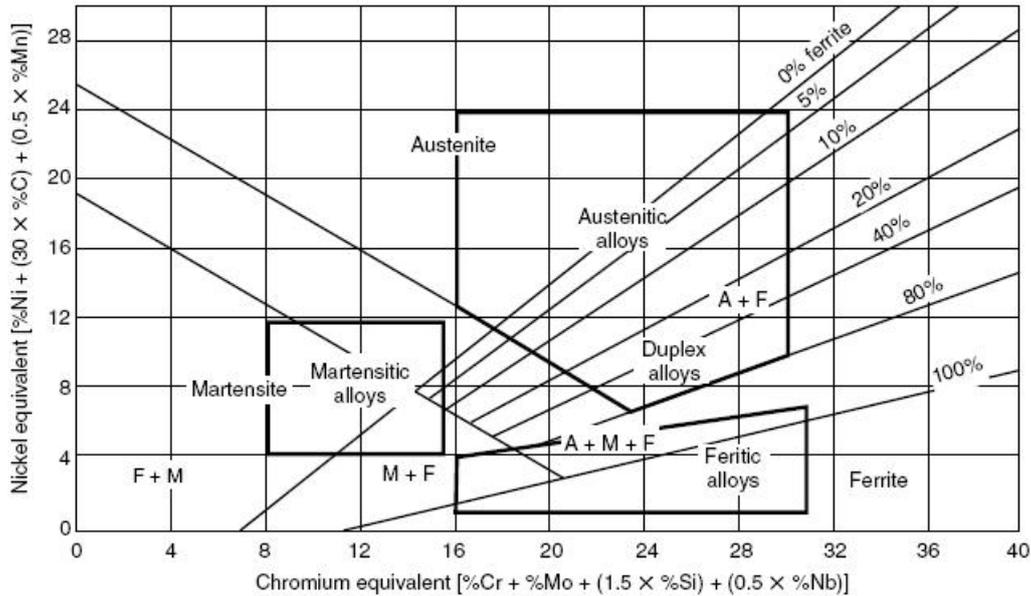


Figure I.17. Diagramme de schaeffler des aciers inoxydables [56]

Au début de la transformation, l'austénite se forme dans les joints de grains ferritiques par un mécanisme de germination et de croissance et prend souvent des aspects de type Widmanstätten ou allotrimorphe. Cette transformation se poursuit avec le refroidissement et donne lieu à la formation d'austénite intragranulaire.

I.4.3. Anisotropie de la croissance cristalline lors de la solidification

Pendant la coulée continue des métaux, la solidification débute généralement aux interfaces entre les parois du moule et le métal liquide ce qui entraîne la formation d'une structure granulaire à plusieurs orientations cristallographiques ; une texture aléatoire se développe ainsi. D'autres textures peuvent cependant être obtenues dans des cas de solidification où le transfert de chaleur est contrôlé. L'existence d'un niveau de surfusion élevé favorise la croissance dendritique selon des directions cristallographiques privilégiées constituées principalement de la fibre $\langle 100 \rangle$. Cette texture de fibre a été observée dans plusieurs cas de matériaux c.c et c.f.c. La littérature traitant ces aspects est abondante, à titre d'exemple on peut citer les travaux de Hunter [57, 58] sur l'acier inoxydable austénitique 304 et l'acier inoxydable ferritique 409, ceux de Bouche [59] sur l'acier inoxydable 316 L et ceux

de Hung [60] sur un acier TRIP. Cette texture est aussi observée dans les grains colonnaires lors de la coulée continue des aciers à bas carbone.

Dans le cas du soudage par fusion, l'anisotropie des grains est introduite par les variations du gradient thermique le long de la partie soudée. En déplaçant la source de chaleur, la direction de croissance de ces grains change continuellement en allant de l'interface solide /liquide vers le centre du bain liquide. Ce changement de direction de croissance induit une courbure du joint de grain et la germination de nouveaux grains à cette nouvelle interface, comme schématisé à la figure I. 18.

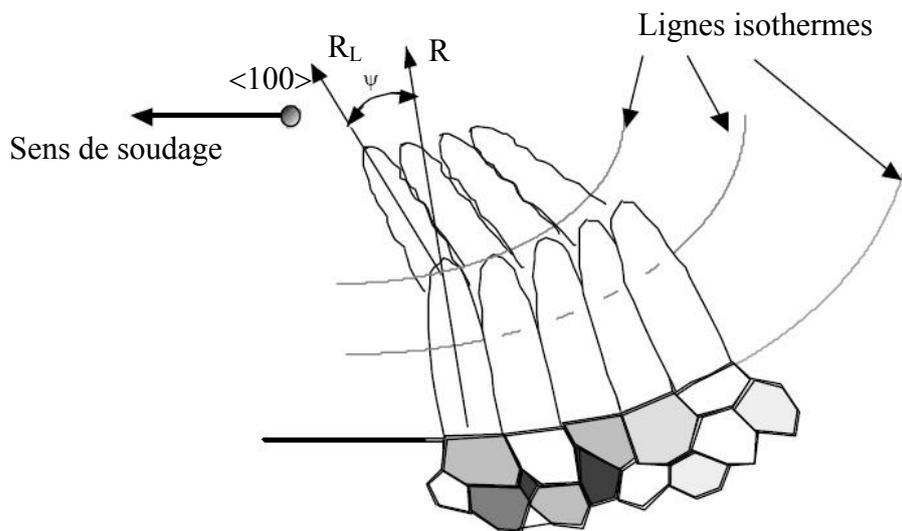


Figure I.18. Représentation schématique de la croissance locale et de la germination de nouveaux grains en fonction du gradient thermique lors de la solidification

L'expression de la vitesse de croissance R , donnée dans l'équation (I. 20) ne prend pas en considération l'anisotropie induite par la croissance cristalline au cours de la solidification. La littérature montre qu'il existe une vitesse de croissance locale R_c supérieure à celle donnée par l'équation (I. 20) et qui prend en considération le phénomène d'anisotropie [61-63]. Celle-ci est donnée par :

$$R_c = \frac{R}{\cos \psi} = \frac{v \cdot \cos \theta}{\cos \psi} \quad (\text{I. 21})$$

I.4.4. Transformations en ZAT

Comme dans plusieurs cas de soudage d'aciers, la zone affectée thermiquement des soudures d'aciers duplex est constituée de deux parties principales : la zone de surchauffe (adjacente à la zone fondue) et la zone de recuit partiel (adjacente au métal de base). Dans la

zone de surchauffe, le cycle thermique d'un acier duplex 2205 à 0.1 % N peut être partagé en trois régions (figure I.19.).

- Région I : le niveau atteint par le cycle thermique déclenche la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ par un mécanisme de croissance contrôlée par diffusion [64, 65]. Cette transformation peut dans certains cas se poursuivre jusqu'à ce que toute l'austénite soit transformée en ferrite.
- Région 2 : le niveau du gradient thermique dans cette zone favorise la forte croissance des grains ferritiques du fait de l'absence de l'austénite qui peut gêner cette croissance. On assiste ainsi à un cas similaire à celui des aciers ferritiques monophasés.
- Région 3 : Lors d'un refroidissement ultérieur à partir de cet état, l'austénite se reforme par précipitation aux joints de grains ferritiques de manière analogue à ce qui se passe lors de la solidification des soudures. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe suivant avec plus de détails.

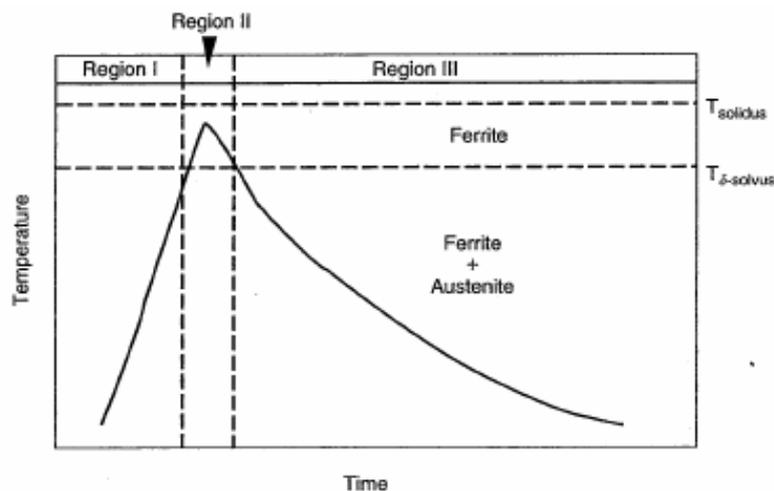


Figure I.19. Cycle thermique d'un acier duplex à 0.1 % d'azote obtenu dans la zone de surchauffe [66]

Pour une nuance donnée, l'étendue de la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ dans cette zone dépend fortement de la vitesse de refroidissement. Les refroidissements rapides empêchent l'achèvement de cette transformation et entraînent l'obtention d'une ZAT à forte teneur en ferrite qui affecte la ductilité et la ténacité de la soudure.

On note que la taille des grains ferritiques dans le métal fondu et la ZAT augmente avec l'apport de chaleur utilisé dans l'opération de soudage. Dans l'acier 2205 (figure I. 20), la taille des grains augmente de presque 5 fois quand l'apport de chaleur passe de 0.25 à 1.7 KJ/mm. L'acier superduplex 2507 présente un comportement similaire ; cependant la croissance des grains dans la ZAT est légèrement retardée.

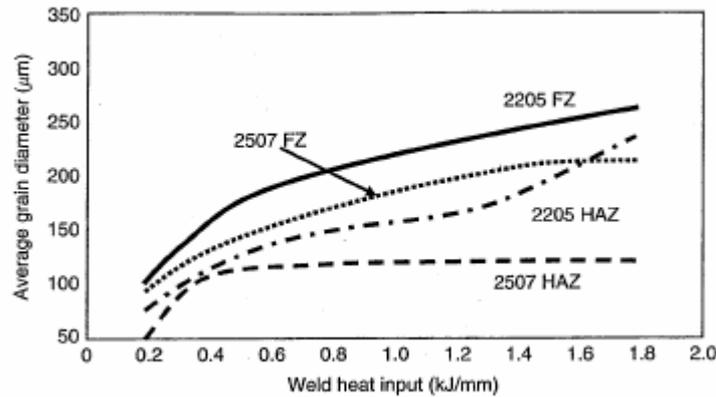


Figure I. 20. Effet de l'apport de chaleur sur la taille des grains ferritiques [67]

I.4.5. Reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier 2205:

Contrairement au métal de base où il est proche de 1, le rapport de phase δ/γ dans la ZAT des aciers duplex dépend fortement de l'apport de chaleur utilisé. En raison de son importance dans la détermination de la qualité des joints soudés, la reformation de l'austénite dans la ZAT des soudures d'acier duplex 2205 a été étudiée avec beaucoup d'attention dans de nombreux travaux scientifiques. Lors du refroidissement à partir du domaine ferritique monophasé, la précipitation de l'austénite débute aux joints de grains ferrite/ferrite ; elle est suivie par la formation d'austénite Widmanstätten et intragranulaire [68-70]. L'existence d'une structure ferritique à grains fins augmente la densité de joints de grains et favorise la reformation de l'austénite [71]. La précipitation d'austénite Widmanstätten et intragranulaire nécessite des forces motrices relativement faibles et peut se produire à haute température avec un faible degré de surfusion d'après Muthupandi et *al.* [72]. La reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier duplex 2205 dépend aussi de la teneur en éléments gammagènes ; l'augmentation de la teneur en nickel élève la température de début de formation de cette phase [73] et l'introduction de l'azote favorise la formation de structures Widmanstätten [72]. La vitesse de refroidissement, la taille des grains ferritiques et la présence ou non d'inclusions sont aussi des facteurs influant sur la reformation de l'austénite dans les soudures de l'acier duplex 2205 [74, 75].

I.5. Développement de textures dans les aciers inoxydables

I.5.1. Introduction

Les matériaux polycristallins sont constitués d'un agrégat de grains pouvant être assimilés à des polycristaux. Chaque grain est caractérisé par une taille, une forme et une

orientation cristallographique par rapport à un repère macroscopique lié le plus souvent à l'échantillon étudié.

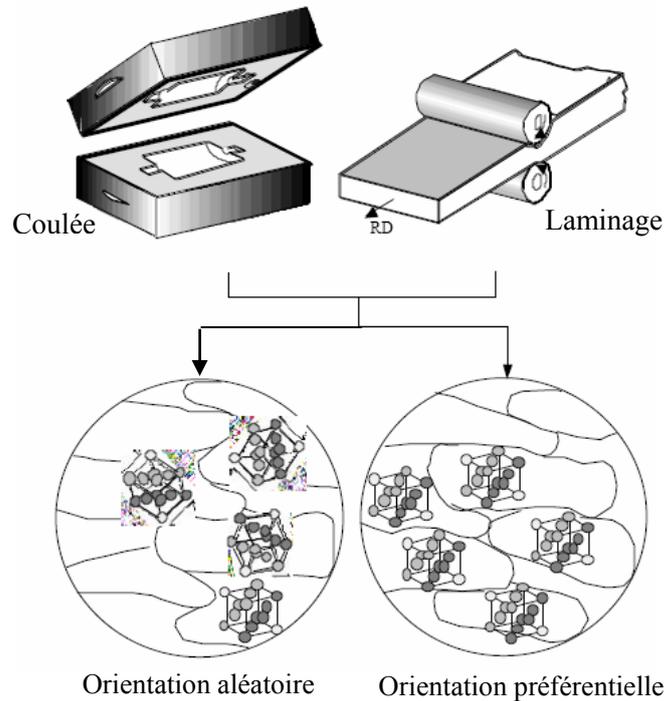


Figure I.21. Formation d'orientations aléatoire et préférentielle.

Lorsque la distribution statistique des orientations cristallographiques n'est pas aléatoire, les grains du matériau possèdent des orientations préférentielles; on dit donc que le matériau est texturé ou présente une texture cristallographique. Dans la pratique, une texture dans un matériau peut être créée sous l'action du procédé industriel utilisé pour sa fabrication (figure I. 21) tel que la solidification d'un liquide en contact d'une paroi froide, la déformation plastique par laminage, tréfilage, forgeage, ...etc

I.5.2. Microtexture et macrotexture

La texture d'un matériau donné peut être mesurée à l'échelle micro ou macro selon les informations qu'on veut en tirer. Dans la description de la macrotexture les grains du monocristal sont analysés de manière globale sans tenir compte de la position ni de l'orientation particulière de chaque grain. La diffraction des rayons X ou des neutrons est la technique la plus utilisée à cette échelle d'analyse. L'étude de la microtexture nécessite la connaissance de l'orientation cristallographique de chaque grain individuellement et la détermination de ses désorientations par rapport à ses voisins immédiats. De telles informations peuvent être obtenues par analyse des données EBSD [76, 77].

I.5.3. Indices de Miller $(hkl)[uvw]$

Dans un réseau cristallin de maille cubique de paramètre a , (hkl) représente l'ensemble des plans réticulaires parallèles et équidistants, qui coupent les axes du réseau cristallin respectivement à des distances na/h , na/k , na/l . Une direction cristallographique est notée $[uvw]$ où u , v , w sont les coordonnées du vecteur directeur de cette direction dans le repère du cristal. La direction normale à un plan (hkl) est alors notée $[hkl]$ [78]. Pour caractériser les orientations préférentielles (texture cristallographique) d'un matériau polycristallin, on introduit un repère macroscopique lié à l'échantillon étudié.

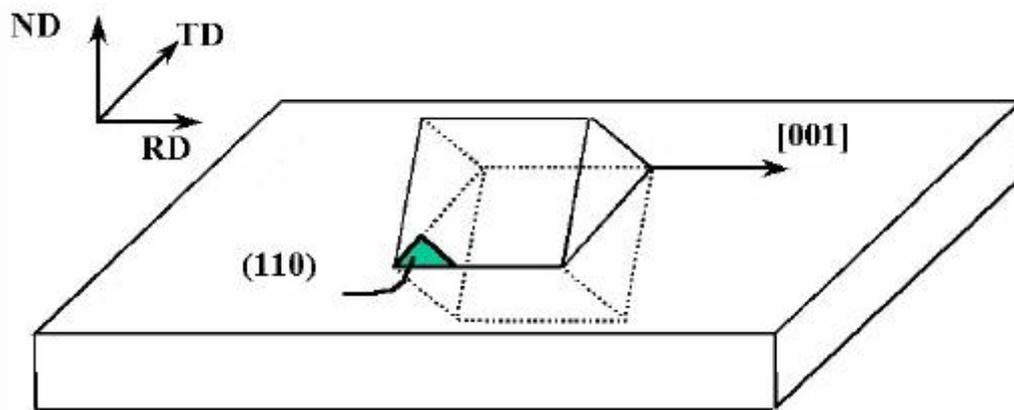


Figure I. 22. Représentation de l'orientation $(110)[001]$ par les indices de Miller.

Dans le cas de la déformation par laminage (figure I. 22), ce repère est défini par trois directions :

- (RD) représente la direction de laminage et coïncide avec l'axe X.
- (TD) représente la direction transverse et coïncide avec l'axe Y.
- (ND) représente la normale au plan de laminage (RD TD) et coïncide avec l'axe Z.

Si on note par $\{hkl\}$ tous les plans cristallographiquement équivalents aux plans (hkl) obtenus par symétrie du cristal, et par $\langle uvw \rangle$ la famille des directions équivalentes à la direction $[uvw]$ alors une orientation cristallographique décrite par les indices de Miller s'écrit:

$\{hkl\}\langle uvw \rangle$ où :

- $\{hkl\}$: indices de Miller d'un plan du cristal parallèle au plan de la tôle (RD TD).
- $\langle uvw \rangle$: indices de Miller d'une direction du cristal parallèle à la direction de laminage.

Ainsi sur l'exemple présenté à la figure I. 22 le cristal a l'orientation exacte $(110)[001]$, mais on utilise d'une manière générale la notation $\{110\}\langle 001 \rangle$ qui tient compte de la symétrie du cristal et éventuellement de celle du procédé.

I.5.4. Quelques types de textures

I.5.4.1. Texture de solidification :

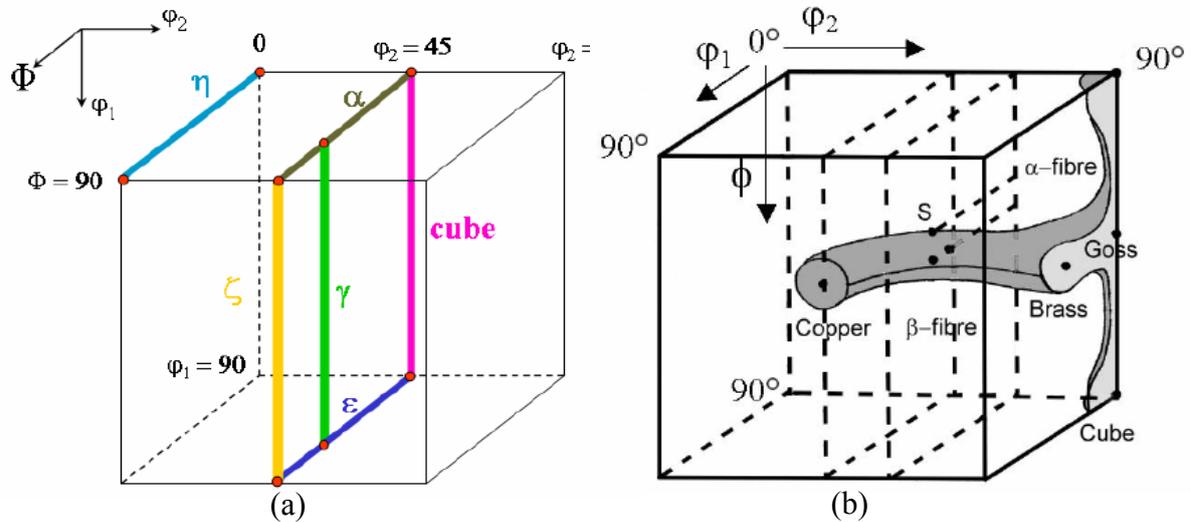
Lors de la coulée ou du soudage par fusion, l'acier passe à l'état liquide isotrope. Au cours de la solidification, il prend ses premières orientations préférentielles qui influent sur sa texture. La solidification s'amorce en général lors du contact du métal fondu avec des parois froides (chanfrein d'une pièce à souder, paroi d'un moule d'élaboration, etc...). De nombreux grains germent à l'interface solide/liquide sans avoir une texture marquée ; mais certains, mieux orientés, se développent plus vite dans le bain liquide et forment des cristaux colonnaires ou basaltiques qui empêchent les autres de progresser puis souvent les absorbent. [79, 80]. Dans le cas des métaux à symétrie cubique (c.c et c.f.c), la direction de croissance observée est souvent de type $\langle 001 \rangle$, c'est-à-dire une texture de fibre où on a une direction $\langle 001 \rangle$ parallèle à l'écoulement de chaleur, et un plan $\{001\}$ parallèle à la paroi solide au front de la solidification [79-81].

I.5.4.2. Texture de déformation

Les changements d'orientation qui se produisent dans un acier sous l'effet d'une sollicitation mécanique sont dus au fait que la déformation se fait sur des systèmes de glissement et de maillage spécifiques. Pendant la déformation plastique, chaque grain subit une déformation différente de celle de ses voisins. Cette déformation entraîne une rotation cristallographique qui n'est pas aléatoire. Par conséquent, les grains acquièrent des orientations privilégiées, ou texture. Dans le cas du laminage des matériaux c.c, la texture des tôles laminées se développe sous forme de fibres ; c'est-à-dire que les orientations des grains par rapport à la tôle ont en commun un axe du cristal. L'intensité des différentes composantes de cette texture dépend de plusieurs facteurs tels que la texture initiale de l'acier, la température et le taux de déformation, l'énergie de défaut d'empilement, la morphologie et la taille initiales des grains, la présence d'une seconde phase, etc... . Pour les aciers ferritiques à bas carbone et les aciers inoxydables ferritiques, le laminage entraîne le développement de deux composantes majeures de texture qui sont :

- La fibre α qui s'étale de la composante $\{001\}\langle 110 \rangle$ jusqu'à $\{111\}\langle 110 \rangle$ le long de $\langle 001 \rangle // RD$. Cette fibre est aussi décrite par $\{hkl\}\langle 001 \rangle$.
- La fibre γ qui s'étale de la composante $\{111\}\langle 110 \rangle$ jusqu'à $\{111\}\langle 112 \rangle$ le long de $\langle 111 \rangle // ND$, elle est décrite aussi par $\{111\}\langle uvw \rangle$

Une représentation schématique des principales composantes de texture rencontrées dans les matériaux cubiques et cubiques à face centrée dans l'espace d'Euler est donnée dans la figure I.23.



I.5.4.3. Développement de texture lors des traitements de recuit

Le recuit est un transformateur et non un créateur de texture comme la solidification ou la déformation plastique [79]. Cependant, à la différence des transformations allotropiques qui conduisent à des orientations préférentielles en général très atténuées par rapport à la texture initiale, le recuit peut donner lieu à des textures bien plus marquées que les textures de déformation. Il peut aussi maintenir celles-ci, les estomper ou les faire disparaître.

Suite à une déformation plastique, la structure de la plupart des aciers contient des zones complexes de sous-grains allongés dans le sens de la déformation. Elle est constituée aussi de bandes de cisaillement et de fortes densités de dislocation au voisinage des joints de grains originaux de l'acier [76]. Lors des traitements de recuit, les fortes énergies emmagasinées dans ces régions déformées font que la germination ne se fait pas d'une façon aléatoire mais s'amorce dans des sites préférentiels. Les germes ainsi formés prennent des orientations particulières pouvant affecter la texture finale de recristallisation. On peut donc dire que le lien entre la texture de déformation et la texture de recristallisation provient de l'orientation des germes et de leur croissance [80, 81]. Une texture formée suite à la germination de grains ayant certaines orientations, est issue du phénomène de germination orientée [80]. Ce phénomène explique l'existence de texture de recristallisation identique à celle de déformation dans certains matériaux. Les textures issues de la croissance orientée

sont le résultat de la croissance privilégiée des germes possédant une certaine relation d'orientation avec la structure de déformation (matrice) [81]. Ce comportement est généralement observé dans les monocristaux où les grains qui se développent rapidement présentent des relations simples avec la matrice ; par exemple une rotation de 25-27° autour d'un axe $\langle 110 \rangle$ pour les matériaux à réseau cubique centré, et une rotation de 30-40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ pour les matériaux à réseau cubique à face centrée [76-78]. Les relations que l'on observe dans la croissance orientée correspondent aux joints de coïncidence qui présentent une plus grande mobilité et une énergie moindre par rapport à d'autres joints banals. Ces joints de coïncidence apparaissent en particulier par la formation de macles pendant le développement d'un grain dans la matrice faiblement écrouie ; ceci se produit lorsque le maclage conduit à un joint de coïncidence entre macle et matrice et que l'énergie du joint banal initial est supérieure à la somme des énergies des deux joints formés : joint de macle formé (énergie très faible) et joints de coïncidence (énergie inférieure par exemple de 10 % à celle du joint banal) [79]

I.5.4.4. Développement de texture dans les aciers inoxydables

Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables dépendent fortement de la combinaison de plusieurs caractéristiques structurales telles que la morphologie et la taille des grains, l'équilibre de phase et la texture cristallographique. En raison de l'importance de la relation texture-microstructure dans cette classe d'aciers, la littérature scientifique a traité ces aspects avec beaucoup d'attention.

D'après Goodman et Hu [82], la texture de l'acier inoxydable 304 change graduellement de l'orientation laiton $\{110\}\langle 112 \rangle$ vers l'orientation $\{123\}\langle 412 \rangle$ lorsque la température de laminage augmente de 200 à 800°C. Ces résultats ont été confirmés plus tard par Yushkov et *al.* [83] sur un acier austénitique de type 18Cr-9Ni. Dans le même contexte Dickson [84] puis Donadille [85] ont montré la présence d'une forte texture de type laiton dans un acier inoxydable austénitique contenant 18% Cr et 10-14% Ni et l'acier inoxydable austénitique 316L. On conclut ainsi d'après ces travaux et ceux réalisés récemment par Singh [86], Chowdhury [87] et Kumar [88] que la texture de laminage des aciers inoxydables austénitiques est composée principalement de la composante laiton $\{110\}\langle 112 \rangle$; d'autres composantes moins intenses telles que $\{135\}\langle 211 \rangle$, $\{110\}\langle 001 \rangle$ et $\{211\}\langle 001 \rangle$, peuvent être aussi rencontrées. Donadille et al [85] ont aussi observé une rétention complète de la

texture laiton lors d'une recristallisation discontinue de l'acier 316L, dû à l'effet du molybdène en soluté.

Comme pour les aciers inoxydables austénitiques, la texture des aciers inoxydables ferritiques a été étudiée avec beaucoup d'attention par la bibliographie scientifique. La déformation par laminage des aciers ferritiques s'effectue principalement par glissement ; ceci fait développer une texture de laminage constituée de deux fibres majeures que sont la fibre $\alpha <110> // RD$ et la fibre $\gamma <111> // ND$ [76, 77]. Lewis et Pickering [89] ont étudié la texture de différents aciers ferritiques avec des teneurs en chrome allant de 17 à 25% et ont conclu que celle-ci est indépendante de la composition chimique. Pour de faibles taux de réduction, la composante $\{111\}<112>$ domine la texture de laminage ; en augmentant le taux de déformation cette composante change vers $\{111\}<110>$ et $\{112\}<110>$ avec une introduction progressive de la composante $\{100\}<011>$ qui devient dominante à de fortes déformations (95%). Ces mêmes auteurs ont montré par la suite que la texture de recristallisation développée lors d'un traitement de recuit dépend fortement des sites de germination dans les grains ferritiques recristallisés ; la germination dans les joints de grains déformés favorise la formation de la composante cube tourné $\{100\}<110>$ tandis que la germination dans les bandes de déformation entraîne la formation de la composante Goss $\{110\}<001>$. D'autres travaux effectués par Raabe et *al.* [90, 91] et Sinclair et *al.* [92] convergent vers les mêmes résultats. Dans d'autres travaux, Raabe et *al.* [93] ont obtenu un gradient de texture très hétérogène à travers l'épaisseur de tôles d'aciers inoxydables ferritiques à 17% Cr.

Les textures formées dans les aciers inoxydables duplex sont en général interprétées sur la base de celles des aciers monophasés austénitiques et ferritiques. Hutchinson et *al.* [94] ont observé une forte anisotropie dans un acier duplex 2205 à forte teneur en azote suite aux processus de déformation et de recristallisation. Les textures qu'ils ont observées sont constituées des composantes $\{100\}<110>$ pour la ferrite et $\{100\}<112>$ pour l'austénite. Dans des aciers duplex à différentes teneurs en azote, Akdut et *al.* [95, 96] ont constaté que contrairement aux aciers ferritiques à bas carbone où le glissement s'effectue en général sur les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$, le glissement de dislocation dans des aciers duplex à différentes teneurs en azote devient de plus en plus difficile avec l'augmentation de la teneur en cet élément. Ils ont conclu ainsi que le glissement de dislocation s'effectue principalement sur la famille de plans $\{110\}$ ce qui empêche la formation des textures de fibres α et γ .

Ul Haq et Bunge [97] ont aussi observé des composantes Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ et cube $\{001\}\langle 100\rangle$ lors d'une recristallisation partielle d'un acier inoxydable duplex 2205 laminé à chaud. D'autres travaux réalisés récemment par Padilha et *al.* [98] et Cizek et *al.* [99] convergent vers les mêmes résultats.

I.5.4.5. Texture et relation d'orientation cristallographique

La relation d'orientation cristallographique (OR) entre deux phases de réseaux cristallins différents est l'un des phénomènes importants pouvant affecter la relation microstructure-propriétés des aciers. Une (OR) entre deux phases est souvent obtenue dans les microstructures de solidification où le lien entre celles-ci peut s'établir au cours de la solidification ou lors de la transformation ultérieure à l'état solide au cours du refroidissement. Par exemple, lors du soudage par fusion des aciers inoxydables duplex la structure de solidification à haute température est totalement ferritique, elle se transforme partiellement en ferrite δ au cours du refroidissement. Une relation d'orientation cristallographique peut se produire aussi lors d'une transformation de phase sans diffusion telle que la transformation martensitique. Historiquement, cinq relations d'orientation cristallographique sont citées dans la littérature scientifique ; trois d'entre elles sont les plus utilisées pour décrire la transformation c.f.c \leftrightarrow c.c ; ce sont celles de Bain [100], Kurdjumow et Sachs (K-S) [101] et celle de Nishiyama [102] et Wasserman [103] (N-W). Ces trois relations, dont les principales caractéristiques sont données dans le tableau I.1, ne diffèrent l'une de l'autre que de quelques degrés.

Tableau I.1. Description des relations de Bain, K-S et N-W.

| Relation d'orientation | Expression | Rotation correspondante | Désorientation minimale |
|------------------------|--|--|---|
| Bain | $\{100\}_\gamma // \{100\}_\alpha$ $\langle 100 \rangle_\gamma \langle 110 \rangle_\alpha$ | 45° autour de $\langle 100 \rangle$ | 45° autour de $\langle 100 \rangle$ |
| Kurdjumow-Sachs | $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ $\langle 110 \rangle_\gamma \langle 111 \rangle_\alpha$ | 90° autour de $\langle 112 \rangle$ | 42.8 autour de $\langle 0.18, 0.18, 0.97 \rangle$ |
| Nishiyama-Wassermann | $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ $\langle 112 \rangle_\gamma \langle 110 \rangle_\alpha$ (ou $\langle 110 \rangle_\gamma \langle 100 \rangle_\alpha$) | 95.3° autour de $\langle 2.14, 2.41, 1.41 \rangle$ | 46° autour de $\langle 0.08, 0.20, 0.98 \rangle$ |

La relation de Bain est la plus simple dans la mesure où elle n'implique que 3 variantes. Les relations de KS et NW sont les plus adoptées pour les aciers même si on trouve dans certains travaux la relation de Greninger-Troiano [104] qui est une relation intermédiaire entre K-S et

N-W. On peut aussi trouver la relation de Pitsch [105] qui a été observée récemment par Headley et Brooks [106] dans une structure de solidification d'acier inoxydable austénitique.

I.5.5. Texture des joints de grains

Les joints de grains constituent un des paramètres métallurgiques les plus importants qui peut affecter les propriétés mécaniques, physiques et chimiques d'un matériau. Du fait de cette importance, l'étude de la structure des joints de grains a fait l'objet de divers travaux de recherche ces dernières décennies. Un joint de grains peut être défini comme étant l'interface entre deux cristaux de même nature et d'orientation cristallographique différente. En fonction de la position de l'axe de rotation par rapport au plan de l'interface, les joints de grains peuvent être classés en trois catégories [107]:

- les joints de flexion où l'axe de rotation est perpendiculaire à la normale au plan du joint,
- les joints de torsion où l'axe de rotation est parallèle à la normale,
- les joints mixtes où l'axe de rotation est quelconque.

Malgré son importance, cette classification reste insuffisante pour caractériser l'ensemble des joints de grains. Les joints de grains sont souvent étudiés en utilisant les distributions expérimentales d'angles de désorientation [108]. Dans ce contexte les matériaux sont classés dans trois groupes :

Le groupe I rassemble les matériaux de structure cfc ayant une énergie de faute d'empilement relativement faible, susceptibles de maclage thermique conduisant à des macles lamellaires. On trouve dans ce groupe le cuivre, certains aciers inoxydables, le nickel qui a une énergie moyenne mais présente des macles lamellaires, ...etc.

Le groupe II contient les matériaux cfc à forte énergie de faute d'empilement où les macles se forment préférentiellement aux coins des cristaux.

Le groupe III Contient les métaux cc non soumis au maclage thermique et possédant une énergie de faute d'empilement relativement élevée.

La structure des joints de grains peut être également définie par la densité réciproque des sites de coïncidence Σ évaluée sur la base de la théorie des réseaux de sites de coïncidence (C.S.L) (appelée encore distribution du caractère de joint de grain), [109-112]. Pour cette définition on a deux caractéristiques principales :

- L'indice de coïncidence Σ qui est l'inverse de la densité de coïncidence entre les réseaux des deux grains par rapport aux sites réels dans le plan du joint.
- $\Delta\theta$, qui est la déviation angulaire maximale de la coïncidence exacte, pour laquelle le joint garde ses propriétés. Pour une valeur donnée de l'indice de coïncidence Σ , le critère de Brandon définit cette déviation par [113] :

$$\Delta\theta \leq \frac{15^\circ}{\sqrt{\Sigma}} \quad (\text{I. 22})$$

I.5.5.1 Définition du réseau de sites de coïncidence

Le réseau de sites de coïncidence peut être défini comme étant le plus petit réseau inclus dans les réseaux de deux cristaux [107]. Afin de bien comprendre cette description cristallographique, il faut prendre deux réseaux cristallins identiques que l'on les superpose (figure I. 24a). On choisit un site et l'on trace une droite quelconque par ce site.

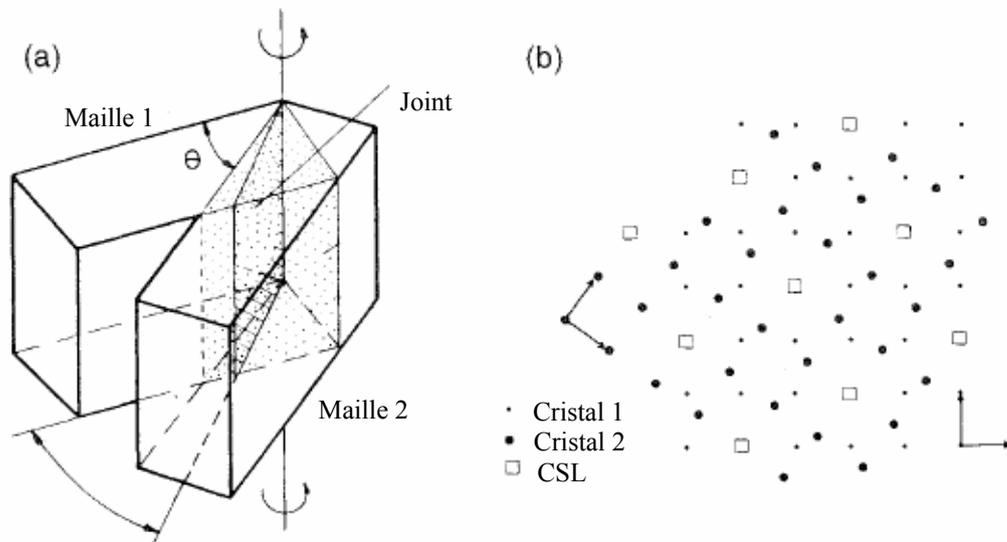


Figure I. 24. Formation d'un réseau de sites de coïncidence.
 a) Interprétation notionnelle de deux mailles adjacentes désorientées de $\theta/ \langle uvw \rangle$.
 b) Représentation bidimensionnelle de la formation d'un joint coïncident $\Sigma 5$ par une désorientation de 36.9° autour de $\langle 100 \rangle$ [77].

En faisant tourner les réseaux autour de cet axe l'un par rapport à l'autre, il est possible d'observer des sites communs à ces deux réseaux ; ces sites sont appelés réseau de coïncidence (CSL : coïncidence site lattice) ; ils forment un sur-réseau. [114].

I.5.5.2. Indice de coïncidence Σ

L'indice de coïncidence Σ est défini par le rapport du volume des mailles du réseau de coïncidence à celui des mailles du réseau de base ; on a donc :

$$\Sigma = \frac{\text{volume de la maille de coïncidence}}{\text{volume de la maille primitive du cristal}} = \frac{1}{\rho} \quad (\text{I. 23})$$

ρ est l'inverse de la densité de nœuds communs aux deux réseaux cristallins dans le réseau CSL.

Dans les matériaux à symétrie cubique, les indices de coïncidence sont tous impairs et sont reliés à l'angle et à l'axe de rotation θ $\langle uvw \rangle$ entre les cristaux par les expressions suivantes [115] :

$$\text{tg}(\theta/2) = m\lambda/n \quad \text{et} \quad \Sigma = [n^2 + m^2\lambda^2]\alpha. \quad (\text{I. 24})$$

Avec : - m et n sont des nombres entiers premiers,

$$- \lambda = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} .$$

- α prend généralement la valeur 1 ou $1/2$.

De plus l'indice Σ est relié aux indices du plan du joint (hkl) par :

$$\Sigma = n(h^2 + k^2 + l^2). \quad \text{Avec } n = 1 \text{ ou } 1/2 \quad (\text{I. 25})$$

L'indice de coïncidence varie d'une manière discontinue avec l'angle de rotation entre les cristaux autour de l'axe donné [107]. Dans le tableau I.2, nous présentons un exemple de ces variations pour des joints de grains de matériaux à symétrie cubique et d'axes de désorientation $\langle 111 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ servant de modèle de structures intergranulaires.

Tableau I.2. Exemple de certaines valeurs de l'indice Σ pour des rotations entre cristaux autour des axes $\langle 111 \rangle$ $\langle 110 \rangle$ d'angles inférieurs à $70^\circ 53'$ [107, 115].

| Σ | $\theta^\circ_{\langle kkl \rangle}$ |
|----------|--------------------------------------|
| 1 | 0 |
| 3 | $60^\circ \langle 111 \rangle$ |
| 7 | $38^\circ \langle 111 \rangle$ |
| 9 | $38.94^\circ \langle 110 \rangle$ |
| 11 | $50.48^\circ \langle 110 \rangle$ |
| 13b | $22^\circ \langle 111 \rangle$ |
| 19 | $26.53^\circ \langle 110 \rangle$ |
| 27 | $31.59^\circ \langle 110 \rangle$ |
| 33 | $58.99^\circ \langle 110 \rangle$ |

Selon les valeurs de Σ , les joints de grains sont classés en deux catégories [116] :

- Joints quelconques ($\Sigma > 29$).
- Joints spéciaux ou joints de coïncidence ($\Sigma < 29$).

Les joints spéciaux sont partagés en trois sous-catégories selon la valeur de Σ à savoir :

- Joints de faible désorientation caractérisés par $\Sigma 1$.
- Joints de macle caractérisés par $\Sigma 3^n$.
- Joints spéciaux autres que $\Sigma 3^n$ caractérisés par $\Sigma 5, \Sigma 7, \Sigma 11$ à 25 et $\Sigma 29$

Les joints spéciaux présentent de meilleures propriétés physiques que les joints quelconques, ils ont par exemple une meilleure résistance à la corrosion intergranulaire, à la précipitation, au fluage, au glissement intergranulaire et à la fissuration par corrosion sous contrainte. De plus, le coefficient de diffusion intergranulaire des impuretés dépend fortement de la structure du joint de grains [114].

Partie II

Matériaux et procédures expérimentales

II. Matériaux et procédures expérimentales

II.1. Introduction :

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

II.2. Matériaux utilisés

Le métal de base que nous avons utilisé pour la réalisation de ce travail est un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance 2205. Il se présente sous forme de tube de 170 mm de diamètre et de 7.11 mm d'épaisseur. Son état initial est caractérisé par la présence d'une structure biphasée constituée de deux phases, l'austénite γ de structure c.f.c et la ferrite δ de structure c.c. Dans cet état, les proportions des deux phases sont respectivement de 52% et 48 %. Un examen au microscope optique de l'état initial de l'acier a permis d'obtenir la micrographie ci-contre :

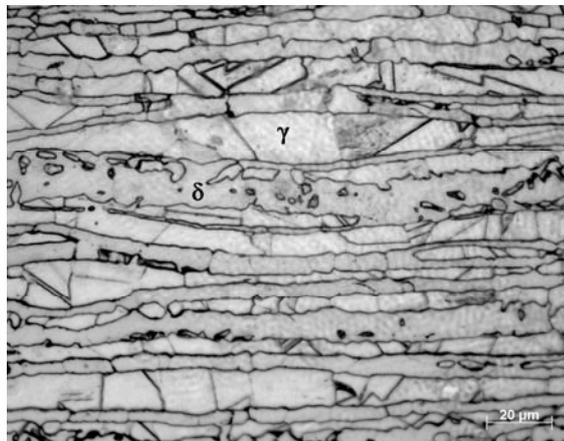


Figure II.1. Micrographie optique de l'acier inoxydable duplex 2205 à l'état initial

Pour la réalisation des différentes soudures, nous avons utilisé un métal d'apport de nuance ER 2209 (selon AWS). Les électrodes sont à enrobage basique ou rutile. L'analyse de la composition chimique de ces deux métaux par spectroscopie à fluorescence X a permis d'obtenir les pourcentages massiques des différents éléments d'alliage les constituant. Ces quantités sont données dans le tableau II.1. En comparant les deux compositions on remarquera que nous avons choisis un métal d'apport à plus faible teneur en carbone que le métal de base pour minimiser le risque de précipitation des carbures de Chrome ; le taux de

Nickel y est par contre plus élevé pour stabiliser l'austénite dans la zone fondue. La légère différence en Chrome à l'avantage du métal d'apport permettra de compenser les éventuelles pertes causées par évaporation. On remarque enfin que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables duplex.

Tableau II.1: Composition chimique du métal de base et du métal d'apport

| Element | C | Si | Mn | Ni | Mo | Cr | P | S | Cu | N |
|---------------------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|------|------|
| 2205 steel (Wt %) | 0.03 | 0.36 | 1.77 | 5.70 | 2.258 | 22.05 | 0.018 | 0.015 | 0.2 | 0.14 |
| Filler Metal (Wt %) | 0.009 | 0.39 | 1.57 | 8.55 | 3.29 | 22.25 | 0.008 | 0.001 | 0.10 | 0.10 |

II.3. Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage

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

Après le nettoyage des éprouvettes, un chanfrein doit être préparé pour être rempli du métal déposé. La forme et les dimensions de ce chanfrein dépendent de la géométrie de l'éprouvette à souder. Dans notre cas, un chanfrein de type V a été usiné. Les caractéristiques géométriques de ce chanfrein sont représentées schématiquement dans la figure II.2.

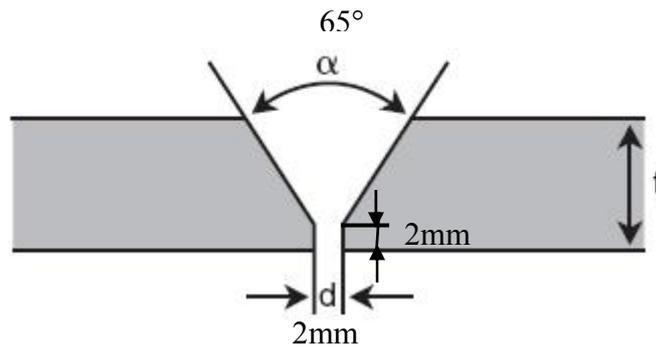


Figure II.2. Forme et dimensions du chanfrein préparé

II.3.1. Conditions du mode opératoire

II.3.1.1 Préchauffage

En général, le préchauffage des aciers inoxydables duplex et superduplex n'est pas exigé sauf lorsque des effets de bridage sévère sur des structures à forte teneur en ferrite

(ZAT) peuvent provoquer la fissuration par hydrogène. Dans de tels cas, un préchauffage jusqu'à 150 °C est recommandé.

II.3.1.2 Température d'interpasse

Pour les aciers duplex à 23 % Cr sans Mo et 22 % Cr, la température entre passes ne doit pas dépasser 200 °C ; elle ne doit pas dépasser 150°C pour les nuances duplex et super duplex. Une température maximale de 100 °C est recommandée pour obtenir des propriétés optimales pour le métal fondu. Lorsqu'un traitement d'hypertrempe doit être appliqué après soudage, il n'est pas exigé de limite particulière aux temps entre passes [117].

II.3.1.3 Energie de soudage

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

$$E_{s \text{ kJ/mm}} = \frac{I_{(A)} \times U_{(V)}}{V_{S(mm/min)}} \times \frac{60}{1000} \quad \text{où}$$

- I et U : intensité et tension du courant,
- V_S : vitesse d'avance de la torche ou de l'électrode de soudage.

Certains fabricants d'aciers de base ou de produits d'apport austéno-ferritiques indiquent les fourchettes d'énergie de soudage optimales recommandées.

II.3.1.4 Protection envers

Les procédés de soudage à l'arc, et particulièrement le soudage TIG, impliquent nécessairement des moyens de protection du bain de métal en fusion contre le phénomène d'oxydation. La protection externe est assurée par un courant d'argon amené par la torche et la protection interne par un balayage d'argon [118]. Les soudures mal protégées présentent en général un certain état d'oxydation du métal fondu et de la zone affectée thermiquement [119]. Dans le soudage des aciers inoxydables duplex, l'argon est le plus utilisé comme gaz de protection pour son moindre coût et son faible potentiel d'ionisation qui favorise la formation d'un plasma au passage de l'arc électrique. De plus, l'argon étant plus lourd que l'hélium, il enveloppe plus longtemps la surface de soudage assurant ainsi une meilleure protection. On notera que l'utilisation de l'hélium comme gaz de protection, de par son potentiel d'ionisation élevé et sa meilleure conductivité thermique, conduit à une tension d'arc supérieure et donc à une énergie transférée plus importante ; cependant sa densité plus faible entraîne une

distribution spatiale de température plus large. Le débit optimal de gaz ne doit pas perturber le bain liquide et un écoulement laminaire est préférable.

II.3.2. Procédés de soudage utilisés

Il existe de nombreux procédés de soudage dont les principes et la mise en oeuvre sont très différents. Pour les uns l'assemblage est obtenu par fusion locale des éléments à assembler, pour d'autres la continuité métallique est obtenue sans fusion par effet purement mécanique. On peut aisément classer ces procédés en fonction des énergies mises en oeuvre comme représenté sur la Figure II.3.

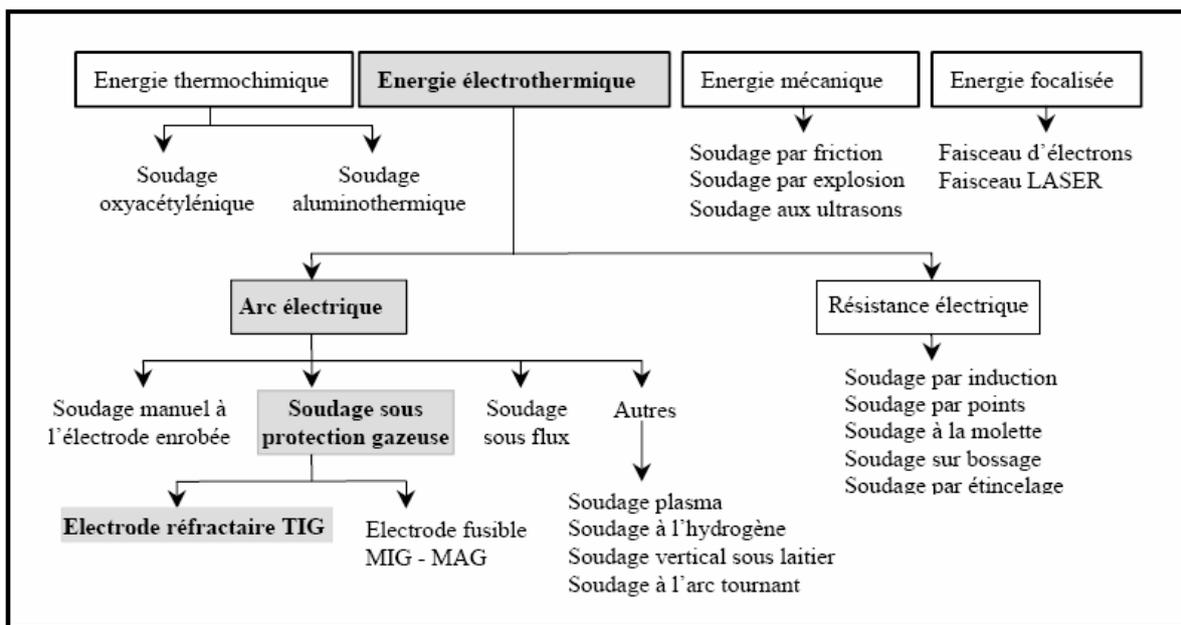


Figure II.3: Classification des procédés de soudage [120]

Pour effectuer les soudures bout à bout de notre étude, faites en trois passes, deux procédés ont été choisis. La première passe (passe de fond) a été réalisée en utilisant le procédé de soudage TIG (Tungsten Inert Gas) avec un métal d'apport de type DP8T (E 2209) les deux autres, appelés passes de bourrage, ont été exécutées au procédé de soudage à l'arc manuel avec électrodes enrobées, SMAW (Shielded Metal Arc Welding). Dans ce qui suit nous présentons brièvement ces deux procédés.

II.3.2.1. Le procédé TIG

Le procédé TIG est souvent utilisé pour le soudage de tubes et de tôles de faible épaisseur, il est également utilisé dans les premières passes des structures de forte épaisseur. Le soudage TIG assure l'intégrité de la zone fondue par sa protection gazeuse. L'absence de transfert de

métal dans l'arc assure un comportement d'arc et de bain très stable garantissant des qualités de cordons optimales, lisses en endroit et en envers, exempts de défauts tels que les caniveaux, les morsures ou les projections de métal. La torche de soudage (figure II.4) est composée de l'électrode de tungstène, d'une arrivée de gaz, et d'une buse en céramique permettant de canaliser le flux gazeux, et éventuellement d'un circuit de refroidissement. Pour le soudage manuel, la torche est équipée d'une gâchette qui permet d'amorcer l'arc électrique et le cycle de soudage [121].

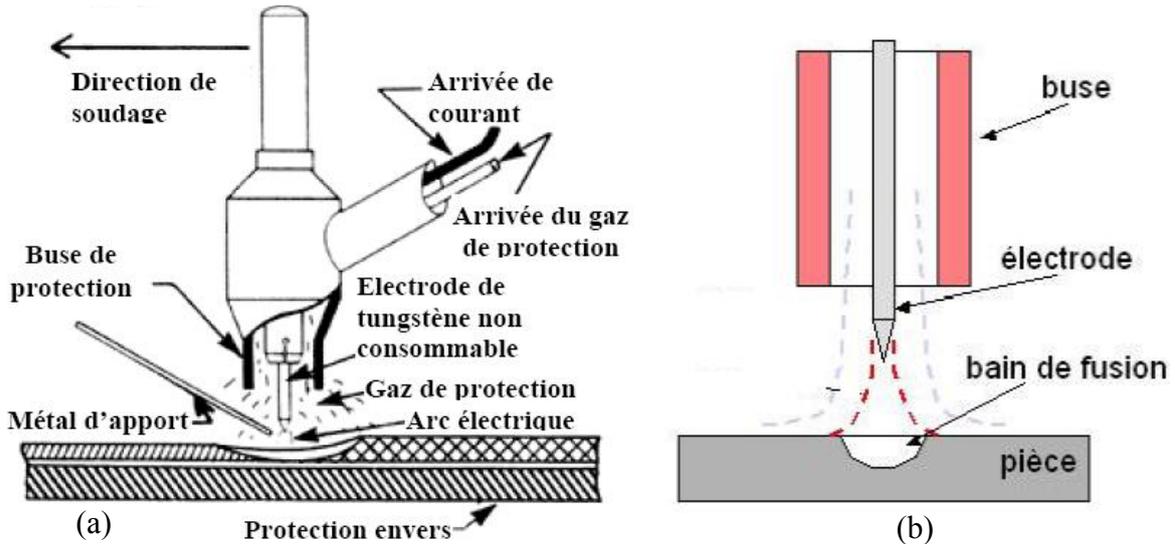


Figure II. 4. Représentation schématique du principe du soudage TIG [121]

Pour éviter l'oxydation du métal et des zones thermiquement affectées au cours du refroidissement, on utilise des systèmes de protection du cordon endroit et envers qui confinent sous atmosphère neutre les zones sensibles. L'arc électrique est créé dans une veine de gaz inerte grâce à une électrode réfractaire en tungstène qui peut contenir des éléments d'addition comme le thorium ou l'yttrium pour favoriser l'émission électronique. Cet arc engendre un champ magnétique auto induit qui crée à son tour des forces de Lorentz qui vont entraîner le gaz de projection vers la surface de la pièce. L'énergie calorifique provenant du plasma constitué des particules d'ionisation du gaz de protection, des électrons de l'arc électrique et d'éléments métalliques vaporisés, permet de faire fondre localement les bords à souder formant ainsi le joint soudé après refroidissement [117,120].

Dans le cas du soudage de tubes d'acier inoxydable duplex, le gaz destiné à la protection de l'intérieur des tubes soudés d'un seul côté peut être soit de l'argon pur (Ar 99,99%) soit de l'azote de haute pureté (99,99%). Il convient toutefois de se prémunir contre la présence d'Hydrogène qui peut provoquer une fragilisation à froid du joint soudé.

II.3.2.2. Le soudage à l'électrode enrobée

Le soudage à l'électrode enrobée (shielded metal arc welding –SMAW-) est l'un des plus simples procédés de soudage à l'arc. L'appareillage comporte une source de courant continu ou alternatif, une pince porte électrode, un câble de liaison et un câble de masse. Sa simplicité fait remonter son utilisation dans le secteur industriel aux années 1900.

L'électrode enrobée est placée et serrée sur la pince porte électrode reliée au câble de sortie de poste de soudage. Le connecteur de pièce est relié au générateur et est placé sur la pièce à souder. L'arc électrique est amorcé par contact électrode-pièce et entraîne instantanément la fusion de l'électrode et la formation du cordon. Ce dernier se présente après solidification recouvert de laitier provenant de l'enrobage fondu que l'on élimine ultérieurement. Les caractéristiques des soudures réalisées ainsi dépendent de deux facteurs principaux : la technologie d'élaboration de l'électrode et l'habileté de l'opérateur.

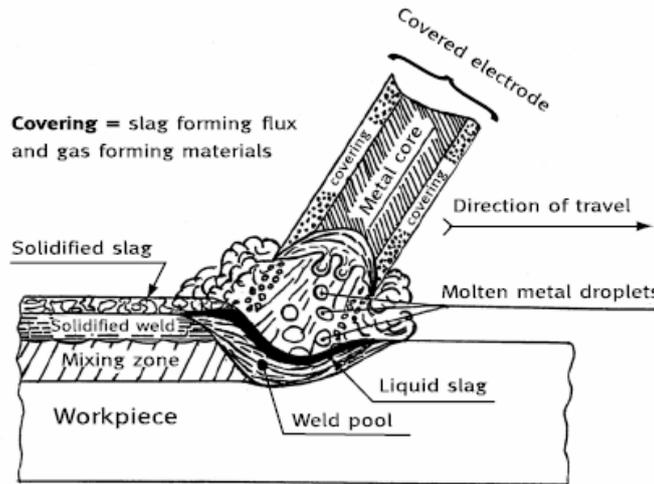


Figure II.5. Schéma du soudage à l'électrode

L'électrode se présente sous forme de baguette comportant une âme métallique conductrice et un enrobage composite généralement non conducteur (figure II.6). Elaborée en fonction du matériau à souder, elle est à l'origine des taux de dépôt et de la qualité des soudures. Le rôle de l'âme dans une baguette de soudage est d'assurer la conduction du courant électrique, d'apporter le métal de remplissage pour former le cordon de soudure ; elle apporte aussi les éléments d'alliages devant assurer une grande part des caractéristiques de la soudure. La composition chimique du métal de l'âme est en général très proche de celle du métal de base, son épaisseur est fonction du taux de dépôt désiré qui est lui-même fonction des épaisseurs à souder.

L'enrobage est constitué d'un mélange de corps très divers agglomérés autour de l'âme par un liant. Compte tenu de leurs comportements physico-chimiques pendant l'opération de soudage, une grande diversité d'enrobage existe dans le secteur industriel.

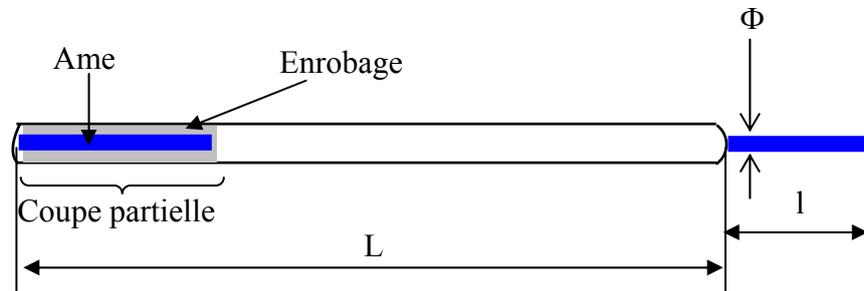


Figure II. 6. Schéma de l'électrode enrobée

Les éléments les plus usités dans leur fabrication sont des minerais, des silicates, des carbonates, des matières organiques, des métaux en poudres, du graphite, ...etc. l'enrobage assure trois fonctions essentielles : électrique, physique et métallurgique. La fonction électrique est liée à l'amorçage et à la stabilisation de l'arc, et la fonction physique concerne la viscosité et la tension superficielle du laitier qui contrôlent le transfert des gouttelettes du métal, la protection efficace du bain de fusion ainsi que sa mouillabilité. Le rôle métallurgique comprend les réactions chimiques entre le métal fondu et l'enrobage, c'est-à-dire, l'affinage du métal fondu.

II.4. Prélèvement et préparation des échantillons

La connaissance des propriétés d'un matériau nécessite une évaluation de la forme, de la distribution, de la quantité et de la nature des constituants (phases) qui le compose. Pour une technique d'analyse donnée, le mode de prélèvement des échantillons à partir des composants industriels dépend de l'information recherchée. Dans le cas du soudage, le suivi de l'évolution structurale en fonction des passes de soudage nécessite le plus souvent un prélèvement d'échantillon dans la direction transverse à celle du soudage. Pour notre travail, nous avons effectué des coupes transversales dans le cordon de soudure. Le sens de soudage correspond à la direction TD de l'échantillon. Le sens de prélèvement de l'échantillon par rapport aux directions RD, TD et ND est représenté schématiquement dans la figure II.7. Ce mode de prélèvement a été adopté pour toutes les observations microscopiques effectuées dans ce travail.

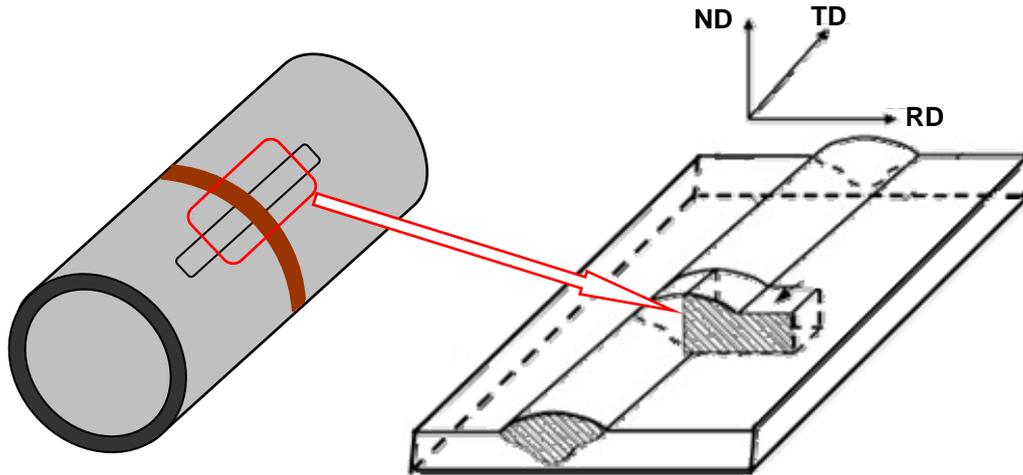


Figure II.7. Représentation schématique du mode prélèvement des échantillons à partir du tube soudé

II.4.1. Traitements thermiques

Afin d'étudier les transformations de phase qui se produisent dans les différentes zones de la soudure (métal de base, ZAT, zone fondue), différents types de traitements thermiques isothermes ont été effectués dans le domaine de température 800-1250°C. Leur application est détaillée dans ce qui suit :

- Traitements entre 800-1000°C : l'objectif visé par ces traitements concerne l'étude de la décomposition de la ferrite δ en phase σ , en carbures de chrome $M_{23}C_6$ et en austénite secondaire γ_2 ; l'austénite γ est stable dans cette plage de température.
- Traitements entre 1050-1250°C : Leur objectif est d'homogénéiser le rapport de phase γ/δ , d'étudier la transformation $\gamma \leftrightarrow \delta$ et d'adopter une température exacte d'hypertrempe qui rapproche le maximum possible ce rapport à celui du métal de base.

Les montées en température ont été effectuées à une vitesse de chauffage constante (99°C/mn) ; dans les deux cas le chauffage des échantillons est suivi d'une trempe à l'eau.

Pour étudier l'influence du traitement d'hypertrempe préalable au traitement de vieillissement sur les mécanismes de formation des différents précipités, une autre série de traitements thermiques a été effectuée. Ces traitements consistent en une mise en solution à des températures de 1050, 1150 et 1250°C pendant 1h suivie d'un traitement de vieillissement à 850°C avec des temps de maintien allant de 10 mn à 30 h. Ce traitement nous a permis aussi d'étudier la cinétique de précipitation de la phase σ sur la base des données obtenues de

la technique de métallographie quantitative. La séquence de ces traitements thermiques est représentée schématiquement dans la figure II.8.

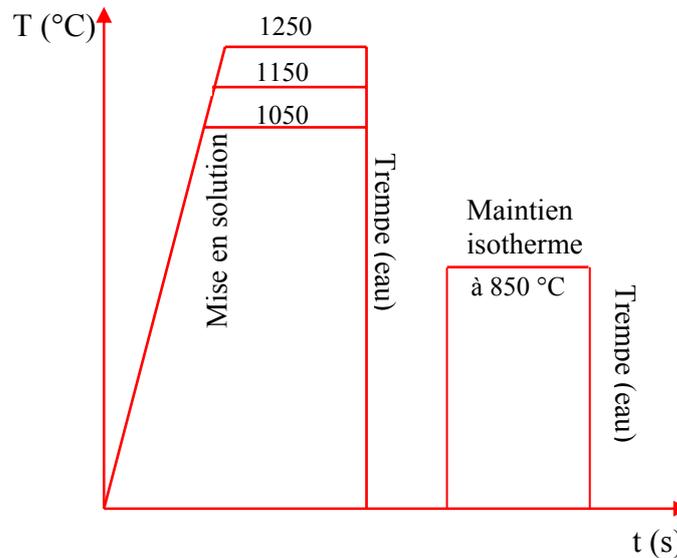


Figure II.8. Représentation schématique des séquences des traitements thermiques utilisées

II.4.2. Préparation des échantillons pour les observations microscopiques

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

- Enrobage des échantillons dans une résine phénolique à chaud.
- Polissage mécanique sous eau et sur papier abrasif de granulométrie décroissante jusqu'à 2400.
- Polissage de finition réalisé sur drap en feutre avec utilisation de pâte diamant de granulométrie décroissante de 0.3 et 0.1 μm .
- Révélation de la microstructure au moyen d'attaques chimiques : En microscopie optique le choix du réactif d'attaque chimique dépend des détails microstructuraux recherchés (contraste de phase, joints de grains, précipités, ...etc). Pour l'analyse microstructurale des soudures de l'acier duplex 2205 utilisé dans ce travail, deux attaques différentes ont été utilisées que sont :

A/ L'attaque ordinaire à la solution « Glyceregia »

Pour réaliser cette attaque, nous avons utilisé un réactif à l'eau régale glycinée dont la constitution est de : 10ml HNO_3 14N (densité 1.40), 20-50ml HCL 12 N (densité 1.18) et 30ml de glycérol. L'utilisation de ce réactif permet la révélation des grains de ferrite et

d'austénite et leurs interfaces, les joints des macles et la phase sigma. Cette attaque est réalisée à la température ambiante avec des durées allant de 30 s à 5 mn.

B/L'attaque électrolytique au KOH

Contrairement à l'attaque ordinaire réalisée à l'eau régale glycinée, cette attaque est réalisée à l'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 10 N. L'attaque est faite à température ambiante avec des durées allant de 5 à 30s sous une tension de 8V ; elle révèle et teint de différentes couleurs la phase σ , la ferrite, les carbures de chrome et l'austénite ; les joints de grains et les joints de macle ne sont pas révélés par cette attaque.

II.4.3. Observation au microscope optique et estimation des proportions des phases par métallographie quantitative

Nous avons utilisé un microscope optique de marque ZEISS Axio Plan équipé d'une caméra numérique avec logiciel (AXIO Cam MRc) permettant l'acquisition et la sauvegarde des différentes images. L'estimation des proportions des différentes phases après traitement thermique est basée sur le traitement des images obtenues de l'attaque électrolytique. Le microscope est équipé d'un logiciel ATLAS® qui permet d'estimer les taux de ferrite δ et de la phase σ à toutes les étapes désirées. Les taux de la phase σ sont par la suite utilisés pour l'étude de sa cinétique de précipitation. Les étapes suivies pour obtenir une image binaire servant à l'estimation du pourcentage de la phase σ sont regroupées dans la figure II.9:

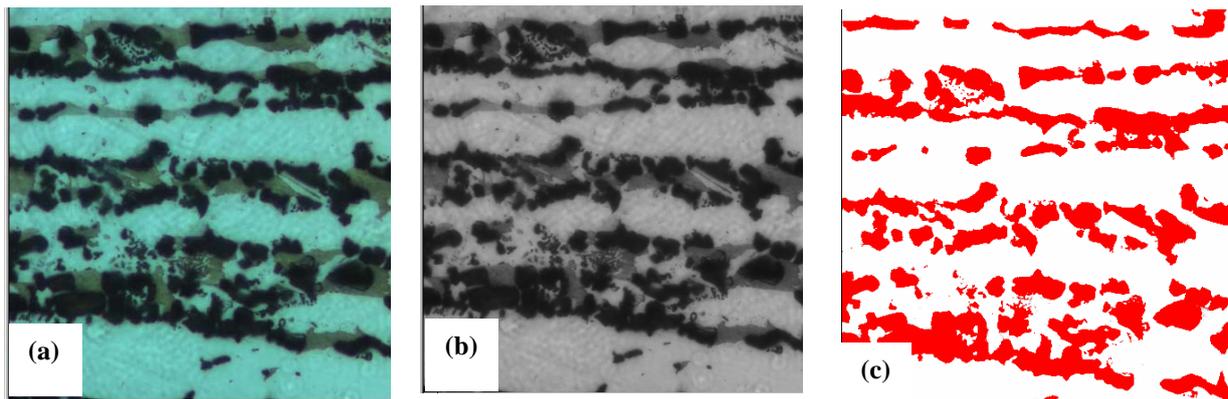


Figure II.9 : Etapes pour l'obtention d'une image binaire servant à estimer le pourcentage de la phase σ : a) image initiale non traitée, b) image transformée en nuances de gris, c) image finale binaire.

1. Sur l'image (a) de la figure II.9, les trois phases (δ , γ et σ) apparaissent avec différentes couleurs,
2. L'image (b) est la transformée en nuances de gris de l'image (a),

3. L'ajustement de la luminosité et du contraste de l'image permet d'obtenir une image finale binaire (c) où apparaît la phase σ dans la couleur que l'on désire; le reste de la matrice demeurant en blanc.

II.4.4. Observation au microscope électronique à balayage et analyse de la composition chimique par EDS

La microscopie électronique à balayage est une puissante technique d'observation de la topographie des surfaces. Son utilisation dans l'analyse des microstructures des aciers présente l'avantage d'obtenir des résolutions nettement supérieures à celles obtenues en microscopie optique. Cette technique est basée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau d'électrons primaires qui balaye la surface à observer et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ. L'instrument permet de former un faisceau très fin (jusqu'à quelques nanomètres) quasi parallèle d'électrons fortement accélérés par des tensions réglables de 0,1 à 30 kV, de le focaliser sur la zone à examiner et de la balayer progressivement. Des détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés, parfois absorbés...), complétés par des détecteurs de photons, permettent de recueillir les signaux lors du balayage de la surface et d'en former diverses images significatives.

Pour d'autres tâches liées à l'analyse des compositions chimiques des matériaux, le microscope électronique à balayage est souvent équipé d'un système EDS (spectrométrie à dispersion d'énergie). Cette technique permet d'analyser le spectre d'un rayonnement X au moyen de l'énergie des photons détectés. On dispose pour cela d'un détecteur semi conducteur, en général une diode Si-Li, soumis à une tension de pré-polarisation. Lorsqu'un photon X pénètre dans le détecteur, il engendre des défauts (paires électron/trou) qui permettent le passage d'un courant électrique. Plus un photon a de l'énergie, plus il crée de défauts dans la diode Si-Li, donc plus l'impulsion générée sera forte. La hauteur de l'impulsion est proportionnelle à l'énergie du photon, on peut ainsi immédiatement savoir de quel photon il s'agit. Après, il suffit de compter le nombre d'impulsions d'une hauteur donnée pour savoir le nombre de photons d'une énergie donnée que le détecteur a reçu. L'énergie des photons reçus est par la suite déterminée par le détecteur, on obtient ainsi des diffractogrammes contenant les spectres correspondants aux éléments chimiques détectés.

Toutes les observations et microanalyses ont été réalisées sur un microscope à balayage de marque JEOL JSM-6360 LV avec une tension d'accélération de 25KV. Pour les

analyses EDS, la vitesse de comptage des rayons a été estimée à 2×10^3 coups/s. Les pourcentages en masse de chaque élément à partir des spectres sont obtenus en utilisant la méthode de correction « ZAF » qui tient compte des effets de matrice.

II.4.5. Observation en microscopie électronique en transmission

Le microscope électronique à transmission (MET) est un outil de caractérisation puissant car il permet d'accéder à trois types d'information :

1. La microstructure (morphologie et répartition des cristaux) grâce à l'image,
2. la structure cristalline grâce à l'image de diffraction.
3. et s'il en est équipé, à la composition chimique locale grâce à la spectroscopie des RX ou des pertes d'énergie des électrons.

L'utilisation du MET a rendu possible l'analyse fine des structures (champ clair, champ sombre) et l'étude des réseaux cristallins par les diagrammes de diffraction électronique. L'observation de nos différents échantillons a été effectuée à l'aide d'un microscope de marque JEOL JEM 2010 (figure II.10) à une tension de 200kV.

II.4.5.1. Préparation des échantillons pour les observations au MET

L'observation au MET nécessite un mode de préparation qui lui est particulier. La procédure suivie pour la préparation des échantillons pour les observations microscopiques est la suivante :

1. Découpage de lames à partir de l'échantillon massif : elles ont 300 μm d'épaisseur et sont découpées en utilisant une scie à fil avec une faible vitesse de découpage pour éviter leur écrouissage.
2. Amincissement de ces lames par polissage mécanique : Les lames découpées sont collées sur un porte échantillon spécial et subissent un polissage mécanique au papier abrasif de faible granulométrie (1200 à 4000). Les épaisseurs des lames se réduisent ainsi à environ 60 μm .
3. Prélèvement de petits disques de 3 mm de diamètre à partir des lames minces au moyen d'un outil approprié.
4. Polissage électrolytique et perçage de l'échantillon : Les disques découpés subissent un polissage électrolytique dans une solution composée de 95 % Butoxyethanol 2 et 5 % d'acide perchlorique. Cette opération est effectuée à une température de 12 °C sous une tension de 55V. L'étape de polissage électrolytique permet aussi de créer un trou très fin au centre du disque pour permettre la transmission du faisceau d'électron.



Figure II.10. MET JEOL JEM 2010

II.5. Analyse par diffraction des rayons X

Lors des traitements thermiques que subit le métal, différentes réactions peuvent avoir lieu : transformation de phases cristallines, croissance de grains, dissolution ou formation de précipités, ...etc. La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant le suivi de la formation des phases cristallines et de leur évolution lors d'un tel traitement.

L'identification des phases cristallines par diffraction rayons X est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement. Pour que la diffraction se produit, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure II.11). Si l'on connaît la longueur d'onde λ du faisceau de rayon X, on peut mesurer à partir de l'angle θ l'équidistance d et ainsi identifier la nature du cristal. Cette distance nommée d_{hkl} , est donnée par la loi de Bragg où les indices hkl désignent la direction considérée dans le cristal:

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

avec :

n : Ordre de la diffraction.

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

d : distance entre deux plans réticulaires.

θ : angle d'incidence des rayons X.

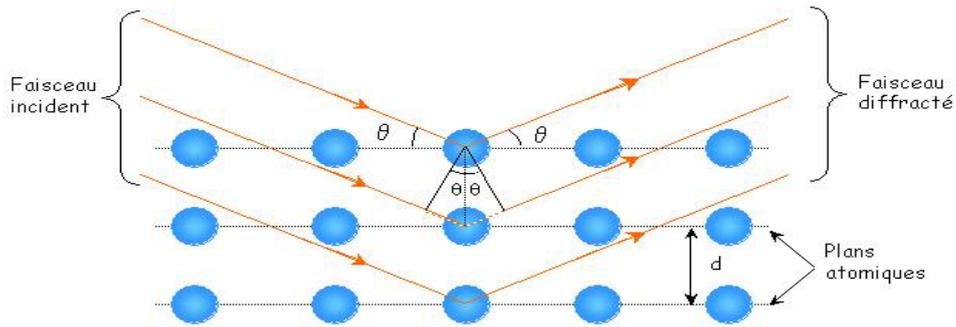


Figure II.11. Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.

L'ensemble des spectres de diffraction a été établi à l'aide d'un goniomètre 4 cercles de marque INEL (figure II.12) contenant une source conventionnelle Co (foyer ponctuel). Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode graphite plan (foyer ponctuel) de longueur d'onde $\lambda = 1.7902 \text{ \AA}$. La translation de l'échantillon sur lui-même a permis d'augmenter la statistique de comptage.



Figure II.12. Goniomètre INEL utilisé.

Pour les mesures de texture, θ et 2θ sont fixés à l'angle de Bragg de la raie de diffraction retenue. Les mesures sont réalisées par pas de 5° en azimuth et 2.5° en déclinaison (les angles de déclinaison varient de 0 à 80°) avec intégration du signal reçu lors de la rotation azimuthale. Les figures de pôles mesurées sont $\{110\}$, $\{220\}$, $\{211\}$ dans le cas de la ferrite et $\{111\}$, $\{200\}$ et $\{220\}$ dans le cas de l'austénite. Ces figures sont ensuite corrigées du bruit de fond, de la défocalisation puis, normalisées. Les fonctions de distribution d'orientation cristallographique sont ensuite déterminées à l'aide d'un logiciel d'analyse POPLA ®. Cette expérimentation a été réalisée au LPMTM.

II.6. Analyse de la texture cristallographique par EBSD

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD) associée à la microscopie électronique à balayage est une méthode d'analyse locale reposant sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés. Contrairement à la méthode conventionnelle d'analyse de texture cristallographique par diffraction des RX, la technique d'EBSD dans un MEB a la particularité d'offrir une analyse beaucoup plus locale et de pouvoir fournir à partir d'un grand nombre d'informations locales, une information globale et statistique.

II.6.1. Principe de formation des diagrammes de Kikuchi

Sous l'effet des interactions élastiques et inélastiques avec les atomes de l'échantillon, les électrons incidents sont diffusés et ralentis dans celui-ci. Une fraction de ces électrons est rétrodiffusée et diffracte selon la loi de Bragg sur des familles de plans cristallins $\{hkl\}$. Ces électrons diffractés sortent de l'échantillon selon des directions contenues dans la surface d'un cône dont l'axe est normal aux plans diffractants.

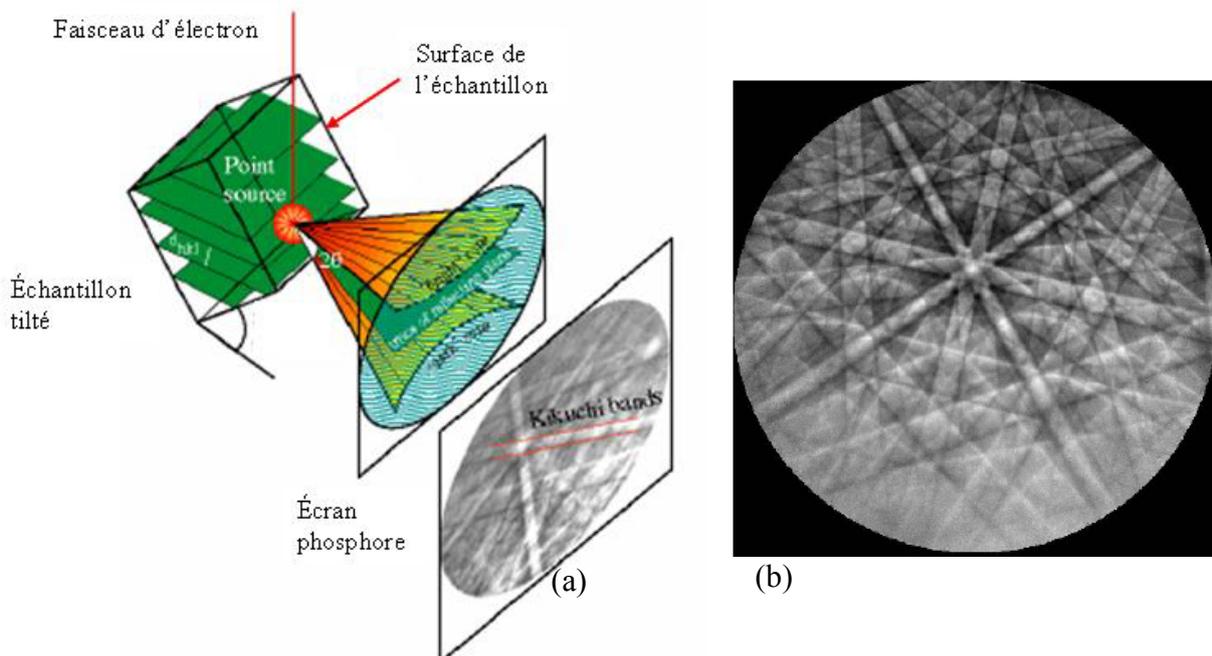


Figure II.13. a) Cônes de diffraction des électrons, b) formation des lignes de Kikuchi sur un écran de phosphore

Chaque famille de plans atomiques donne lieu à deux cônes de diffraction, un de chaque côté de la source (figure II.13.a). En réalité, les électrons diffractent selon deux hyperboles, mais comme l'angle de Bragg en diffraction électronique est de l'ordre de 0.5° , l'approximation des petits angles fait que les lignes de réflexion apparaissent rectilignes et proches les unes des autres, formant ainsi un diagramme de Kikuchi, caractéristique de

l'orientation du grain analysé (figure II.13.b). Chaque paire de lignes correspond à une famille de plans du cristal et la distance interréticulaire est reliée à leur espacement. A partir de ce diagramme de Kikuchi, on peut obtenir l'orientation cristallographique locale et le paramètre de maille du cristal.

Les mesures locales d'orientation ont été faites au LPMTM dans un MEB de marque Cambridge S360. Les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons effectué nos analyses sont : une tension d'accélération de 25 kV, des intensités de courant de sonde variants entre 3 et 4nA et une distance de travail de 15mm. L'appareil est couplé au système EBSD piloté par le logiciel OIM (Orientation Imaging Microscopy) de la compagnie TSL.

L'échantillon à analyser est incliné de 70° par rapport au faisceau incident, de façon à recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés au niveau du détecteur. Le programme d'acquisition qui indexe automatiquement les diagrammes de Kikuchi enregistre dans un fichier pour chaque point de mesure ses coordonnées (x, y), ses angles d'Euler (Φ_1 , Φ , Φ_2), un indice de qualité q lié à la finesse des diagrammes ainsi que les phases de l'acier. Une cartographie des orientations des grains est obtenue en balayant avec le faisceau d'électrons la surface de l'échantillon. Cette technique possède une résolution spatiale d'une centaine de nm et une précision de quelques degrés.

II.6.2. Préparation des échantillons pour l'analyse EBSD

Les bonnes mesures EBSD nécessitent une excellente préparation de l'état de surface sans défaut d'usinage ou de polissage, afin d'obtenir le maximum d'électrons rétrodiffusés et un diagramme de Kikuchi exploitable, c'est pourquoi la préparation des échantillons pour cette manipulation doit être prise avec beaucoup d'attention. En plus des démarches suivies dans la préparation des échantillons pour les observations au microscope optique détaillées dans le paragraphe II.4.2, les échantillons destinés à l'analyse EBSD ont subi un polissage électrolytique avec la solution A3 de Struers composée d'un mélange de méthanol, d'éther monobuthylique, de l'éthylène glycol et d'acide perchlorique. Les conditions optimales de polissage adoptées sont les suivantes : solution refroidie à 0°C, tension d'accélération de 18V et une durée de 15s.

II.7. Caractérisation mécanique

Dans les applications industrielles des structures soudées, une étude microstructurale est insuffisante pour décider de la qualité du joint si celle-ci n'est pas complétée par une étude de ses propriétés mécaniques. Dans cette étude on s'est intéressé à suivre l'évolution des différentes propriétés mécaniques du joint en fonction des changements de phase dus au

soudage et aux traitements thermiques. Une brève description des différents essais mécaniques effectués est donnée ci-après.

II.7.1. Essais de traction

Des éprouvettes de chaque tube sont préparées selon la norme AFNOR NF A89-200 (figure II.14) [122]. Les essais de traction ont été réalisés au centre de recherche en soudage d'Alger à l'aide d'une machine d'essais hydraulique de marque INSTRON pilotée par le software Merlin[®] d'une capacité de 600 kN. Ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation constante.

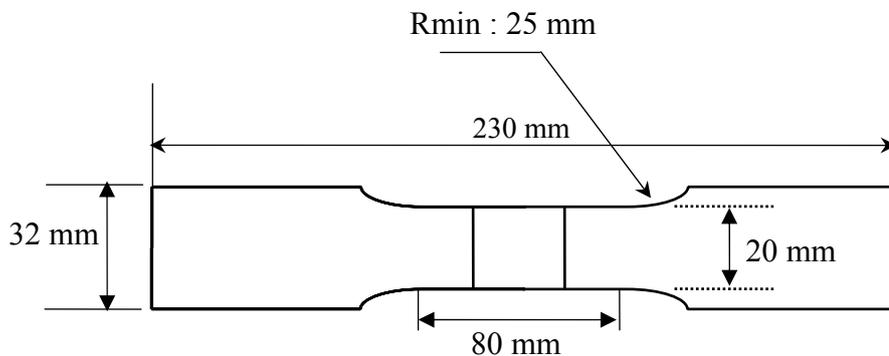
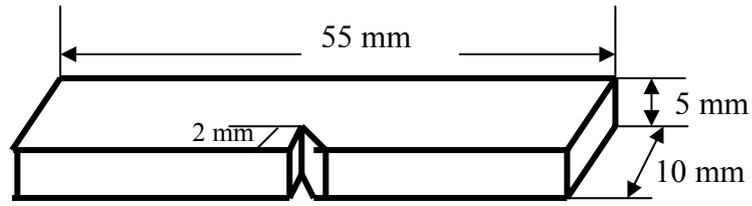


Figure. II.14 : Dimensions de l'éprouvette de traction selon Afnor NF A89-200.

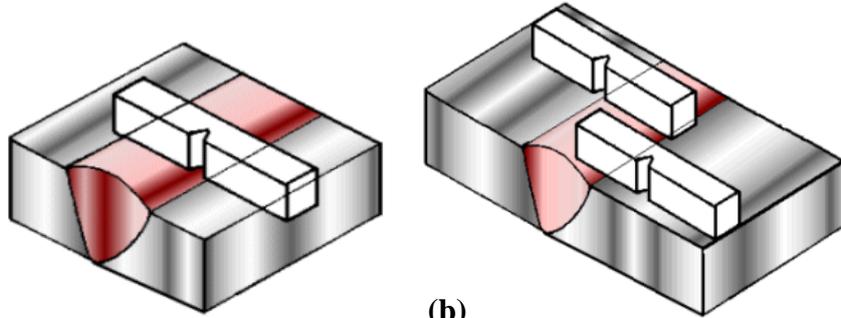
II.7.2. Essais de résilience Charpy

La résilience d'un matériau caractérise sa capacité à absorber un choc sans se rompre ; celle-ci peut être mesurée sur des machines de type Charpy. La résistance au choc Charpy représente l'énergie du choc absorbée par l'éprouvette lors de sa rupture, rapportée à la section initiale de l'éprouvette.

Pour réaliser ces essais, des éprouvettes entaillées ont été préparées selon la norme NF A 03-161, avec les dimensions de 55x10x5 mm (figure II.15.a). Les entailles usinées dans les éprouvettes ont une forme en V de 45° d'ouverture et de 2mm de profondeur. Les éprouvettes sont entaillées au niveau de la ZAT, du métal de base et de la zone fondue (figure II.15.b).



(a)



(b)

Figure. II.15 : a) Forme et dimensions de l'éprouvette de résilience.

b) zones de prélèvement d'éprouvettes.

Chapitre III

Résultats expérimentaux et discussion

III.1. Comportement métallurgique des microstructures dans le cordon de soudure

III.1.1. Introduction $\delta \leftrightarrow \gamma$

L'étude de la structure métallurgique des soudures des aciers inoxydables duplex est d'une importance primordiale dans la maîtrise des propriétés de tels assemblages. Dans le cas du soudage multi-passes, la succession des cycles thermiques conduit la transformation ferrite (δ) \leftrightarrow austénite (γ) à différents taux d'achèvement et influe sur l'équilibre δ/γ au niveau de la soudure. Le contrôle de cet équilibre δ/γ dans les soudures d'aciers inoxydables duplex n'est pas aussi simple que dans le métal de base. Les analyses de la microstructure des joints soudés montrent que la proportion de chaque phase est fonction de la composition chimique, de la température maximale atteinte lors de l'opération de soudage, et de la vitesse de refroidissement depuis cette température. Dans la zone fondue, la microstructure peut être contrôlée en équilibrant les effets de la composition du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement du joint soudé. Dans la zone adjacente (zone affectée thermiquement ZAT), l'équilibre δ/γ est commandé principalement par la vitesse de refroidissement. Par conséquent, la microstructure des joints soudés en acier inoxydable duplex peut changer de manière significative par rapport à celle du métal de base. Cette variation compromet souvent leur tenue à la corrosion et leur comportement mécanique dans les conditions de service. La maîtrise des microstructures de la ZAT des aciers inoxydables duplex dépend d'une meilleure compréhension des transformations de phase.

Dans ce chapitre nous présentons les différents états de structure du joint de soudure suite à l'opération de soudage et aux traitements thermiques post-soudage. Le métal d'apport utilisé (22Cr – 9Ni – 3Mo) permet d'obtenir des taux de ferrite pouvant aller jusqu'à 45% dans certains endroits de la soudure.

III.1.2. Aspect macrographique

Les cycles thermiques de soudage induisent des transformations métallurgiques complexes au niveau du cordon de soudure. Ces transformations engendrent une hétérogénéité structurale importante dans cette zone. Une coupe métallographique effectuée perpendiculairement au plan de soudage est nécessaire pour caractériser ces différents états structuraux. Cette évolution structurale dans le cordon de soudure varie d'un acier à un autre en fonction de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. D'une manière

générale, les zones constituant les soudures d'aciers inoxydables duplex sont les mêmes que celles rencontrées dans les soudures d'autres types d'alliages métalliques à savoir la zone fondue et la ZAT. Une illustration schématique de ces différentes zones est représentée dans la figure III.1.

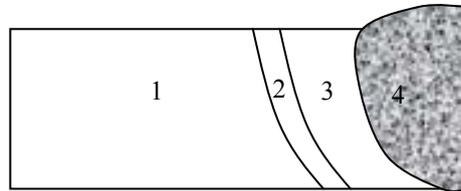


Figure III.1 représentation schématique des différentes zones constituant la soudure.

La zone 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. Les zones 2 et 3 constituent la ZAT ; dans cette zone les cycles thermiques de soudage provoquent à partir de l'état initial de l'acier une ou plusieurs transformations à l'état solide. Dans le cas de l'acier inoxydable duplex 2205, on enregistre la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ au chauffage et $\delta \rightarrow \gamma$ au refroidissement. Cependant certaines structures de forte épaisseur où on a un refroidissement lent, peuvent être sujettes à une transformation de la ferrite en phases et composés intermétalliques (σ , χ , carbures ...etc.).

La zone 4 désigne le métal fondu caractérisé par la présence d'une structure de solidification. Dans ce qui suit nous présentons en détail l'évolution structurale dans chacune de ces zones dans le cas de l'acier inoxydable duplex 2205.

III.1.3. Solidification et formation de l'austénite dans la zone fondue

La structure du métal fondu des soudures des aciers duplex est différente de celle des métaux de base à cause de la différence de composition chimique et de l'historique thermique. Lors du soudage de l'acier duplex 2205, la solidification se produit en mode ferritique. Lors du refroidissement, l'austénite apparaît par transformation à l'état solide comme le montre la coupe du diagramme Fe-Cr-Ni présentée dans le paragraphe I. 2. 2. Afin d'étudier l'effet de la superposition des passes de soudage sur la microstructure et l'équilibre ferrite/austénite dans la zone fondue, on a procédé à un prélèvement d'échantillons à la suite de chaque passe de soudage.

III.1.3.1. Soudure en une passe

L'étude de la structure de solidification a été faite tout d'abord sur l'échantillon de soudure réalisée en une seule passe afin de pouvoir illustrer les premiers stades de solidification et de transformation. Une représentation schématique de ce prélèvement est donnée en figure III.2a.

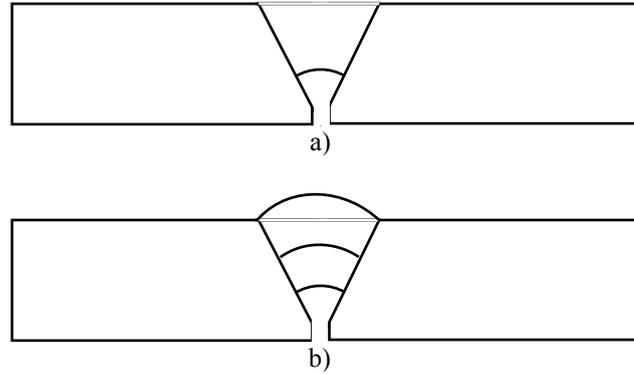


Figure III.2 représentation schématique du prélèvement d'échantillons à partir des soudures a) une passe, b) 3 passes

En plus des cycles thermiques de soudage et de la vitesse de refroidissement, la structure de solidification dans les soudures d'aciers duplex est fonction de l'action conjuguée des teneurs en éléments stabilisateurs de la ferrite et de l'austénite. Les expressions de $Cr_{\text{éq}}$ et $Ni_{\text{éq}}$ proposées par Delong [54], présentées précédemment dans le paragraphe I.4.2, nous ont permis de calculer le rapport $Cr_{\text{éq}}/Ni_{\text{éq}}$ dans le métal fondu. Cette valeur étant supérieure à 1.75, on doit donc s'attendre à une solidification en mode ferritique

La technique de l'EBSD utilisée pour l'étude de la texture permet également de reconstruire l'image à partir des données cristallographiques du matériau. Nous avons préféré la présentation d'une cartographie EBSD d'orientation qui permet de mieux visualiser les grains ferritiques à causes des différences d'orientation cristallographique, et leurs contours en observant la répartition continue des grains d'austénite. La figure III.3a montre une structure de solidification duplex caractérisée par de gros grains ferritiques (qu'on voit de façon plus claire dans la cartographie de la figure III.3b), dans lesquels apparaît l'austénite sous différentes morphologies. Ce mode de solidification est accompagné d'une croissance épitaxiale avec les grains du métal de base à partir de la zone de liaison. La nature compétitive et épitaxiale de la croissance des grains ferritiques dans les soudures d'aciers duplex est l'un des facteurs responsables de la formation de gros grains ferritiques [1, 130].

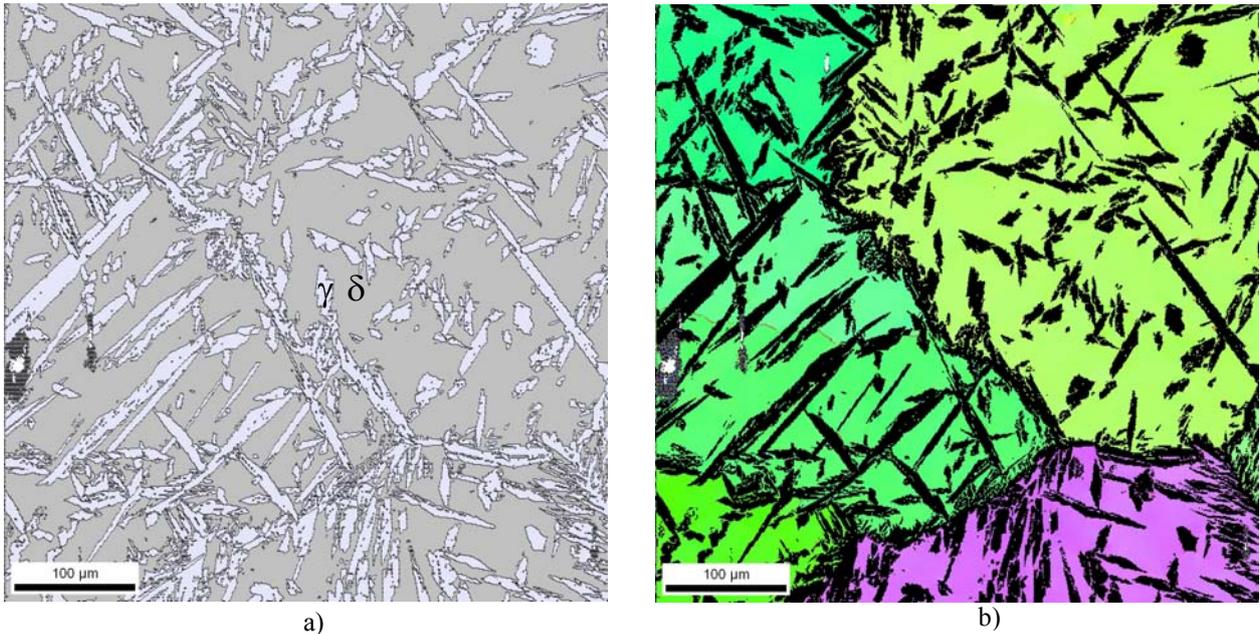


Figure III.3 Cartographies EBSD du métal fondu obtenu en une seule passe de soudage.
 a) cartographie d'orientation, b) cartographie en mode phase.

En bordure du joint soudé, la solidification s'amorce au contact des cristaux du métal de base demeurés à l'état solide. Il en résulte qu'au lieu de se développer à la faveur de germes répartis et orientés au hasard au niveau de la paroi froide où s'amorce la solidification, les grains de solidification de la zone fondue s'orientent sur ceux du métal de base, comme s'orientent, par épitaxie, les cristaux issus d'une solution se formant sur un cristal de soluté.

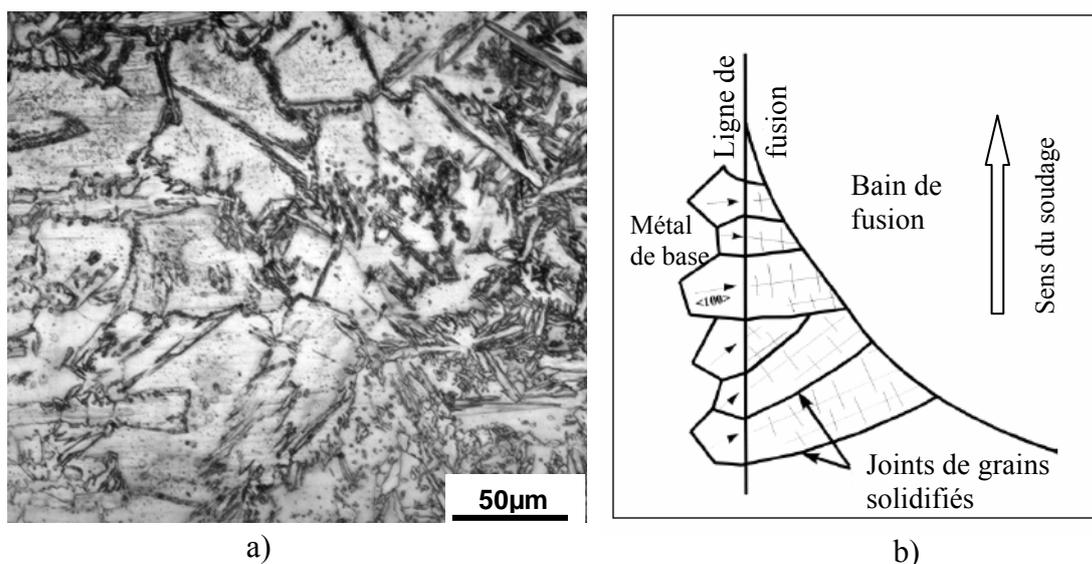


Figure III.4 Illustration de la croissance épitaxique, a) micrographie optique, b) représentation schématique.

Il en résulte, comme le montre la micrographie optique de la figure III.4.a et la représentation schématique de la figure III.4.b, que les joints de grains du métal de base trouvent leur prolongement dans le métal fondu. Dans ce cas précis, le phénomène est caractérisé par une microstructure de type cellulaire très géométrique. On peut expliquer sa formation par la mise en solution d'une fraction de métal de base, on parle alors de dilution, qui affecte localement la composition du métal d'apport.

Lors du refroidissement dans l'intervalle de température 1300-800°, l'austénite se forme aux interfaces ferrite/ferrite et à l'intérieur des grains ferritiques. La transformation en austénite est due à la redistribution des éléments Cr, Ni, Mo, N entre la ferrite et l'austénite. L'austénite formée à ce niveau présente deux morphologies principales :

- Structure allotrimorphe au niveau des joints de grains.
- Structure Widmanstätten inter et intragranulaire répartie aléatoirement dans les grains ferritiques.

La structure du métal fondu de cet échantillon est constituée de 67% de ferrite et 33% d'austénite. La morphologie des grains d'austénite reflète le refroidissement rapide de la soudure suite à la première passe.

III.1.3.2. Soudure en 3 passes

Lorsqu'une soudure par fusion d'acier inox duplex est réalisée en plusieurs passes, le cycle thermique correspondant provoque une re-ferritisation, dans tout ou une partie du métal fondu déjà déposé et transformé, ainsi que dans la ZAT, suivie par une deuxième transformation se manifestant au refroidissement. Ce phénomène peut se produire une ou plusieurs fois en un point donné selon la disposition des passes. On peut donc dire que le métal de cette passe a subi le phénomène dit de « régénération structurale »[55]. Ce phénomène se déroule en un temps plus long que dans le cas de la soudure réalisée en une passe et prolonge donc le temps de la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ au refroidissement. Dans nos soudures réalisées en trois passes, la deuxième passe peut provoquer la re-ferritisation totale du métal fondu et de la ZAT de la première, alors que la troisième affecte en premier lieu le métal fondu de la deuxième, et partiellement celui de la première. Ces effets thermiques de la succession des passes de soudage favorisent la régénération structurale qui est elle-même responsable de la modification de la morphologie des grains d'austénite et de l'augmentation de la fraction volumique de l'austénite par rapport à la soudure réalisée en une passe. Les différentes morphologies des grains d'austénite observées dans notre cas (figure III.5) sont :

- De l'austénite allotrimorphe au niveau des interfaces ferrite /ferrite.
- Des séries de lamelles parallèles à l'intérieur des grains ferritiques.
- Une structure Widmanstatten inter et intra granulaire.
- D'autres formes irrégulières d'austénite dans les grains ferritiques.

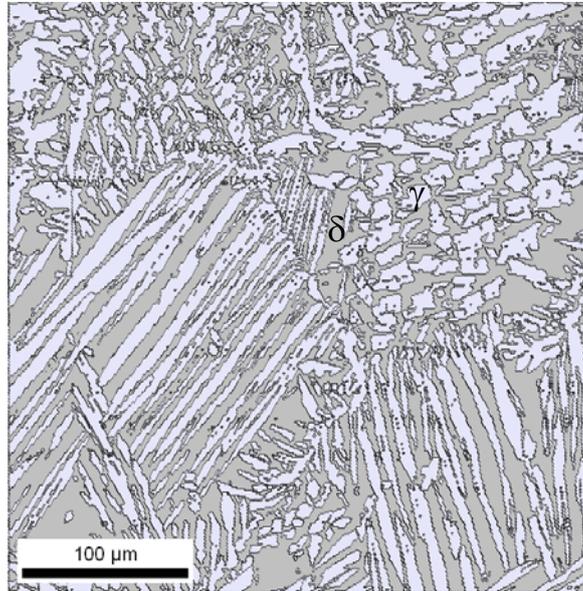


Figure III.5 Cartographie EBSD, en mode phase, du métal fondu réalisé en 03 passes de soudage.

Ces différentes morphologies de l'austénite ont déjà été observées dans des cas similaires de solidification d'aciers inoxydables duplex. La présence d'une ou de toutes ces morphologies dans les soudures de ces aciers est fonction de plusieurs facteurs, particulièrement la taille des grains ferritiques, la vitesse de refroidissement [130, 131] et la composition chimique de l'acier par sa teneur en azote surtout [132, 138, 170].

III.1.3.3. Répartition des éléments d'alliage

Selon la stabilité de leur structure à l'état pur, les différents éléments d'alliage de l'acier vont stabiliser l'une ou l'autre des deux phases. Ces éléments ne sont pas équitablement répartis dans le matériau à cause des ségrégations chimiques résultant de la solidification et des transformations partielles dans certains endroits de la soudure. Le MEB utilisé pour l'analyse de texture est aussi équipé d'un système d'analyse de composition chimique « EDS » qui nous a permis de connaître la teneur en éléments d'alliage principaux, alphagènes et gamagènes dans chacune des phases. Un exemple de spectre d'analyse est représenté dans la figure III.6, les pourcentages massiques correspondants sont donnés dans le tableau III.1.

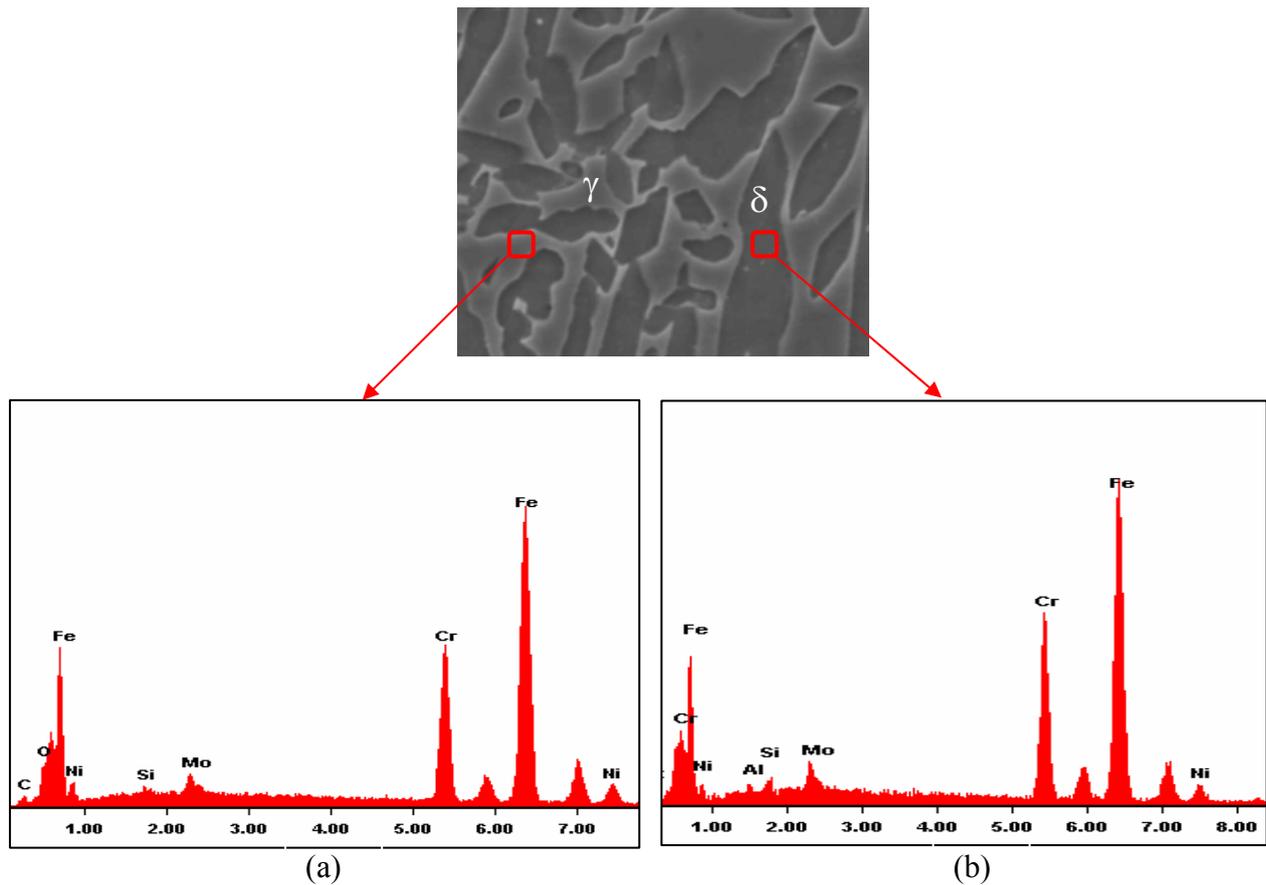


Figure III.6. Spectres d'analyse de composition chimique du métal fondu. a) austénite, b) ferrite

Tableau III.1 Teneur en éléments d'alliages principaux dans l'austénite et la ferrite dans le métal fondu.

| Élément | Cr | Ni | Mo | Mn | Fe | Si |
|-----------|-------|------|------|------|-------|------|
| Austénite | 21.30 | 7.66 | 4.90 | 1.92 | 62.59 | 0.57 |
| Ferrite | 23.35 | 6.05 | 7.08 | 1.50 | 60.61 | 0.65 |

D'une manière générale la répartition des éléments d'alliages dans le métal d'apport des soudures d'acier inoxydable duplex 2205 suit le même ordre que celui du métal de base. Dans le cas des faibles énergies de soudage, où les vitesses de refroidissement sont relativement élevées, la répartition des éléments substitutionnels (Cr, Ni, Mo, ... etc) se fait dans la plupart des cas équitablement entre la ferrite et l'austénite, alors que les éléments interstitiels, qui contrôlent la transformation, sont fortement concentrés dans l'austénite. Par contre, lors de l'utilisation de forts apports de chaleur (qui entraîne de faibles vitesses de refroidissement) la transformation ferrite-austénite est pilotée par le mécanisme diffusionnel, avec une forte répartition d'éléments substitutionnels [1, 132]. Lors du soudage multipasse de l'acier duplex 2205, les résultats sont similaires à celui du refroidissement lent. En examinant

le diagramme de phase déjà présenté dans le paragraphe (I.2) on peut dire que les deux phases vont avoir des compositions chimiques différentes à cause de la différence de solubilité de chaque élément d'alliage. Le tableau III.1 montre que la ferrite est riche en éléments alphagènes (Cr, Mo, Si), alors que l'austénite l'est en éléments gammagènes (Ni, Mn).

III.1.4 Zone affectée thermiquement

Lors de l'opération de soudage, la zone affectée thermiquement des soudures réalisées en acier inoxydable 2205 est constituée de deux régions principales à savoir la zone de surchauffe, adjacente au métal fondu, et la zone de recuit partiel adjacente au métal de base ; Leurs étendues sont fonction de la distribution du gradient thermique. Ces deux parties constituant la ZAT apparaissent clairement dans la figure III.7.

Dans la zone de surchauffe (partie gauche de la figure III.7), où le gradient thermique atteint des valeurs très élevées (juste en dessous de la ligne de solidus), la structure de l'acier, initialement biphasée, est portée jusqu'à l'état ferritique monophasé, au chauffage. Lors du refroidissement, l'austénite se reforme par une transformation à l'état solide aux interfaces ferrite/ferrite et dans les grains ferritiques. A cause du refroidissement rapide, la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ est incomplète, par conséquent on s'attend à obtenir des taux de ferrite élevés dans cette zone.

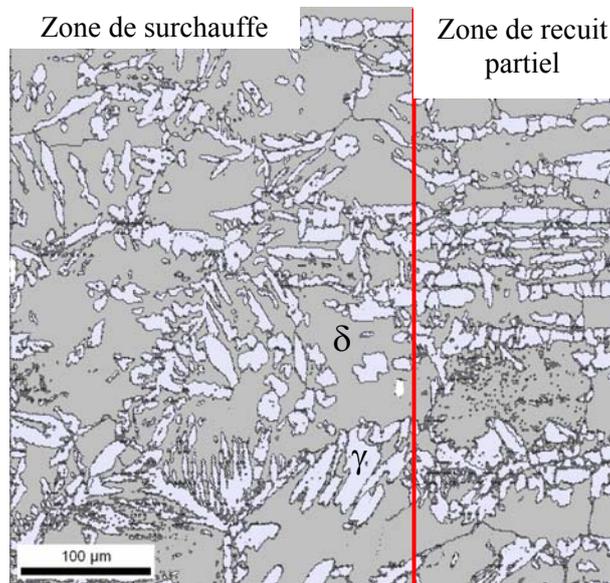


Figure III.7. Cartographie EBSD de la ZAT, à gauche zone de surchauffe, à droite zone de recuit partiel

L'état structural obtenu dans cette zone est très proche de celui du métal fondu des soudures réalisées en une seule passe où le refroidissement rapide a entraîné une transformation $\delta \rightarrow \gamma$

partielle. De cette figure il ressort aussi que la teneur de la microstructure en austénite intragranulaire est relativement faible.

Dans la zone de surchauffe, l'austénite reformée prend les aspects suivants :

- Austénite allotrimorphe.
- Austénite Widmanstätten.
- Austénite intragranulaire.

Lors du refroidissement, l'austénite allotrimorphe se forme aux interfaces δ/δ à très haute température par un mécanisme de précipitation hétérogène. Au fur et à mesure que le refroidissement se poursuit l'austénite Widmanstätten précipite aux interfaces δ/δ et dans les interfaces δ/γ allotrimorphe déjà formée. Les grains d'austénite Widmanstätten croissent selon des plans spécifiques de la matrice ferritique d'après les travaux de Chen et al [133]

Comparée à l'austénite Widmanstätten, l'austénite intragranulaire précipite à des températures moins élevées dans la matrice ferritique. Ces différentes formes d'austénite sont très proches de celles observées par Hwang et al [134] dans un alliage duplex de type Fe-Mn-Al-C et par Atamert et al [132].

Dans la zone recuite partiellement (partie droite de la figure III.7) les proportions relatives des deux phases en chaque point dépendent du niveau atteint par le gradient thermique en ce point. Le niveau de ce gradient thermique, d'après les travaux de Kordatos et al [131] et Nelson et al [135] ne dépasse pas la limite du domaine biphasé $\delta + \gamma$ (environ 1300 à 1350 °C). Dans cette zone on observe une faible recristallisation de la microstructure qui se traduit par une modification de la morphologie des grains des deux phases.

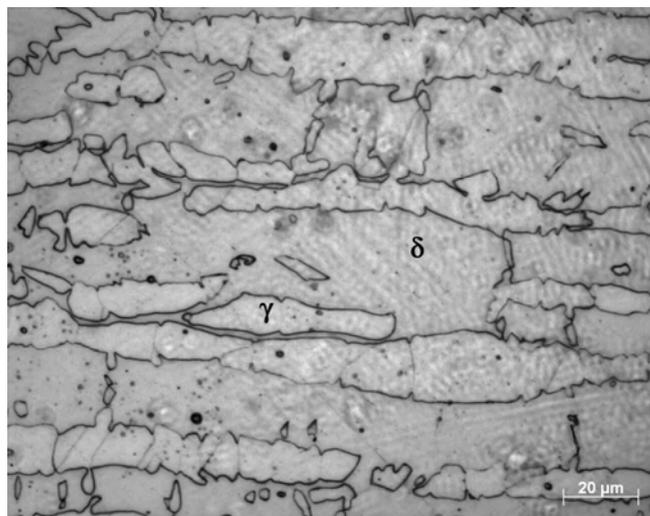


Figure III.8 Micrographie optique de la ZAT –zone de recuit partiel-

Cette faible recristallisation est suivie par une légère croissance des grains particulièrement ceux de la phase ferritique comme le montre la micrographie optique de la figure III.8.

Les micrographies électroniques à transmission des deux parties de la ZAT sont présentées dans la figure III.9. Dans la zone de surchauffe, la figure III.9.a confirme les résultats observés précédemment où on trouve de l'austénite Widmanstatten et intragranulaire dans la matrice ferritique.

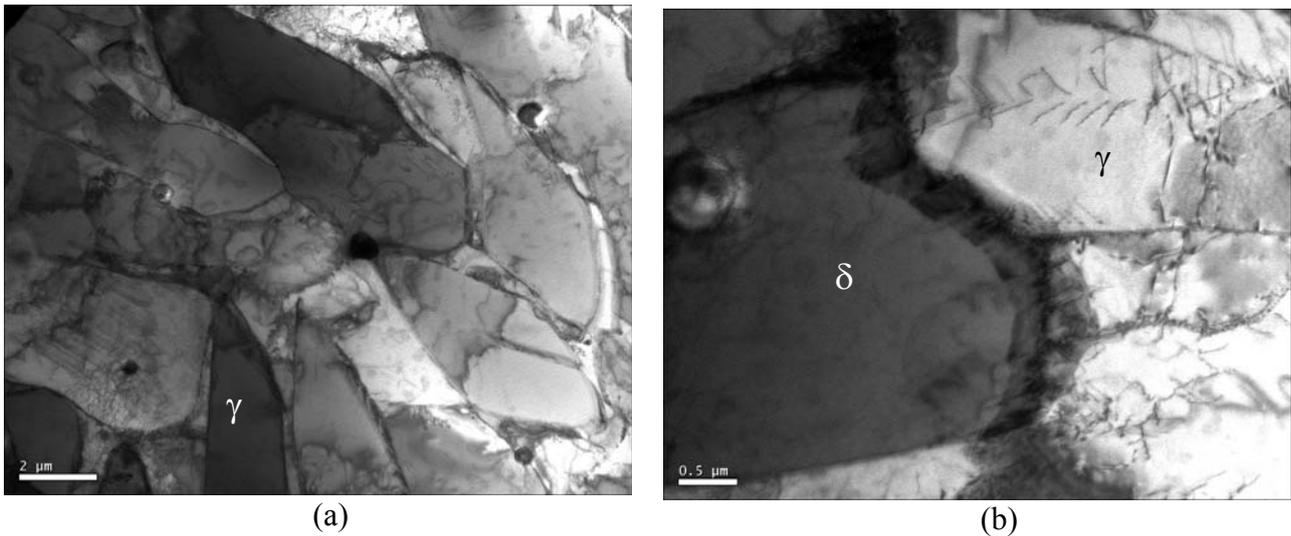


Figure III.9. Micrographies électroniques en transmission a) zone de surchauffe, b) zone de recuit partiel.

Avec la microscopie électronique on remarque que l'austénite Widmanstatten se forme aux interfaces δ/δ et aux joints entre la ferrite δ et les grains d'austénite allotrimorphe déjà formés. Ces résultats sont très proches de ceux rapportés par Chen et al [133]. Il est à noter que des perturbations remarquables sont observées au niveau des joints de grains entre les différentes morphologies d'austénite et de ferrite δ . Cette instabilité des interfaces, se produit d'après Atamert et King [132] à cause de la grande taille des grains ferritiques et du refroidissement rapide. La figure nous donne aussi une idée sur la morphologie de l'austénite intragranulaire. Après le stade initial de germination de cette phase dans les grains de ferrite δ , d'autres particules de cette phase ayant la même morphologie se forment au niveau des interfaces entre la matrice et les premières particules d'austénite déjà formées. On note que la morphologie des grains d'austénite intragranulaire affectée parfois par l'empiétement de ces mêmes grains prend dans certains cas des formes équiaxes.

Dans la zone de recuit partiel, (figure III.9.b), l'interface ferrite/austénite semble toujours perturbée, on constate en effet que la structure de l'acier à cet état n'a pas atteint son équilibre. La figure montre aussi que les grains d'austénite sont caractérisés par la présence de

dislocations. Ces dislocations observées aussi par Pherson et al [171], traduisent les déformations induites dans cette zone lors de l'opération de soudage.

III.1.5. Estimation du taux de ferrite au niveau du cordon de soudure

Après avoir présenté la structure de solidification des soudures d'acier duplex 2205, la structure de la ZAT et les différentes transformations de phase qui ont lieu lors de l'opération de soudage, il est d'une grande importance de faire une estimation quantitative du taux de ferrite dans chacune des zones décrites précédemment. Ces mesures sont faites dans chaque passe du métal fondu, dans les différentes parties de la ZAT et dans le métal de base, comme le schématise la figure III.10

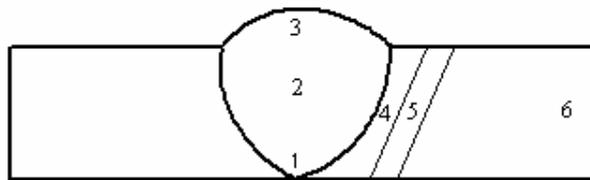


Figure III.10. Représentation schématique des zones concernées par l'estimation du taux de ferrite

Dans le chapitre II, nous avons détaillé la procédure expérimentale permettant la révélation des phases ferritique et austénitique avec des contrastes distincts. Un exemple de micrographies obtenues par cette technique dans le métal de base est représenté dans la figure III.11. Les performances de ce mode opératoire nous ont facilité la tâche dans l'estimation du taux de ferrite au moyen de la technique de traitement d'image.

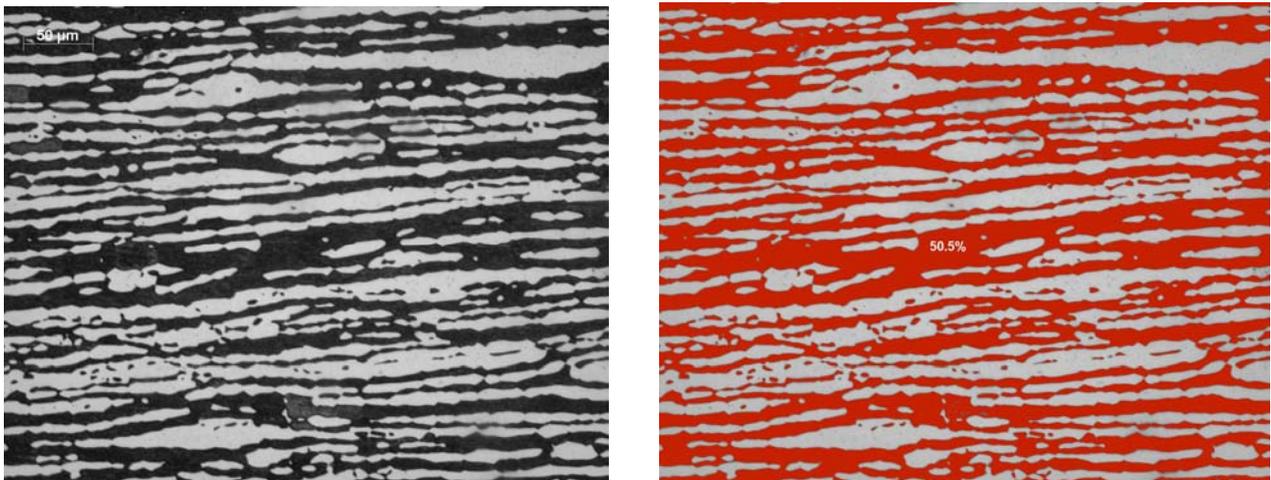


Figure III.11 Exemple de micrographie obtenue dans le métal de base pour l'estimation du taux de ferrite. a) image réelle, b) image traitée.

Le tableau III.2 présente les valeurs des taux de ferrite et d'austénite correspondant à chacune des zones de la figure III.10.

| | Zone | | | | | |
|---------------------------------------|------|----|----|----|----|----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| fraction volumique de la ferrite (%) | 44 | 25 | 35 | 72 | 58 | 52 |
| fraction volumique de l'austénite (%) | 56 | 75 | 65 | 28 | 42 | 48 |

Tableau III.2 Taux de ferrite et d'austénite dans les différentes zones de la soudure.

Nous avons conclu dans un précédent travail [136] que le centre du métal fondu, qui correspond à la deuxième passe de soudage (zone 2 de la figure III.10), est caractérisé par un taux élevé d'austénite (75%) dû à une faible vitesse de refroidissement dans cette zone. Ceci donne plus de temps à la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ pour se produire. Nous avons montré d'autre part que la zone de surchauffe (zone 4) est caractérisée par un taux de ferrite très élevé (72%) qui traduit la ferritisation de cette zone sous l'effet du gradient thermique du soudage. A cause du refroidissement rapide dans cette zone, la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ est interrompue et une proportion très importante de cette ferrite est maintenue à la température ambiante.

III.2. Traitement thermique des soudures

Nous venons de montrer et d'expliquer pourquoi les joints soudés réalisés sur l'acier inoxydable duplex 2205 ne possèdent pas la même répartition des phases δ et γ que celle du métal de base. Dans la pratique, un traitement thermique post soudage restaure l'équilibre de phases dans la ZAT et réduit les ségrégations d'éléments chimiques tels que le chrome et le molybdène nées lors de la solidification du métal fondu. Cependant, ces traitements thermiques peuvent induire des phénomènes de précipitation complexes si la température et la vitesse de refroidissement ne sont pas bien contrôlées. Dans notre étude, nous avons appliqué des traitements thermiques dans l'intervalle de température 800-1250 °C ; la diversité et la complexité des transformations de phase qui ont lieu dans l'acier lors de ces traitements nous permettent de distinguer dans cet intervalle de température deux domaines principaux :

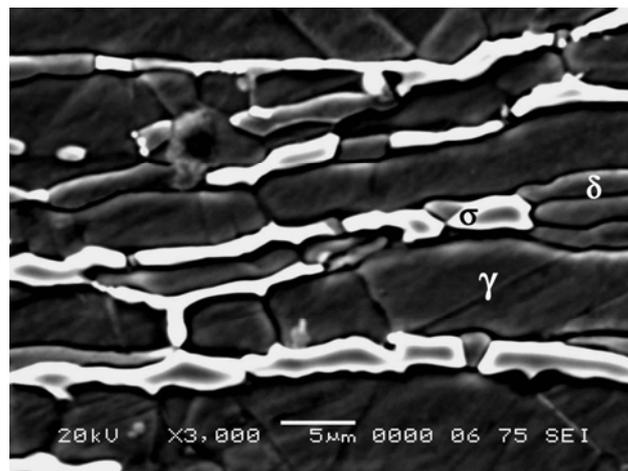
- Un domaine de précipitation.
- Un domaine d'homogénéisation et de transformation $\delta \rightarrow \gamma$.

Dans ce qui suit nous présentons les évolutions structurales des différentes zones de la soudure dans chaque domaine de température.

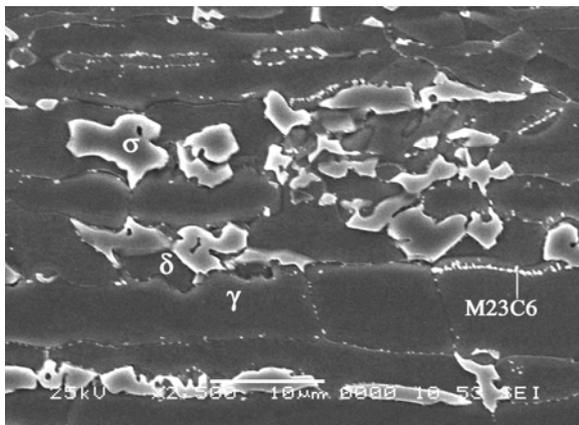
III.2.1. Domaine de précipitation (800-1000 °C)

Il est bien connu qu'un maintien isotherme d'un acier inoxydable duplex dans le domaine de température 600-1000 °C engendre des précipitations de phases et composés intermétalliques. Dans ce travail nous étudions en particulier la précipitation de la phase σ et des carbures de chrome de type $M_{23}C_6$ à cause de leurs effets néfastes sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion. Nous présentons brièvement ces deux types de précipités ci dessous, nous reviendrons ultérieurement en détail sur les mécanismes de formation de ces précipités et les principaux facteurs les influant.

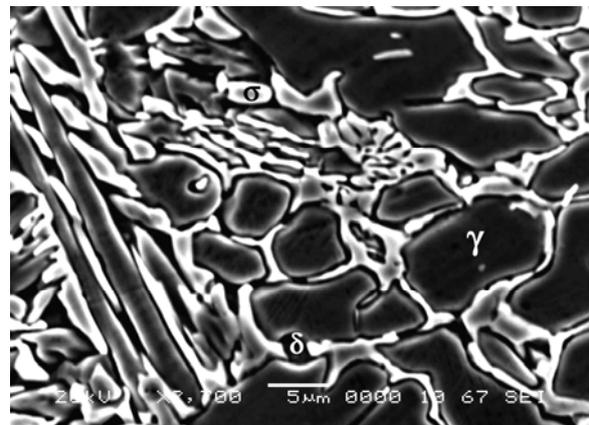
La figure III.12(a, b, c) montre les micrographies électroniques à balayage du métal de base, de la ZAT et du métal fondu traités à 850°C pendant 1h. Lors de ces traitements, un phénomène de précipitation se produit au niveau des interfaces ferrite/ferrite. Ce phénomène consiste en la formation de la phase σ et des carbures de chrome de type $M_{23}C_6$.



(a)



(b)



(c)

Figure III.12 Micrographies électroniques à balayage obtenues suite au traitement de vieillissement à 850°C. a) ZAT, b) métal de base, c) métal fondu.

La formation de ces précipités débute dans les interfaces δ/δ et se propage à l'intérieur des grains ferritiques. En élevant la température de vieillissement jusqu'à 1000°C on observe la disparition graduelle de ces précipités. Au-delà de cette température la microstructure de l'acier retrouve sa constitution biphasée. A cause de son effet néfaste sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion, la fraction volumique de la phase σ formée suite à chaque température de traitement est estimée au moyen de la technique de métallographie quantitative.

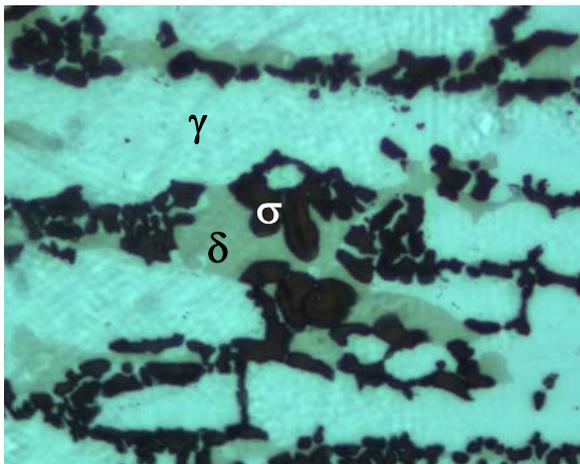


Figure III.13 Exemple de micrographie optique du métal de base utilisée pour le calcul de la phase σ .

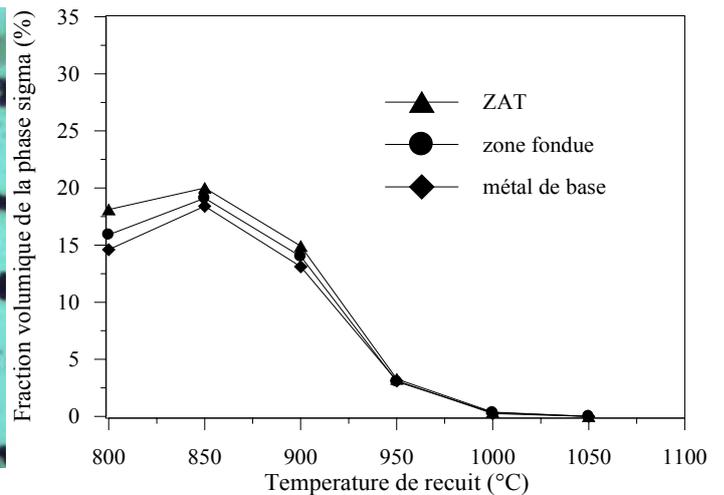
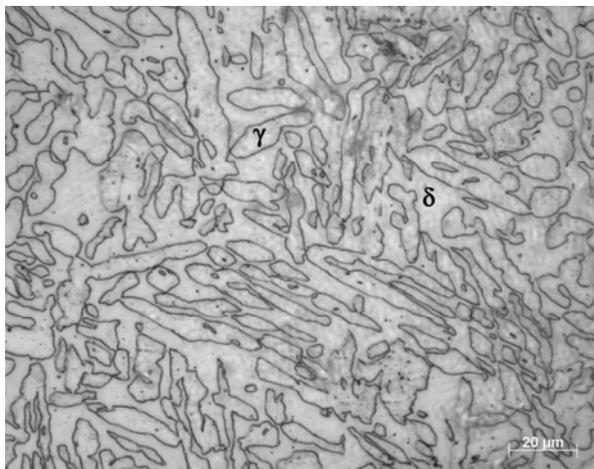


Figure III.14 Evolution de la fraction volumique de la phase σ en fonction de la température de vieillissement.

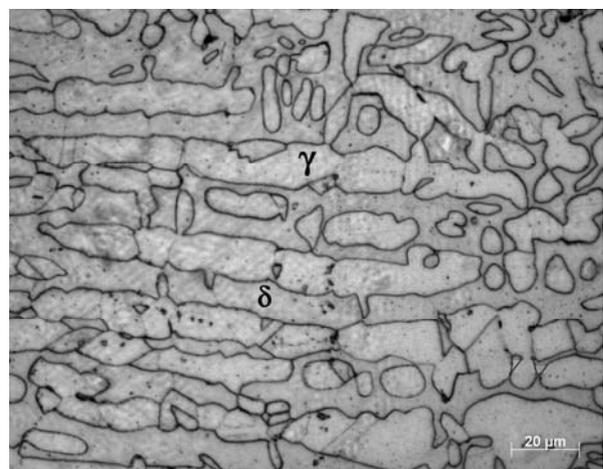
L'utilisation d'une attaque électrolytique permet la révélation de la phase σ et l'estimation de sa fraction volumique par la technique de traitement d'image décrite précédemment. Un exemple de micrographie optique utilisée dans le calcul du taux de la phase σ est présenté dans la figure III.13 et l'évolution de la fraction de cette phase en fonction de la température de traitement thermique est représentée dans la figure III.14. Sur cette figure on remarque que la fraction volumique de la phase sigma augmente en élevant la température de vieillissement de 800 à 850 °C en raison de l'activation de plusieurs sites de germination de cette phase. Au delà de 850 °C, la fraction mesurée de la phase σ diminue continuellement et s'annule à 1050°C où l'on obtient une structure exempte de précipité. On remarque aussi que la valeur maximale de la phase σ pour les différentes zones est obtenue à 850 °C ce qui signifie que la réaction de décomposition de la ferrite atteint son maximum à cette température.

III.2.2- Domaine d'homogénéisation et de transformation $\gamma \leftrightarrow \delta$ (1050-1250 °C)

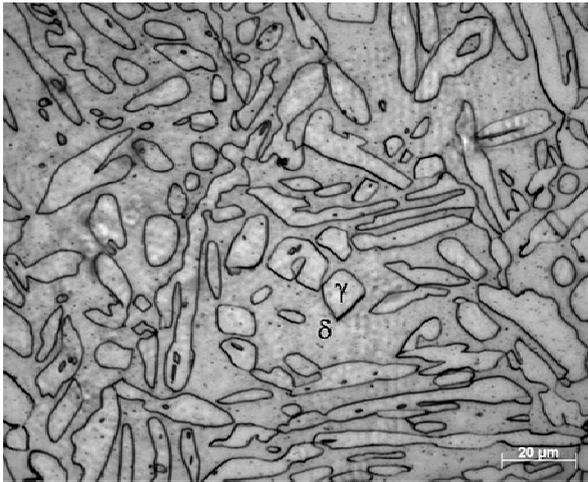
Le principal phénomène métallurgique caractérisant ce domaine de température est la transformation de phase $\gamma \rightarrow \delta$ à l'état solide lors du chauffage de l'acier. En optimisant la température et le temps de traitement thermique, cette transformation permet d'homogénéiser le rapport de phase γ / δ dans les différentes régions de la soudure. La figure III.15 (a, b, c) montre les micrographies optiques du métal fondu suite aux traitements d'hypertrempe à 1050, 1150 et 1250 °C pendant 1h. En comparant la figure III.15.a avec l'état brut de solidification (figure III.5) on remarque que le traitement à 1050 °C a modifié légèrement la morphologie des grains d'austénite particulièrement ceux ayant les formes de fines lamelles parallèles. Ces derniers ont tendance à prendre des formes aciculaires allongées. Cette température a permis aussi d'homogénéiser la répartition des phases γ et δ dans les différentes passes du soudage. L'évolution de la structure du métal fondu continue avec l'augmentation de la température d'hypertrempe. A 1150 °C (figure III.15.b), on remarque la présence de grains d'austénite avec des formes globulaires et aciculaires élargies. Cette croissance des grains devient très importante lorsque la température d'hypertrempe est de 1250 °C (figure III.15.c) où les différentes formes des grains d'austénite caractérisant la structure de solidification ont été complètement modifiées. Les conséquences morphologiques de ces traitements thermiques dans la structure de la ZAT sont similaires à celles enregistrées dans le métal fondu. A 1050 °C (figure III.16.a), cette zone est caractérisée par une structure duplex exempte de précipités avec une répartition uniforme des phases γ et δ . Le passage de la température d'hypertrempe à 1150 puis à 1250 °C favorise la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ et entraîne une croissance remarquable des grains de ferrite (figure III.16.a et III.16.b) se traduisant par une migration d'interfaces γ/δ .



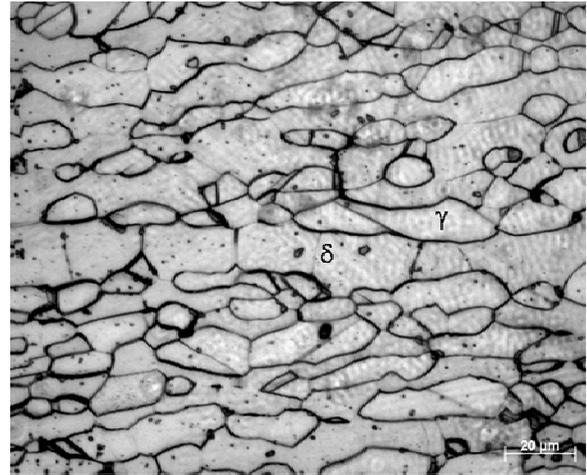
(a)



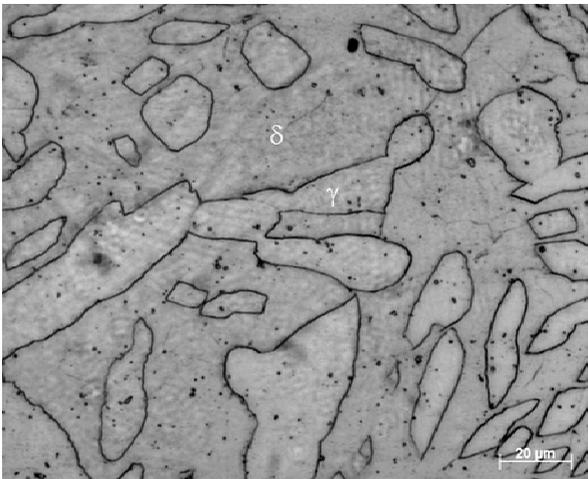
(a)



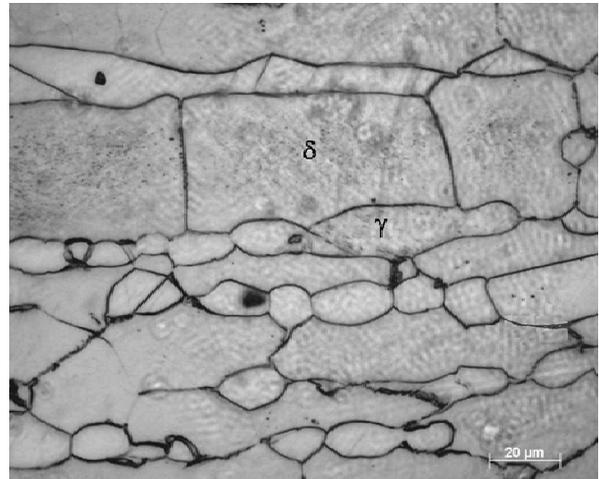
(b)



(b)



(c)



(c)

Figure III.15 Micrographies optiques du métal fondu après traitement d'hypertrempe. a) 1050 °C, b) 1150 °C, c) 1250°C

Figure III.16 Micrographies optiques de la zone affectée thermiquement après traitement d'hypertrempe. a) 1050 °C, b) 1150 °C, c) 1250°C

Les grains d'austénite évoluent vers une structure cellulaire au niveau des interfaces δ/δ . Cette forme des grains d'austénite indique une réorganisation des joints de grains tendant vers un meilleur équilibre.

Après un traitement d'hypertrempe à 1150 °C on obtient les micrographies électroniques en transmission du métal de base et du métal fondu aux figures III.17 et III.18. On observe nettement que les joints de grains évoluent vers l'état d'équilibre thermodynamique qui consiste en la diminution de l'énergie d'interface. Cet état semble plus net dans le métal de base (figure III.17b) que dans le métal fondu même si la figure III.18 montre une certaine tendance des joints de grains de cette zone à atteindre l'état d'équilibre. La forme des joints de grains du métal de base, suite au traitement à 1250°C, est proche de

l'état d'équilibre idéal schématisé à la figure III. 19. En effet, à cette température les joints de grains tendent à former une jonction triple qui peut être définie comme la ligne de rencontre des joints de trois grains différents. Les angles α , β , et γ entre ces joints varient selon que la triple jonction formée est symétrique ou asymétrique.

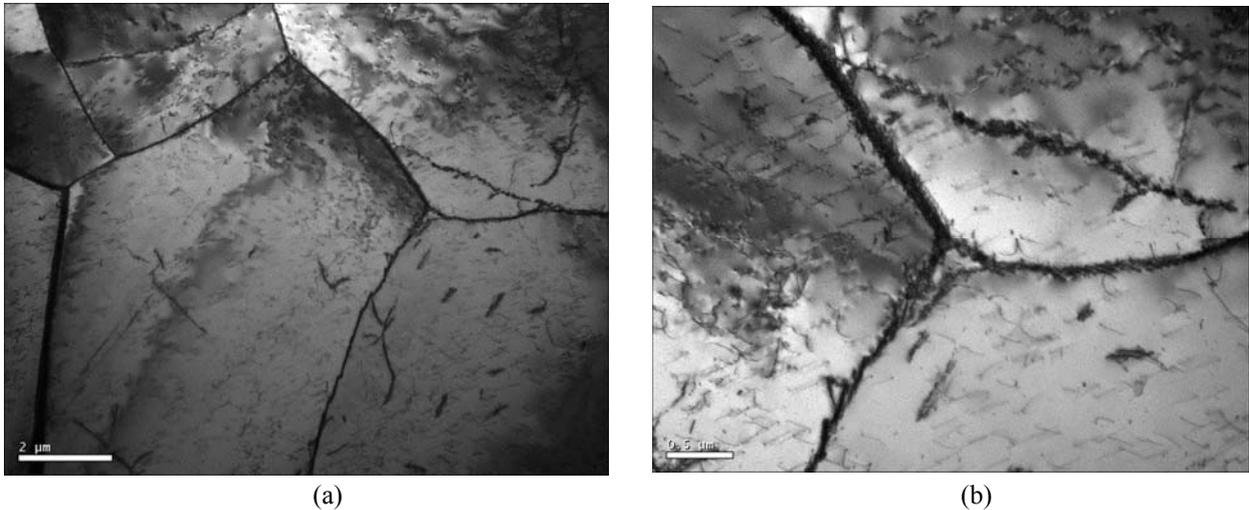


Figure III.17 Micrographie électronique en transmission du métal de base suite à un traitement d'hypertrempe à 1150 °C

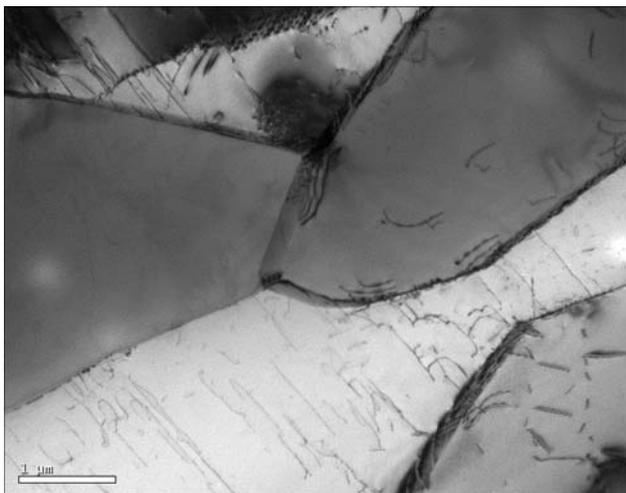


Figure III.18 Micrographie électronique en transmission du métal fondu suite à un traitement d'hypertrempe à 1150 °C

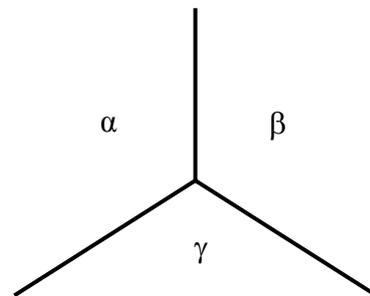


Figure III.19 Représentation schématique de la forme des grains lors d'un traitement thermique à 1250 °C.

Ces évolutions morphologiques lors des traitements thermiques influent d'une manière directe sur la fraction de la ferrite enregistrée suite à chaque température. Comme le montre la figure III.20, la fraction volumique de la ferrite δ augmente avec la température d'hypertrempe dans les différentes zones de la soudure. Cette augmentation s'effectue de manière plus accentuée dans la ZAT que dans les autres zones à cause de l'historique thermique de cette zone [65]. La différence enregistrée dans la vitesse de croissance du taux

de ferrite δ est due aussi à l'effet de la microstructure de départ (avant traitement thermique) comme l'ont rapporté Zhang et al. [137]. Une microstructure initiale à gros grains ferritiques (cas de la ZAT en soudage) est plus favorable à la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ lors des traitements thermiques à des températures proches de celles du domaine ferritique monophasé. Cette transformation est aussi contrôlée par la diffusion de l'azote et sa teneur dans l'acier d'après les travaux de Park et al. [138]. Elle est par contre lente dans le métal fondu à cause de sa composition chimique et sa teneur en austénite. Ainsi d'après cette figure on conclut que le traitement d'hypertrempe à 1050 °C pendant 1h permet d'obtenir un meilleur équilibre de phase γ/δ dans la ZAT et dans la zone fondue sans affecter celui du métal de base.

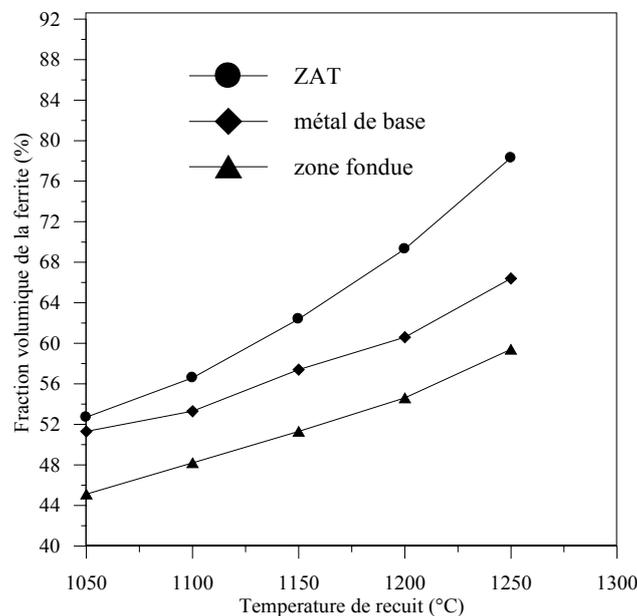


Figure III.20. Evolution du taux de ferrite en fonction de la température d'hypertrempe

III.2.3. Analyse par diffraction des rayons X

L'examen au moyen des rayons X du métal de base avant et après traitement thermique nous a permis d'obtenir les spectres de diffraction de la figure III.21. L'état initial du matériau est caractérisé par la présence des pics des deux phases α et γ . On remarque aussi que l'intensité du pic (111) γ est inférieure à celle de (110) α . Des traces de textures sont aussi observées sur le spectre. L'introduction des traitements thermiques a modifié la forme et les intensités de certains pics dans les diffractogrammes. Ces modifications sont liées aux phénomènes de recristallisation et aux changements morphologiques qu'ont subi les grains des deux phases lors des traitements thermiques.

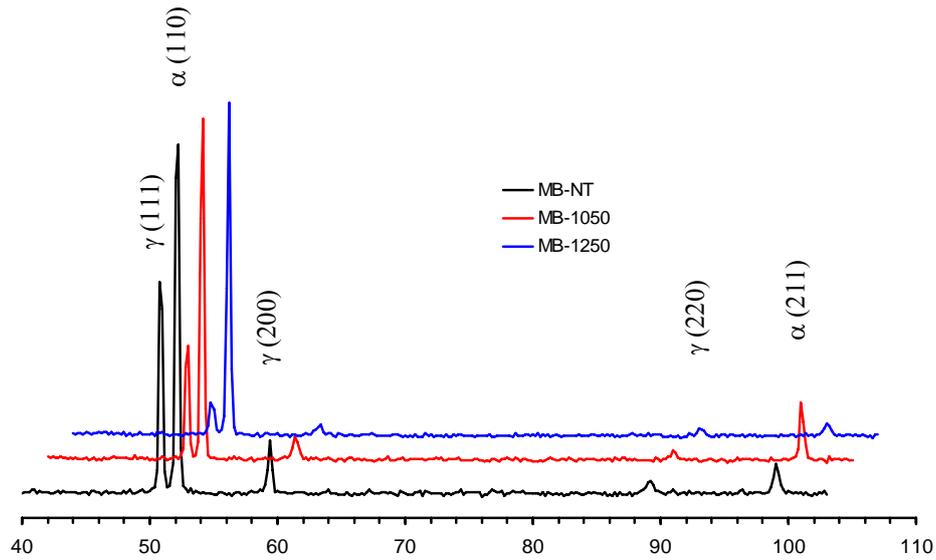


Figure III.21. Diffractogrames de RX obtenus dans le métal de base

A 1250 °C on observe un affaiblissement remarquable de l'intensité du pic (111) γ par rapport à celle de (110) α . D'après la coupe du diagramme Fe-Cr-Ni et l'étude quantitative de la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ présentée précédemment, la balance de phase à cette température est en faveur de la phase ferritique. Cette phase est plus stable à haute température, ses grains sont plus larges que ceux de l'austénite d'où l'augmentation de l'intensité de ses pics de diffraction.

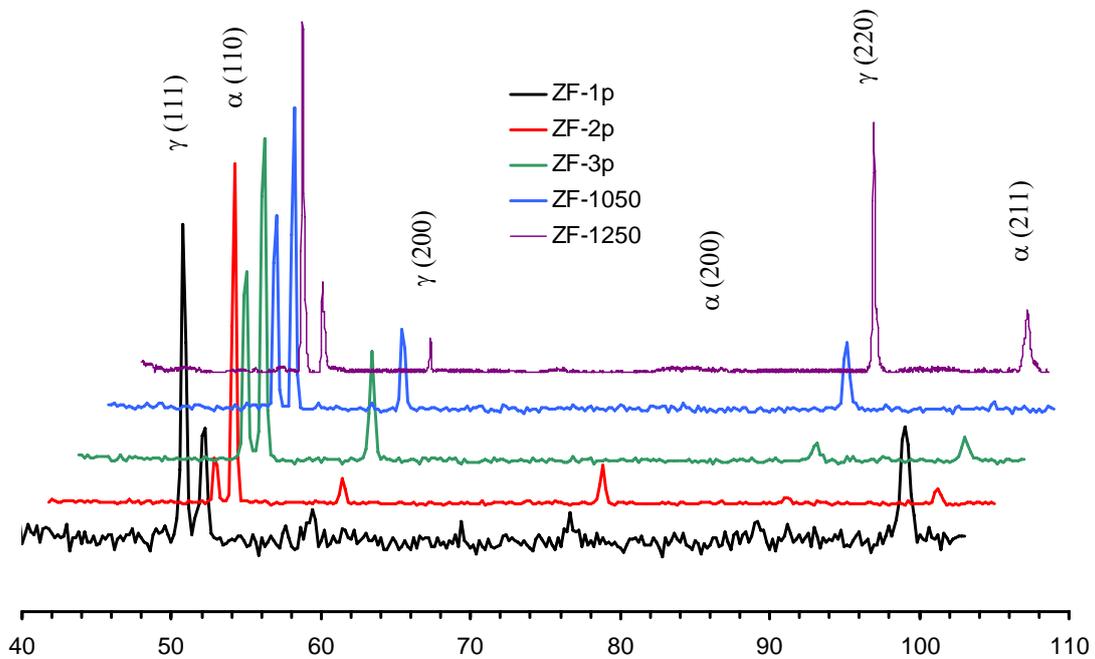


Figure III.22. Diffractogrames de RX obtenus dans la zone fondue pour les différentes passes de soudage, et suite aux traitements d'hypertrempe.

Dans la zone fondue (figure III.22), on observe un effet de texture dans le cas de la

soudure réalisée en une passe. Ceci est dû au gradient de texture induit par le phénomène de solidification de la soudure (on montrera plus tard qu'une relation d'orientation cristallographique très marquée est obtenue pour cette soudure). On constate aussi que ces effets de texture faiblissent avec l'augmentation du nombre de passes de soudage et le traitement thermique. En élevant la température de traitement thermique de 1050 à 1250°C, on remarque que la différence entre les intensités des pics (111) γ et (110) α n'est pas aussi importante que celle enregistrée dans le métal de base ; ceci peut être lié à la répartition des phases δ et γ dans la zone fondue et à sa composition chimique.

III.2.4. Influence des traitements d'hypertrempe sur la composition chimique

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases γ et δ s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune de ces phases. Les analyses quantitatives de la composition chimique effectuées par EDX dans le métal de base et le métal fondu ont montré que la composition chimique de l'austénite reste assez stable en faisant passer la température d'hypertrempe de 1050 à 1250 °C, tandis que celle de la ferrite change. Ces changements concernent principalement les éléments Cr, Ni, Mo. La teneur des autres éléments d'alliage reste quasiment stable suite aux traitements thermiques. Les résultats de ces microanalyses sont présentés dans le tableau III.3.

Tableau III.3. Teneurs en éléments d'alliages principaux dans la ferrite

| T (°C) | métal de base | | | Métal fondu | | |
|-----------------|---------------|------|------|-------------|------|------|
| | Cr | Mo | Ni | Cr | Mo | Ni |
| Sans traitement | 24.60 | 7.80 | 3.41 | 25.01 | 8.03 | 5.19 |
| 1050 | 24.31 | 7.20 | 3.73 | 24.62 | 7.80 | 5.74 |
| 1150 | 23.10 | 6.60 | 4.70 | 24.01 | 7.20 | 6.10 |
| 1250 | 21.80 | 5.70 | 5.90 | 23.32 | 6.95 | 6.90 |

On remarque que la teneur de la ferrite en éléments Cr, Mo diminue tandis que celle en Ni augmente avec la température d'hypertrempe. On remarque aussi que le métal fondu est plus riche en Cr, Ni et Mo que le métal de base. Ceci peut être attribué à la nature du métal

d'apport utilisé dans l'opération de soudage. L'évolution de la composition chimique de la ferrite avec la température suit une loi de variation linéaire. En observant les courbes de la figure III.23 on peut proposer une relation empirique pour chacun des trois éléments.

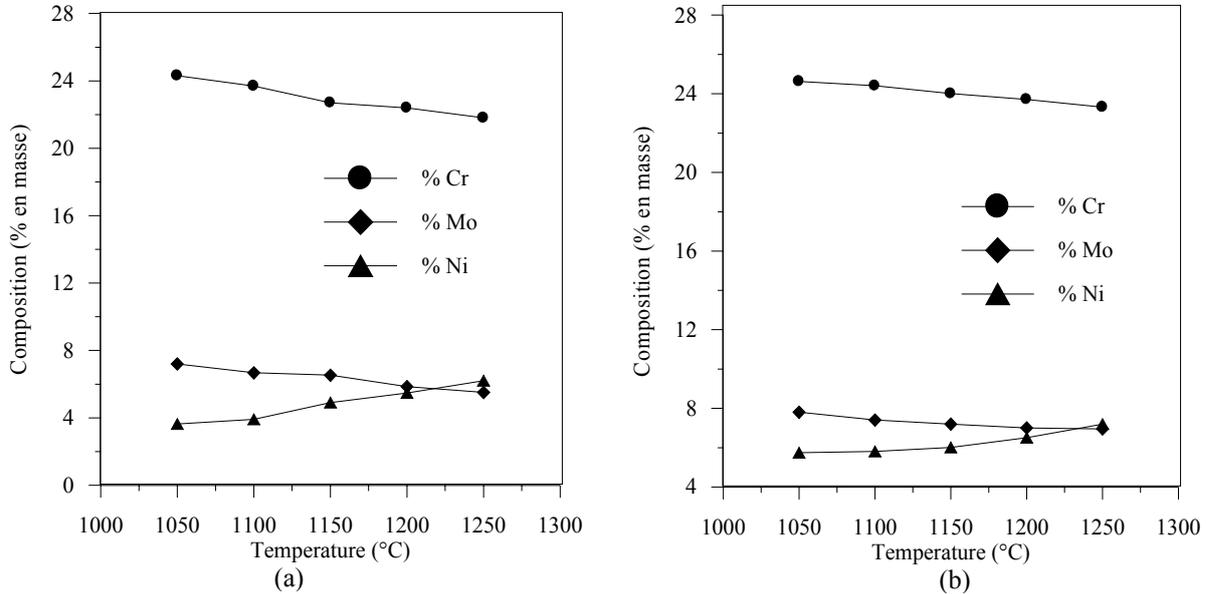


Figure III.23. Evolution de la composition chimique de la ferrite en fonction de la Température d'hypertrempe a) dans le métal de base, b) dans le métal fondu.

Cette relation s'écrit sous la forme :

$$Y = aT + b, \text{ où}$$

- Y représente le pourcentage en masse de l'élément considéré.
- T est la température de traitement thermique.

Ainsi on peut formuler les variations des différents éléments dans le métal de base (figure III.23a) en fonction de la température de traitement de la manière suivante :

- $\%Cr = -0.0126 T + 37.518$.
- $\%Ni = 0.0134 T - 10.588$.
- $\%Mo = -0.0084 T + 16.012$

Dans la zone fondue (figure III.23b), ces variations s'écrivent comme suit :

- $\%Cr = -0.0065 T + 31.570$.
- $\%Ni = 0.0072 T - 2.076$.
- $\%Mo = -0.0042 T + 12.10$

En comparant ces résultats à d'autres travaux dans le même domaine on constate qu'ils sont très proches de ceux obtenus par Lai et al [16], Lo et al [17] et Chen et al [15]. Cependant on constate une légère différence par rapport aux résultats obtenus par Atamert et al [132] et Cortie [139] qui ont conclu que la répartition des éléments Cr, Ni, Mo entre les

phases δ et γ pour des températures supérieures à 1200 °C est presque invariable.

III.3. Etude des propriétés mécaniques

On a montré précédemment que les joints soudés en acier inoxydable duplex 2205 sont caractérisés par une hétérogénéité structurale importante caractérisée par un déséquilibre de phase δ/γ entre le métal de base, la zone fondue et la ZAT ainsi qu'un grossissement de grains dans cette dernière. Cette nouvelle répartition microstructurale à travers le joint soudé affecte ses propriétés mécaniques. Nous avons montré, ensuite, qu'un traitement thermique à 1050 °C pendant 1h homogénéise la structure de la soudure et rétablit l'équilibre de phase dans ces différentes régions. Cette investigation microstructurale reste insuffisante pour décider de la qualité du joint si ses propriétés mécaniques ne sont pas soigneusement étudiées.

Dans ce qui suit on présente l'évolution des différentes caractéristiques mécaniques en fonction de l'opération de soudage et de la température de traitement thermique.

Le tableau III.4 récapitule les différentes caractéristiques mécaniques de l'état brut de soudage. Les variations des propriétés mécaniques observées dans les différentes zones du joint soudé sont liées à l'hétérogénéité structurale induite par l'opération de soudage.

Tableau III.4. Caractéristiques mécaniques mesurées à l'état brut de soudage.

| | HV10 | Energie absorbée (daJ) | Rm (MPa) | A% |
|---------------|------|------------------------|----------|----|
| Métal de base | 275 | 3.21 | 767 | 25 |
| ZAT | 320 | 2.11 | | |
| Zone fondue | 305 | 2.85 | | |

Les traitements thermiques effectués dans la tranche de température 800-1000 °C ont causé la précipitation de la phase σ et des carbures de chrome $M_{23}C_6$ qui a entraîné la dégradation des différentes propriétés mécaniques du joint soudé. La figure III.24 montre une élévation très significative de la dureté par rapport à l'état brut de soudage. Au-delà de 850 °C les précipités commencent à se dissoudre d'où la chute de dureté observée. La chute de dureté observée entre 1050 et 1100°C est due à un phénomène complexe qui lie la recristallisation de l'acier et la croissance des grains. Au-delà de cette température la dureté de l'acier se remet à accroître du fait de l'augmentation du taux de ferrite. L'analyse des courbes des caractéristiques mécaniques de traction (figure III.25) et de l'énergie absorbée lors des essais de résilience (figure III.26) confirme les observations faites sur la courbe de dureté. On

conclut ainsi d'après les trois figures analysées que la combinaison optimale des propriétés mécaniques du joint soudé est obtenue avec un traitement d'hypertrempe à 1050°C pendant 1h.

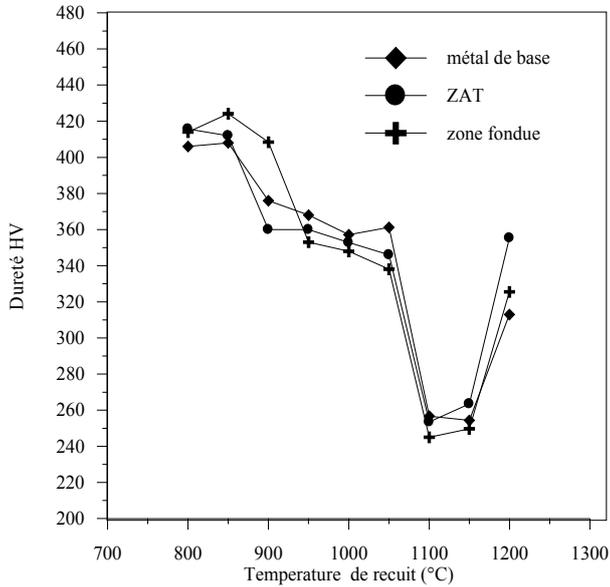


Figure III.24. Evolution de la dureté en fonction de la température de recuit.

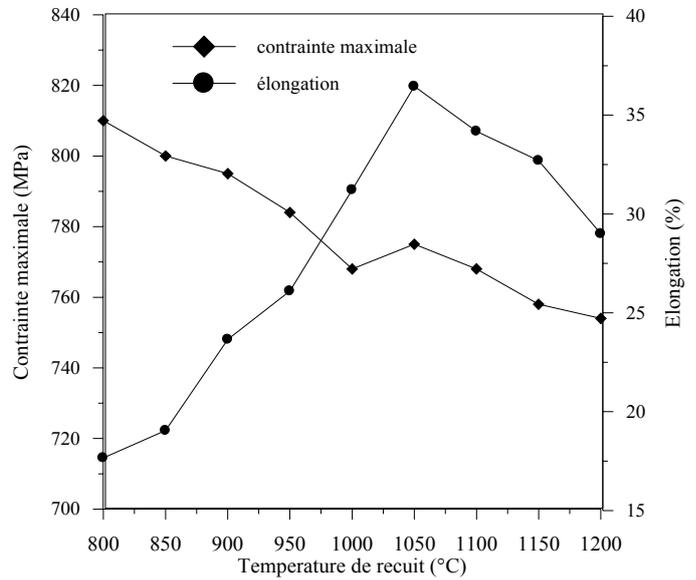


Figure III.25. Evolution de la contrainte maximale en traction et de l'allongement à la rupture en fonction de la température de recuit.

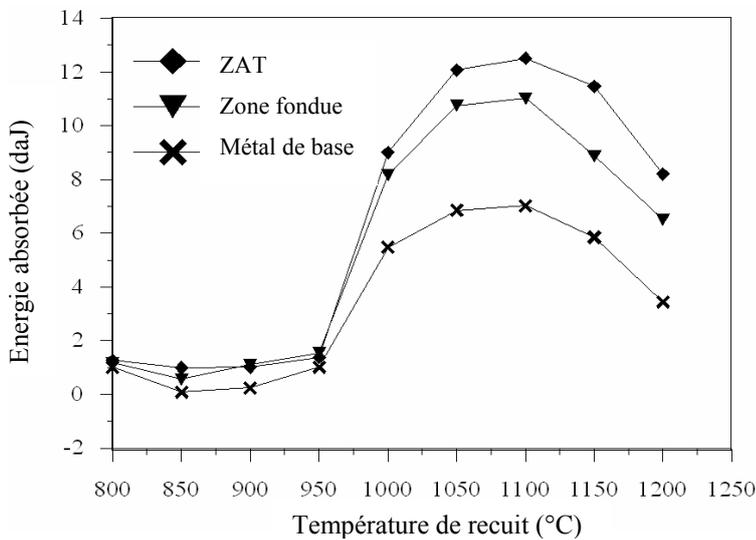


Figure III.26. Evolution de l'énergie absorbée lors des essais de résilience en fonction de la température de recuit.

III.4. Etude des faciès de rupture par MEB

Une étude fractographique des faciès de rupture suite aux essais mécaniques sur des éprouvettes soudées et traitées thermiquement a été réalisée par microscopie électronique à balayage. La fractographie peut être subdivisée en macro- et micro-fractographie. La première permet d'observer à l'oeil nu ou à faible grossissement des caractéristiques particulièrement utiles dans l'identification de la nature et des causes de la fissuration dans les cas d'analyses de rupture. Elle oriente aussi les observations micro-fractographiques subséquentes. La microfractographie porte sur l'étude des mécanismes et faciès de la rupture. On définit en général deux types de rupture :

III.4.1. La rupture ductile

C'est le mode de rupture classique des aciers à « haute » température. L'un des paramètres mécaniques les plus importants dont dépend la rupture ductile est la déformation plastique. Elle se déroule en trois étapes : amorçage de cavités sur des inclusions, des carbures ou des nitrides. Ces cavités s'arrondissent ensuite en pores ovoïdes lorsque la déformation plastique augmente, et enfin ces pores coalescent pour provoquer la rupture du matériau.

III.4.2. La rupture fragile

On distingue deux types de rupture fragile.

a) La rupture par clivage

Le clivage est une décohésion transcristalline de deux plans cristallographiques parallèles sous l'action d'une contrainte mécanique. Il est généralement considéré comme contrôlé par la contrainte, étant donné que la contrainte normale doit dépasser une valeur critique pour qu'il y ait clivage. Le déclenchement d'une fracture de clivage nécessite la présence dans le matériau de défauts locaux ou de structures de dislocations, qui peuvent engendrer des concentrations de contraintes suffisamment élevées pour dépasser la résistance cohésive du matériau.

b) La rupture intergranulaire

La ségrégation de certains éléments d'alliages en solution ou sous forme de précipités peut aussi engendrer des déchirures par glissement et par décollement le long des joints de grains. Dans ce cas la rupture apparaît s'il y a une diminution suffisante de l'énergie de cohésion du joint de grains.

Une observation macrographique des faciès de rupture d'échantillons traités à 850 °C et 1050 °C respectivement est présentée dans la figure III.27. Le mode de rupture fragile est

clairement indiqué par la figure III.27.a, caractérisée par un état de surface relativement lisse. A cet échelle d'observation des fissures indiquent le seuil élevé de fragilisation de l'acier lors de son traitement à 850 °C.

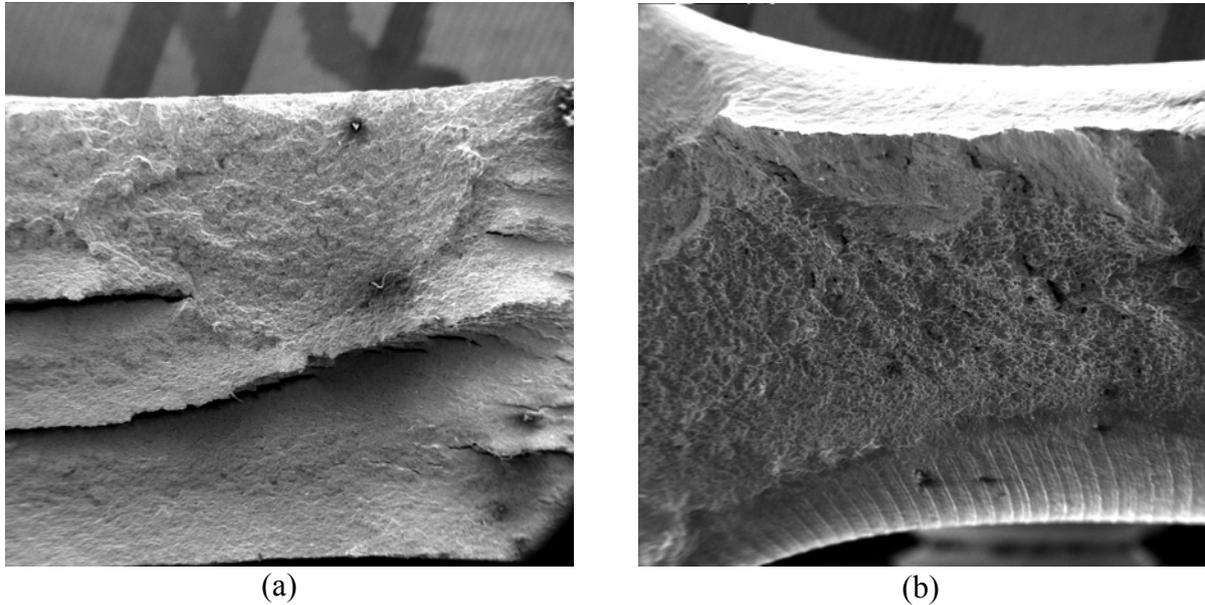


Figure III.27. Vue macrographique des faciès de rupture de la ZAT.
a) traitement à 850 °C, b) traitement à 1050°C.

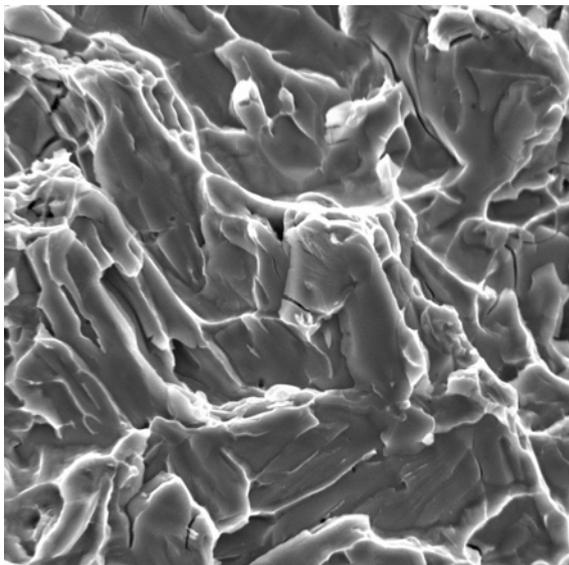


Figure III.28 Faciès de rupture de la ZAT obtenu après traitement à 850°C.

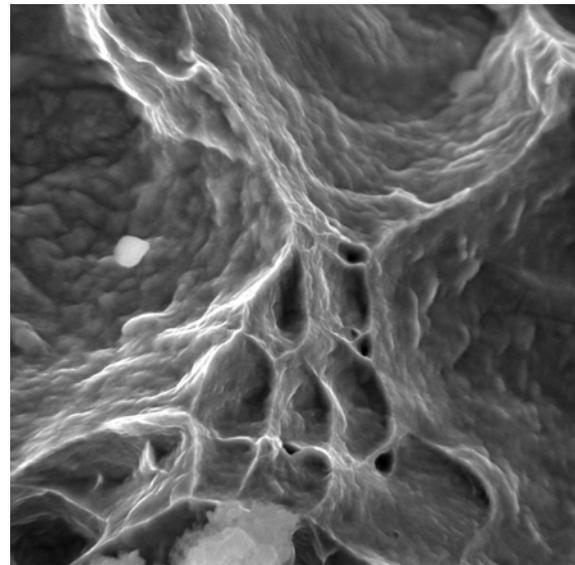


Figure III.29. Faciès de rupture de la ZAT obtenu après traitement d'hypertrempe à 1050°C.

Par contre, la figure III.27.b illustre le phénomène d'arrachement de matière caractérisant une rupture ductile. La figure III.28 montre clairement le caractère intergranulaire de la rupture fragile. Des fissures secondaires sont aussi observées à l'intérieur de quelques grains. Ceci montre que la rupture a eu lieu non seulement aux joints de grains mais aussi à l'intérieur des grains, particulièrement ceux de la ferrite, suivant les interfaces

δ/σ . Cette fragilité est due à la présence des phases intermétalliques telle la phase σ qui est dans ce cas dominante ; la phase σ a la particularité d'être très dure et son domaine de plasticité est très réduit. Sa présence dans les interfaces δ/δ et δ/γ entraîne une forte diminution de l'énergie de cohésion des joints de grains, donc toute sollicitation entraîne une concentration de contraintes au niveau des interfaces δ/σ et γ/σ . Cette concentration de contrainte provoque la naissance des microcavités, l'interconnexion de ces microcavités est à l'origine de la propagation des fissures provoquant la rupture fragile de l'acier. La rupture dans la ZAT à cette température est donc une rupture intergranulaire et transgranulaire. Ce mode de rupture change en augmentant la température de traitement thermique de 850 à 1050 °C. La figure III.29 est une fractographie à cupules, elle représente le caractère de rupture ductile accompagnée d'une déformation plastique. Les cupules ont des tailles qui varient de quelques microns à quelques dizaines de microns. Ce mode de rupture a été observé aussi dans d'autres cas d'aciers inoxydables duplex par Tavares et *al.* [140] et Sieurin et *al.*[141].

III.5. Etude de la précipitation de la phase σ et des carbures de chromes

Dans la partie précédente nous avons présenté brièvement la précipitation de la phase σ et des carbures de chrome $M_{23}C_6$. Nous avons montré ensuite qu'une fois formés, ces précipités affectent les propriétés mécaniques et influent sur le mode de rupture du joint soudé. En tant que transformations de phase à l'état solide, ces phénomènes de précipitation se produisent dans la ferrite à cause de la vitesse de diffusion dans cette phase qui est 100 fois plus élevée que celle de l'austénite. Plusieurs facteurs influent sur la formation de ces précipités dans les soudures de l'acier duplex 2205 ; entre autre la taille des grains ferritiques et la proportion de cette phase dans l'acier sont des facteurs primordiaux. Comme nous l'avons montré précédemment, ces deux paramètres peuvent être contrôlés en ajustant convenablement la température d'hypertrempe. Une température d'hypertrempe trop élevée engendre une forte croissance des grains entraînant l'élimination d'un certain nombre d'interfaces δ/γ considérées comme des sites préférentiels de germination de la phase σ et des carbures de chrome. Ceci peut avoir deux effets contradictoires :

- D'une part un taux élevé de ferrite conduirait à une augmentation du taux de phase σ précipitée.

- D'autres part, la diminution de la surface spécifique des joints de grains ralenti la précipitation en général.

L'évolution de la composition chimique lors des traitements d'hypertrempe est un autre facteur pouvant influencer sur la précipitation. On a montré précédemment que lorsque la température d'hypertrempe augmente les teneurs en chrome et molybdène diminuent dans la ferrite alors que la teneur du nickel augmente.

Dans ce qui suit, nous présentons en détail l'effet de ces paramètres sur la transformation de la ferrite δ lors des traitements de vieillissement à 850 °C. Seule la précipitation de la phase σ et les carbures de chrome $M_{23}C_6$ est prise en considération.

III.5.1 Evolution microstructurale de la ferrite lors des traitements de vieillissement

Les figures III.30, III.31 et III.32 montrent les micrographies optiques des échantillons vieillis à 850 °C pendant différents temps de maintien suite aux traitements d'hypertrempe à 1050, 1150 et 1250°C. On remarque que les précipitations ont eu lieu principalement dans la phase ferritique, l'austénite initiale n'ayant subi aucun changement de structure pendant les traitements de vieillissement. Lors des 15 premières minutes, une précipitation apparaît aux joints d'interfaces δ/γ , δ/δ et même à l'intérieur des grains ferritiques (figures III.30a, III.31a et III.32a). Ces précipités sont sous forme de particules fines dispersées le long de ces interfaces. A des temps de vieillissement plus élevés, on constate la présence d'autres types de précipités ayant différentes morphologies (figures III.30.b, III.31.b et III.32.b). Les techniques d'analyse par DRX et EDS confirment la présence de ces différents précipités. Les particules précipitées durant les premières minutes au niveau des interfaces δ/γ et à l'intérieur des grains ferritiques sont identifiées comme étant des carbures de chrome de formule générale $M_{23}C_6$. Les grains qui apparaissent en clair sur les figures III.30.b, III.31.b correspondent à la phase intermétallique σ . En observant l'évolution de la microstructure pour chaque température d'hypertrempe (figures III.30.b, III.31.b et III.32.b) on remarque que la décomposition de la ferrite débute avec l'apparition des carbures de chrome qui, après un certain temps de vieillissement, atteignent leur taille maximale. Par contre, la phase σ tend toujours à croître à l'intérieur des grains ferritiques pour occuper tout son volume.

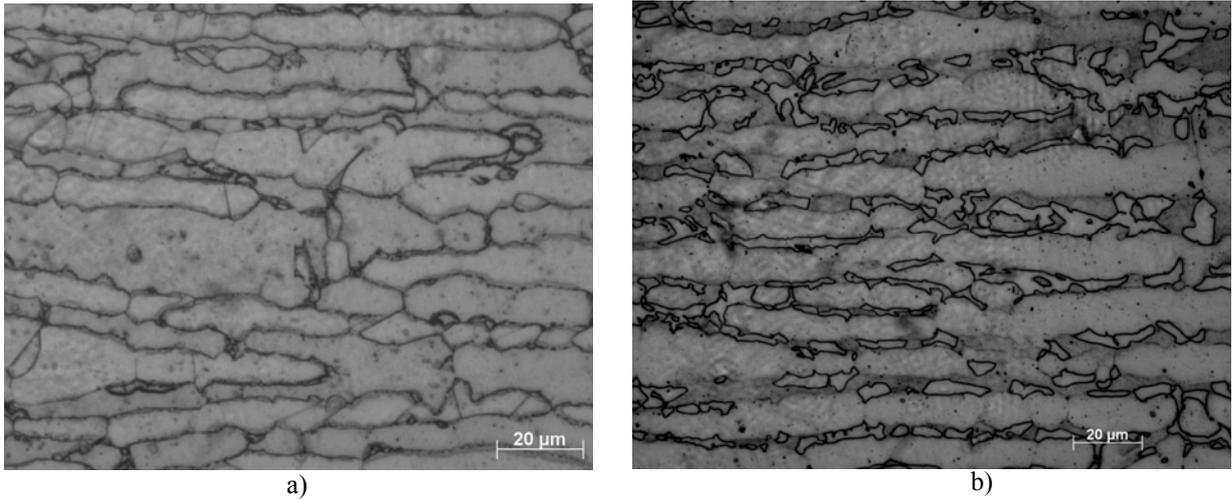


Figure III.30. Micrographies optiques du métal de base vieilli à 850 °C pendant a) 15', b) 5h Suite à une hypertrempe à 1050 °C

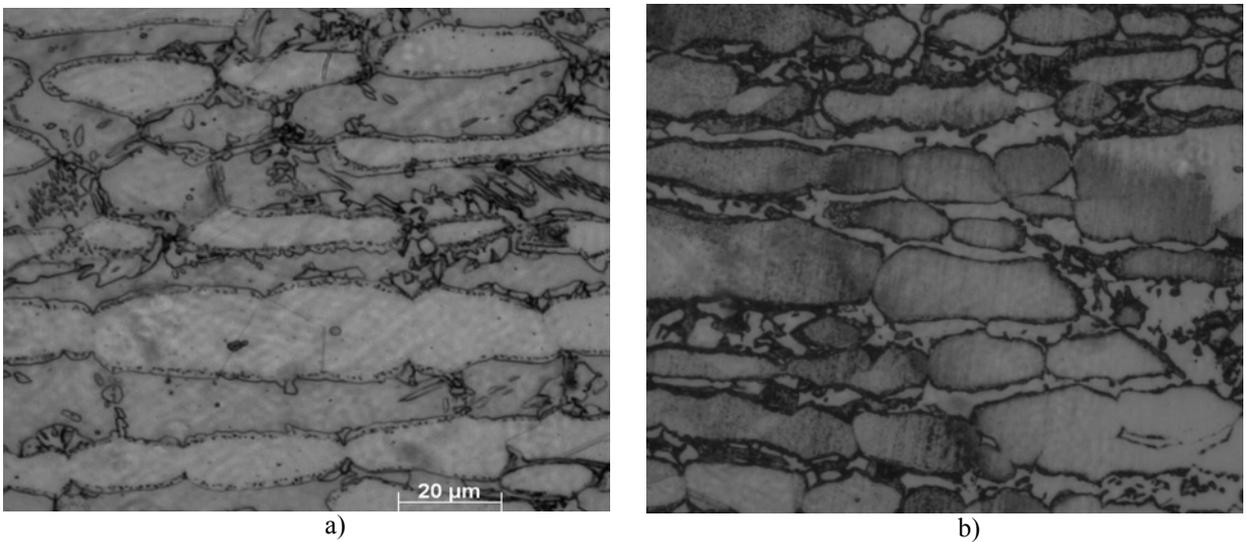


Figure III.31. Micrographies optiques du métal de base vieilli à 850 °C pendant a) 15', b) 5h Suite à une hypertrempe à 1150 °C

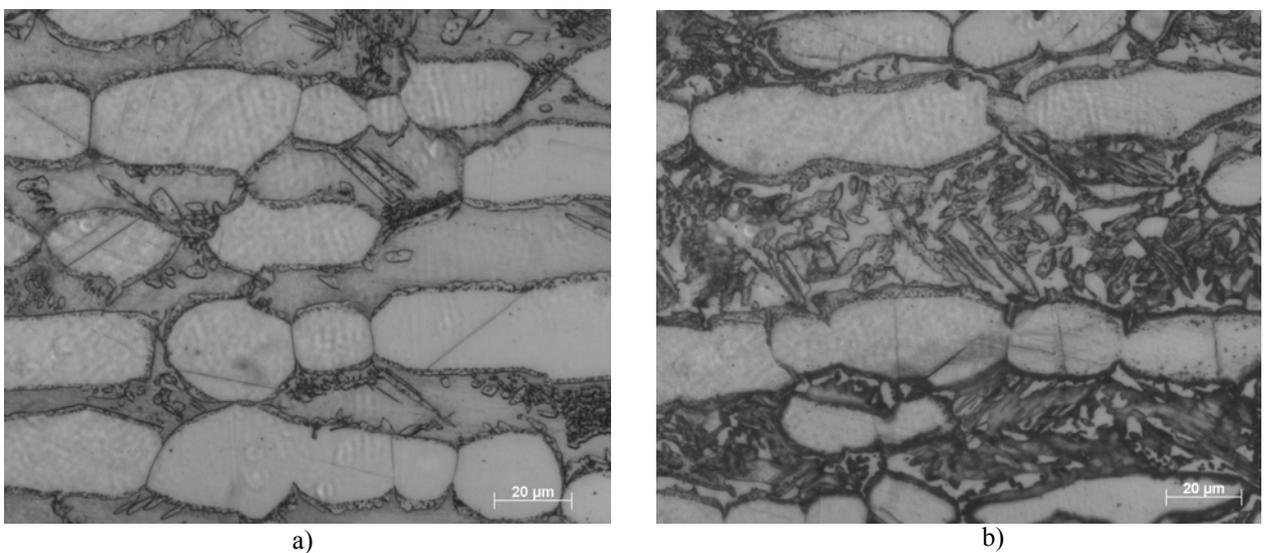
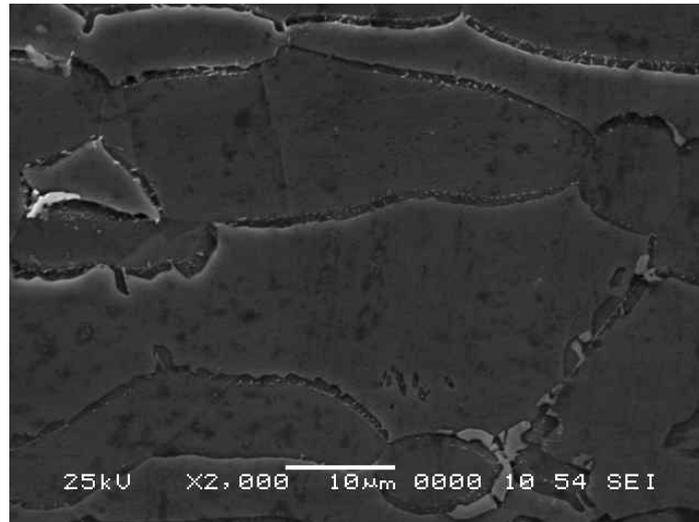


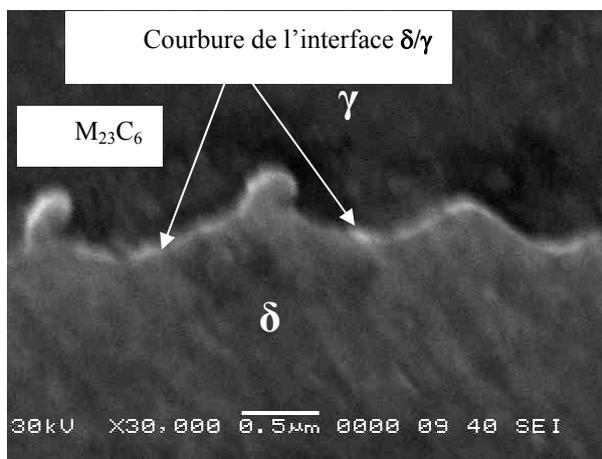
Figure III.32. Micrographies optiques du métal de base vieilli à 850 °C pendant a) 15', b) 5h Suite à une hypertrempe à 1250 °C

III.5.2. Mécanismes et stades de la transformation

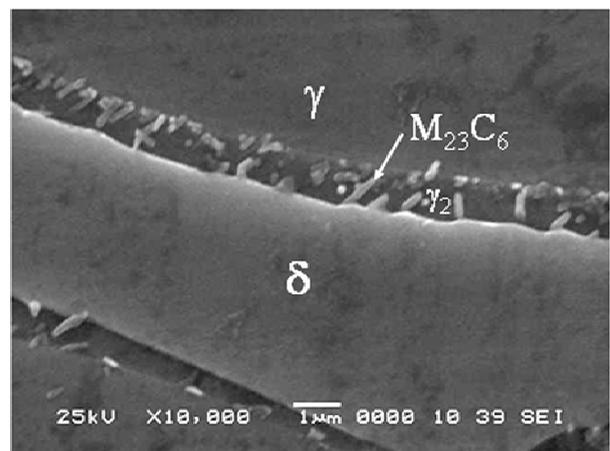
La figure III.33 présente une micrographie électronique à balayage de la ZAT lors d'un traitement d'hypertrempe à 1150 °C pendant 1h suivi d'un vieillissement à 850 °C pendant 15 min. Cette figure illustre clairement le stade initial de la transformation qui consiste en l'activation de la précipitation dans les interfaces δ/γ et δ/δ . Dès les premières minutes de vieillissement la transformation de la ferrite commence par la formation des carbures de chrome aux frontières entre les zones riches en chrome (ferrite) et les zones riches en carbone (austénite). Les carbures précipitent en premier grâce à la diffusivité élevée des atomes de carbone [15, 19]. Les nouvelles interfaces ont des formes relativement courbes comme le montre la figure III.33.b. Selon Lee et al [19], ces formes courbes sont le fait du gradient des énergies interfaciales au niveau de la jonction particule / joint de grains qui favorisent les réactions de précipitation lamellaire ou cellulaire.



(a)



(b)



(c)

Figure III.33. Micrographie électronique à balayage de la ZAT après hypertrempe à 1150°C pendant 1 h et vieillissement à 850°C pendant 15'.

La formation des carbures cause un appauvrissement en chrome au voisinage du grain ferritique proche de l'interface δ/γ . La déplétion du chrome dans les grains ferritiques entraîne la migration de l'interface δ/γ de sa position originale vers l'intérieur du grain ferritique, ce qui donne l'impression que les carbures apparaissent dans les grains d'austénite (figure III.33.c).

En augmentant le temps de vieillissement, les carbures croissent continuellement à l'intérieur des grains ferritiques et évoluent vers une structure lamellaire. Parmi les facteurs qui favorisent la croissance des carbures, il y a la vitesse de diffusion des atomes de chrome. Sachant que cette dernière est plus élevée dans la ferrite que dans l'austénite, le flux des atomes de chrome vers le carbure est plus élevé dans la ferrite [28]. Lors de cette croissance les carbures captent les atomes de chrome de leur voisinage ferritique et rejettent le nickel et le molybdène. Ce phénomène conduit à la formation d'une nouvelle austénite appelée γ_2 qui est qualifiée de secondaire à cause de sa composition chimique différente de celle de l'austénite initiale présente dans l'acier [29]. L'austénite secondaire croît en concurrence avec les carbures de chrome à cause de la diffusion des atomes Cr, Ni, Mo ; cette diffusion constitue la force motrice de cette croissance. Ainsi se développe une structure couplée de carbures lamellaires et d'austénite secondaire comme le montre la micrographie électronique en transmission de la figure III.34.a. On peut donc conclure qu'à ce stade, la transformation de la ferrite suit la réaction de transformation $\delta \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma_2$.

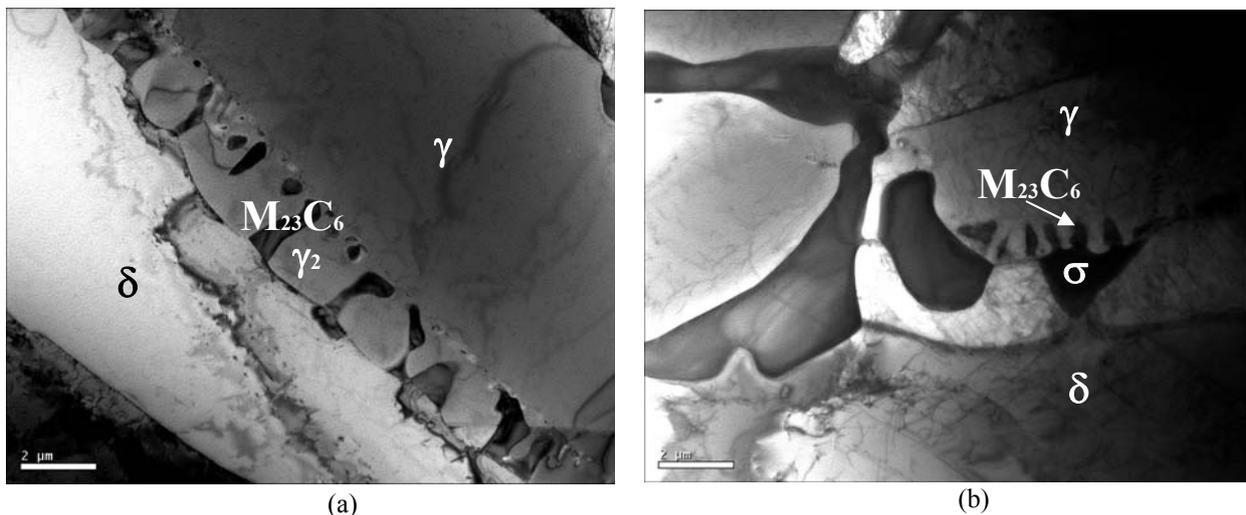


Figure III.34. Micrographie électronique à transmission de la ZAT après hypertrempe à 1150°C pendant 1 h et vieillissement à 850°C pendant a) 1h, b) 3h.

D'autre part la croissance compétitive des carbures de chrome et de l'austénite secondaire est un élément essentiel pour la précipitation de la phase σ , qui débute juste après

celle des carbures ; c'est le deuxième stade de la transformation.

Comme pour les carbures, la phase σ précipite préférentiellement aux interfaces δ/γ (figure III.33.a). Lors de sa formation, cette phase absorbe le chrome et le molybdène et rejette le nickel à son voisinage ferritique ce qui entraîne une autre déplétion du Cr dans ces régions. Ce phénomène constitue une autre force motrice pour la germination de l'austénite secondaire γ_2 . En plus de sa formation aux interfaces δ/γ , la phase σ peut aussi précipiter aux interfaces entre les carbures déjà formés et la ferrite δ . La micrographie électronique à transmission de la figure III.34.b montre la manière dont ces interfaces sont le siège de cette précipitation. Cette deuxième transformation suit la réaction $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ [16, 19]. Les grains de la phase σ croissent continuellement avec le temps de vieillissement jusqu'à leur empiètement. Cette croissance continue de la phase σ est assurée principalement par la diffusion du molybdène comme l'ont montré Chen et al [15, 142]. Dans la figure III.35, on observe que la croissance et l'empiètement des grains de la phase σ s'effectue de manière similaire dans la ZAT et la zone fondue. Après 5h de vieillissement à 850°C, la phase σ présente des morphologies irrégulières. La réaction de transformation citée ci-dessus se poursuit jusqu'à épuisement total de la ferrite. On dira alors que la transformation a atteint son dernier stade appelé stade de saturation.

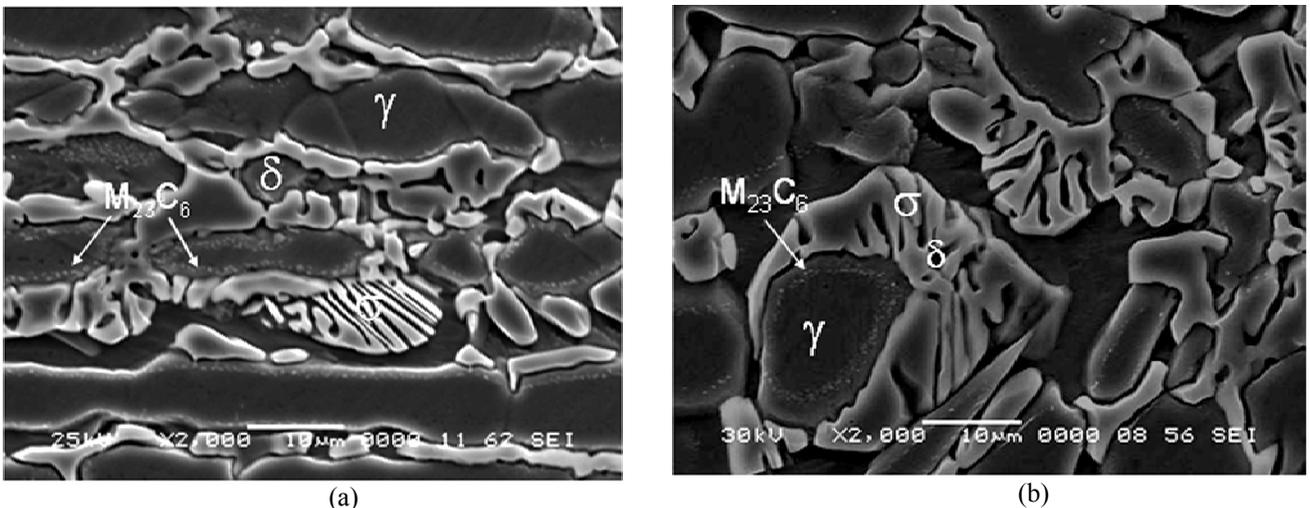


Figure III.35. Micrographie électronique à balayage après hypertrempe à 1150°C pendant 1 h et vieillissement à 850°C pendant 15'.

a) ZAT, b) zone fondue.

Suites aux investigations microstructurales précédentes on peut récapituler les différents stades de la décomposition de la ferrite δ dans le schéma de la figure III.36. Après le stade initial de germination des carbures (figure III.36.b), l'interface δ/γ commence à prendre une allure courbe donnant ainsi lieu à la formation de l'austénite secondaire et à la

précipitation ultérieure de la phase σ et les carbures précipités croissent avec l'austénite secondaire provoquant ainsi la migration de l'interface δ/γ de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique (figure III.36.c). Enfin la figure III.36.d schématise la croissance des grains de la phase σ jusqu'à leur empiètement.

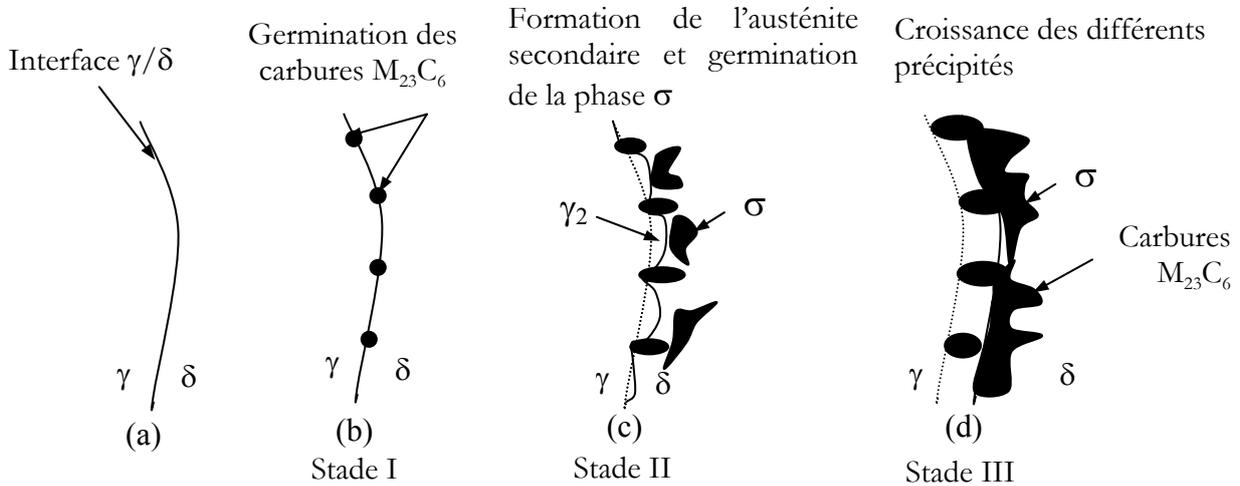


Figure III.36. Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite

III.5.3. Influence de la température d'hypertrempe sur la transformation de la ferrite δ .

La figure III.37 représente la micrographie optique obtenue après traitement d'hypertrempe à 1250°C pendant 1h suivi d'un vieillissement à 850 °C pendant 30 min. Sur cette figure on observe la présence des carbures de chrome sous forme de fines particules aux interfaces δ/γ , et d'austénite intragranulaire. D'après les travaux de Ramirez et al [29, 143], l'austénite intragranulaire précipitée dans les aciers inoxydables duplex et leurs soudures peut être primaire (γ_1) ou secondaire (γ_2). Une forte influence de la température d'hypertrempe sur la formation d'austénite intragranulaire a été observée. Ceci est une conséquence directe de la forte croissance des grains ferritiques à 1250 °C (voir figures III.15.c, III.16.c) comparés aux résultats obtenus à 1050 °C (figures III.15.a, III.16.a) et à 1150 °C (figures III.15.b, III.16.b). L'existence de grains ferritiques très larges entraîne la réduction de la surface de joints de grains par unité de volume et donc le nombre de sites favorables à la germination. Aussi, l'intérieur des grains ferritiques (sursaturé en éléments gammagènes Ni, N) constitue un fort potentiel thermodynamique pour la précipitation de l'austénite intragranulaire. C'est pour cela qu'après une hypertrempe à 1250 °C et un vieillissement à 850 °C la ferrite tend plus à former l'austénite intragranulaire qu'intergranulaire.

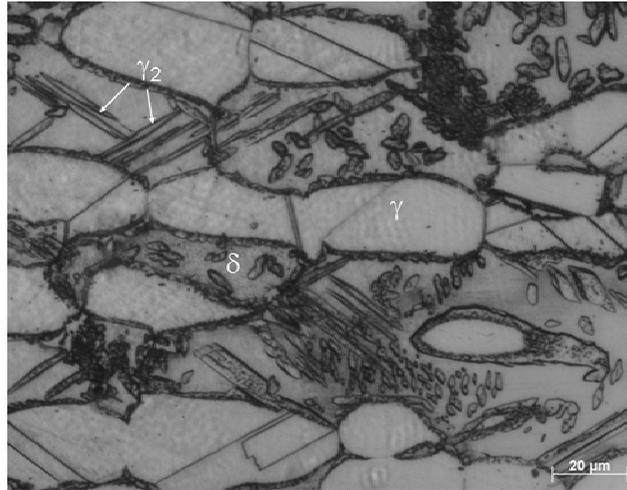


Figure III.37. Micrographies optiques du métal de base vieilli à 850 °C pendant 15' suite à une hypertrempe à 1250 °C

Afin de faire une analyse morphologique approfondie, une observation au microscope électronique à transmission des grains de cette nouvelle phase est donnée dans la figure III.38. Dans la figure III.38.a, on observe les grains d'austénite intragranulaire primaire γ_1 entourés d'un film d'austénite intragranulaire γ_2 .

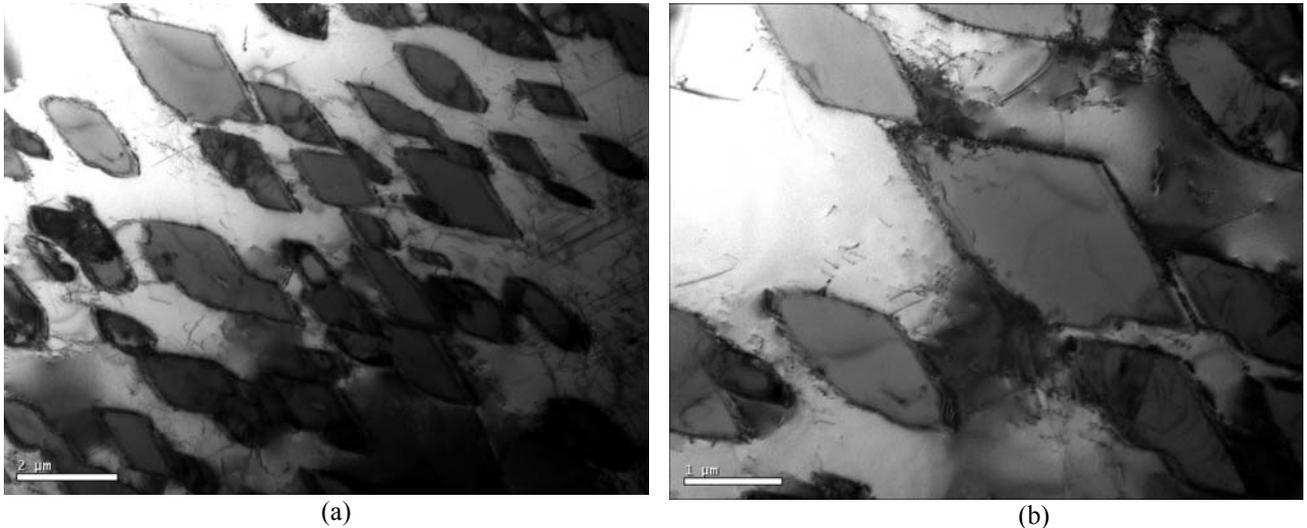


Figure III.38. Micrographie électronique à transmission de la ZAT après hypertrempe à 1250°C pendant 1 h et vieillissement à 850°C pendant 1 h,

Ces observations, conformes aux conclusions de Ramirez et al [29, 143], traduisent l'instabilité structurale de la ferrite δ lors des traitements de vieillissement. A ce stade, aucune trace de phase σ n'a pas été observée.

L'observation au M.E.T nous a permis aussi d'analyser l'interface δ/γ_1 . A un grossissement plus élevé (figure III.38.b), on remarque que cette interface est instable et non

uniforme et selon Ramirez et al [29, 143], cette instabilité est due à la combinaison de plusieurs facteurs dont les plus importants sont :

1. La variation de l'énergie d'interface δ/γ , qui dépend de l'orientation des particules γ_1 avec la matrice ferritique et le plan d'interface. L'amplitude de variation de l'énergie d'interface peut rendre la réaction de croissance du film γ_2 plus rapide aux endroits où elle est la plus élevée.
2. La disponibilité et la diffusion des éléments gammagènes (Ni, N). Comme on le constate à la figure III.38.b, lorsque l'interface δ/γ_1 est située devant un large domaine ferritique, la croissance de l'austénite intragranulaire γ_2 est stimulée par la sursaturation en éléments gammagènes de ce domaine.

En plus de ces deux facteurs, la visibilité de la largeur de l'interface δ/γ est tributaire du positionnement spatial du plan de coupe lors de la préparation de l'échantillon pour l'observation microscopique (polissage mécanique, électrolytique, etc...).

Ainsi la combinaison de ces différents facteurs entraîne une épaisseur non homogène du film γ_2 qui enrobe les grains d'austénite intragranulaire γ_1 comme on le voit sur la figure III.38.b

L'augmentation de la température d'hypertrempe de 1050 à 1250 °C influe sur la décomposition de la ferrite lors du vieillissement à 850°C :

- Elle accroît la quantité de cette phase dans les différentes zones de la soudure.
- Elle augmente la taille des grains de cette phase.
- Elle modifie sa composition chimique.

Lors des traitements de vieillissement à 850°C, la transformation de la ferrite commence par la formation des carbures de chrome et d'austénite secondaire intragranulaire due à l'augmentation de la teneur en Ni dans les grains de ferrite selon Lai et al [16] et Lo [17].

Ainsi, la formation de la phase σ dans ce cas est repoussée vers des durées de maintien plus longues. Ce retard de précipitation de la phase σ peut avoir deux explications possibles:

1. L'augmentation de la température d'hypertrempe de 1050 à 1250 °C entraîne une forte croissance des grains ferritiques qui ont pour conséquence la diminution de la densité des joints de grains. Cela entraîne l'élimination d'un nombre important de sites privilégiés de germination et donc le retard enregistré dans la précipitation de la phase σ . En se basant sur les travaux de Chen et al [15] on peut donc conclure que la précipitation de la phase σ est influencée beaucoup plus par la taille des grains que par le taux de ferrite.

2. L'augmentation de la température d'hypertrempe a causé la diminution des teneurs en chrome et molybdène et a augmenté la teneur en nickel dans la ferrite. Les teneurs en chrome et molybdène étant des éléments essentiels de la phase σ et de la stimulation de sa formation, leur diminution entraîne le ralentissement de la réaction de précipitation de cette phase et favorise la précipitation de l'austénite secondaire γ_2 .

III.6. Cinétique de décomposition de la ferrite δ

En raison de son effet déterminant sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion, la transformation de la ferrite δ dans les aciers inoxydables a fait l'objet de nombreux travaux scientifiques utilisant aussi bien des approches expérimentales qu'analytiques. Les modèles de simulation utilisés sont nombreux et la littérature montre qu'il est difficile d'adopter un modèle universel de cinétique à cause de la diversité des paramètres qui influent sur le mode et la cinétique de transformation de la ferrite δ . Ces paramètres comprennent, en plus de l'effet direct de la température et du temps de recuit, les variations de composition chimique, le taux de ferrite et la taille de ses grains, les pré-traitements thermiques et / ou mécaniques utilisés. Dans ce contexte, un certain nombre de modèles théoriques ont été proposés pour caractériser les cinétiques de transformation des alliages particuliers dans des conditions bien définies. Parmi ces modèles, la relation de Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami (KJMA) (voir équation I. 12) est l'une des plus utilisée pour décrire les cinétiques de transformation de phase se produisant par germination et croissance. Cette relation a été utilisée dans de nombreux travaux scientifiques [123-129] pour étudier la cinétique de décomposition de la ferrite δ dans les aciers inoxydables. D'après ces travaux, la cinétique de transformation de la ferrite suit le modèle classique de KJMA et la valeur de l'exposant n d'Avrami varie de 0.2 à 0.8 à l'exception des résultats de Barcik [127] qui a obtenu un indice $n = 1.2$ pour la précipitation de la phase σ dans les aciers inoxydables austénitiques AISI 310 et 316.

Dans cette partie nous nous sommes intéressés à l'application de la théorie de KJMA à la précipitation de la phase σ dans les soudures de l'acier duplex 2205 suite aux traitements d'hypertrempe à 1050, 1150 et 1250°C pendant 1h et un recuit isotherme à 850 °C pendant différents temps de maintien.

III.6.1. Application du modèle classique de KJMA à la précipitation de la phase σ :

La croissance des germes de la phase σ se poursuit grâce au drainage des atomes de chrome

des régions avoisinantes (les grains de la ferrite) vers le précipité. L'équation (I. 14) du paragraphe I. 3. 4, obtenue de l'expression de la vitesse de croissance des précipités, nous permet de tracer les variations de $\ln \ln \left(\frac{1}{1-y} \right)$ en fonction de $\ln t$ pour le métal de base et le métal fondu, les résultats sont présentés dans la figure III. 39. Les courbes montrent qu'au début de la transformation, les résultats expérimentaux sont en accord avec la droite théorique de régression du modèle, cependant à partir d'un certain taux de transformation les points expérimentaux s'écartent de la droite théorique. Cette déviation peut être due à l'une des deux raisons suivantes :

- au dernier stade de la transformation, les précipités en croissance entrent en concurrence en raison de la rencontre des fronts de croissance formant un joint de grains ; ce phénomène peut se poursuivre jusqu'à l'empiètement des grains des précipités
- la composition de la phase mère (ferrite δ) se rapproche de l'équilibre et les atomes du soluté (le molybdène) atteignant le précipité deviennent de plus en plus rares. On parle donc d'épuisement de la matrice en soluté.

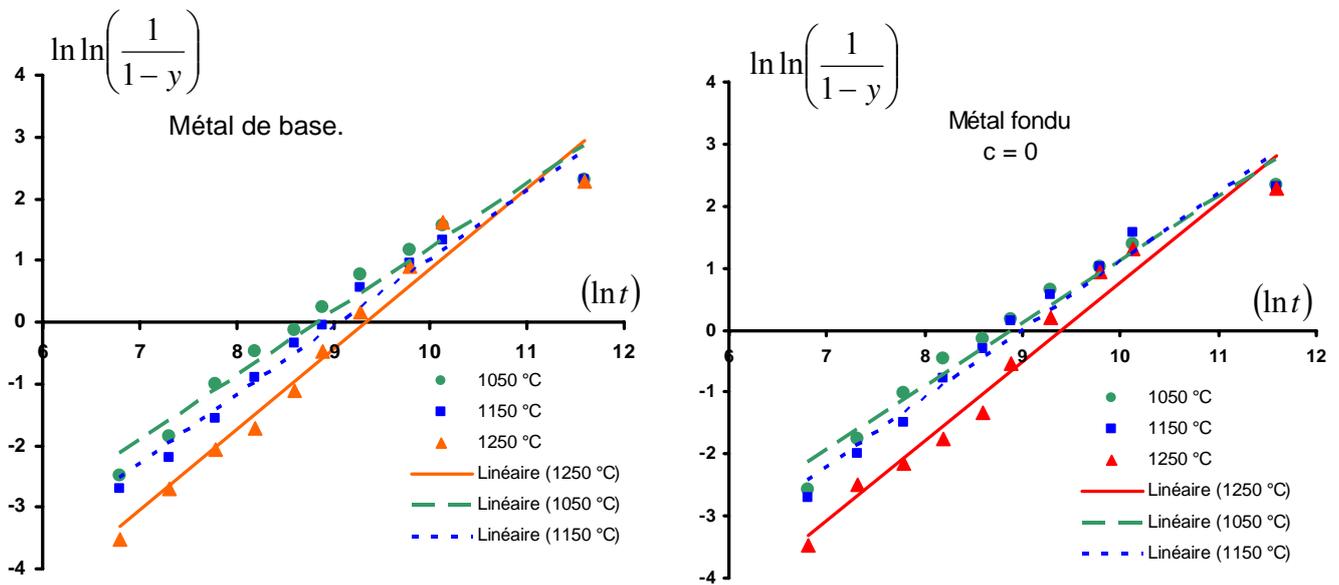


Figure III.39 : application du modèle de JMA classique à la précipitation de la phase σ après hypertrempe depuis 1050°C et traitement isotherme à 850 °C.

III.6.2. Application du modèle modifié de KJMA à la précipitation de la phase σ

Dans ce cas la vitesse de croissance des précipités dépend de la fraction non encore

transformée en l'occurrence $(1 - y)$. Les modifications qui ont été apportées à ce modèle par Lee [49] portent essentiellement sur le terme de cette fraction et ce en introduisant l'exposant d'empiètement c .

La nouvelle expression de la vitesse de croissance donnée dans l'équation (I. 16) nous permet de tracer la courbe $\ln\left[\frac{(1-y)^{-c}-1}{c}\right] = f(\ln t)$ pour les mêmes cas étudiés précédemment.

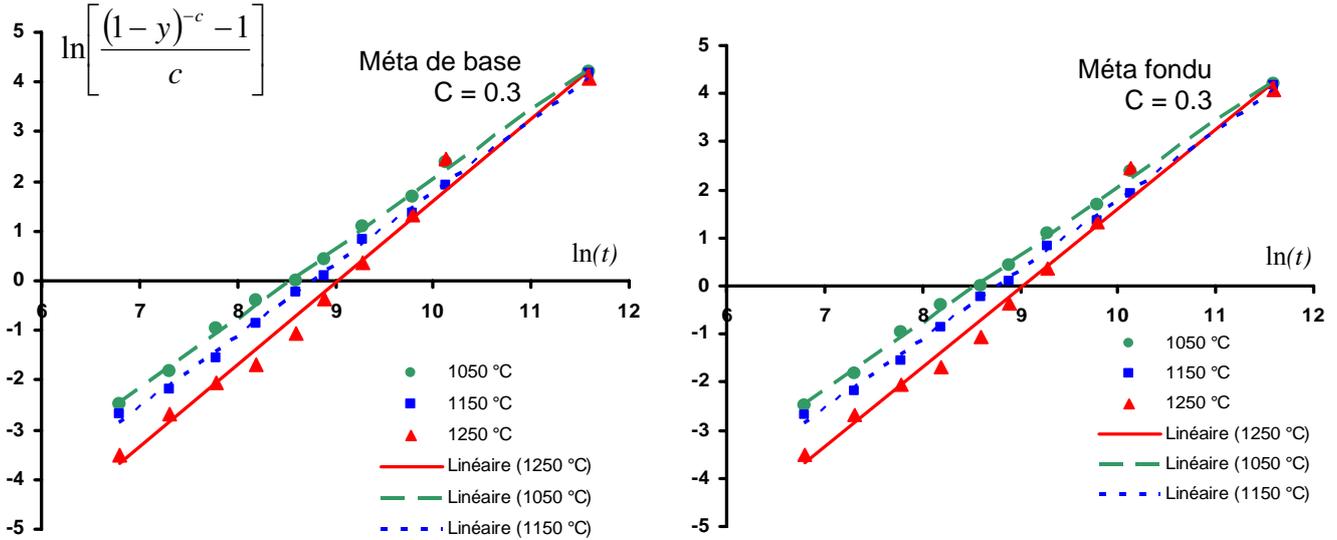


Figure III.40 : application du modèle de JMA modifié à la précipitation de la phase σ après hypertempe à 1050°C et traitement isotherme à 850°C.

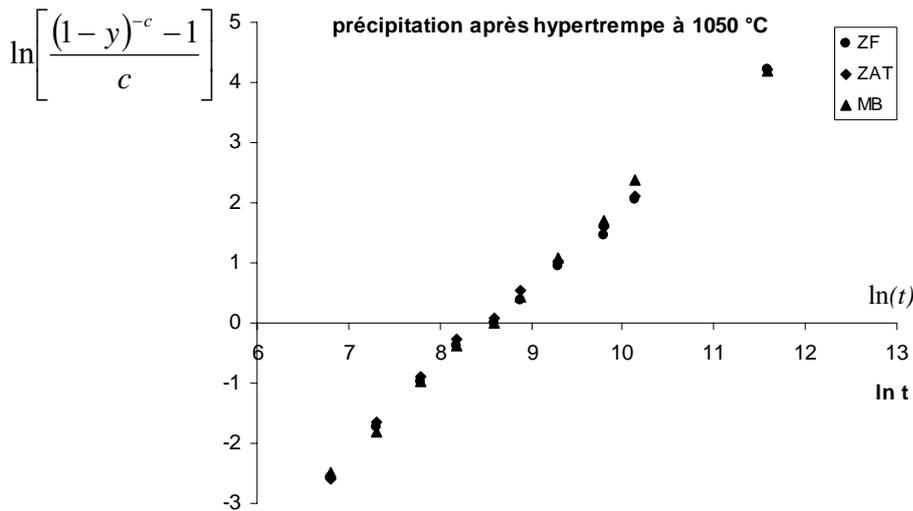


Figure III.41 : application du modèle de JMA modifié à la précipitation de la phase σ dans les différentes zones de la soudure après hypertempe à 1050°C et traitement isotherme à 850°C.

Dans ce nouveau modèle il est nécessaire d'ajuster en premier lieu le paramètre d'empiètement de sorte que la corrélation avec la droite de régression soit optimale. Les

résultats obtenus sont présentés dans la figure III.40. On constate qu'après modification et prise en compte de l'effet de l'empiètement, on obtient un bon accord entre les résultats expérimentaux et la droite théorique de régression.

Dans le cas présent le paramètre c donnant la meilleure corrélation, aussi bien dans le métal fondu que dans la ZAT ou le métal de base, est voisin de 0.3 (voir aussi figure III.41).

Le fait d'obtenir la même valeur du paramètre c dans les trois zones de la soudure, pour les trois températures d'hypertrempe 1050, 1150 et 1250°C, montre que la croissance des grains σ au stade final de la transformation est identique et ce malgré les évolutions enregistrées dans la microstructure (morphologie et taille des grains) et la composition chimique. La compétition entre les grains σ pendant leur croissance peut donc être due au mécanisme lamellaire régissant la transformation de la ferrite δ .

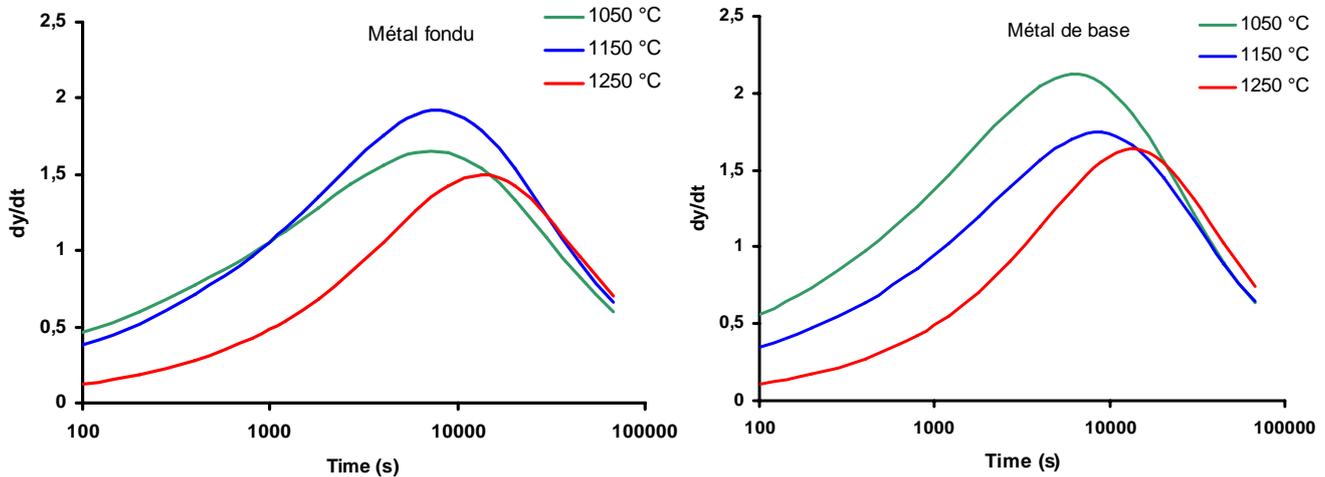


Figure III.42 : Evolution de la vitesse de transformation en fonction du temps après hypertrempe à 1050°C et traitement isotherme à 850 °C.

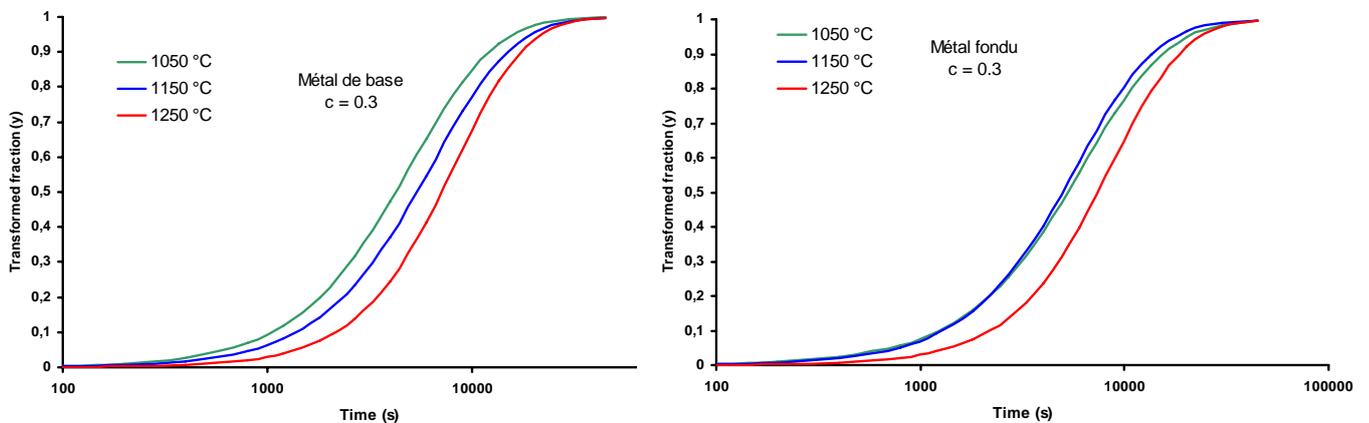


Figure III.43 : Evolution de la fraction transformée en fonction du temps après hypertrempe à 1050°C et traitement isotherme à 850 °C.

L'allure des courbes des vitesses de croissance (figure III. 42) et du taux de transformation (figure III.43) montre que la température d'hypertrempe, préalable au recuit isotherme, influe sur la cinétique de précipitation de la phase. On remarque que la vitesse de transformation est affaiblie par l'augmentation de la température d'hypertrempe de 1050 à 1250 °C. On remarque aussi que le stade de saturation est légèrement retardé pour un traitement d'hypertrempe à 1250 °C. L'interprétation de ces résultats peut être faite sur la base de l'évolution de la microstructure et de la composition chimique que nous avons détaillée dans les paragraphes III.2.2 et III.2.4.

Dans le tableau III.5 sont résumés les résultats de l'étude de la cinétique de précipitation de la phase σ pour les différentes températures d'hypertrempe et dans les trois zones de la soudure. Il apparaît clairement que la valeur de l'exposant n augmente lorsque la température d'hypertrempe est augmentée ; la constante K a tendance à diminuer et la vitesse maximale de croissance fluctue avec un penchant à la baisse.

Tableau III.5: évolution des paramètres de transformation en fonction de la température d'hypertrempe dans les différentes zones de la soudure.

| | 1050 °C | | | 1150 °C | | | 1250 °C | | |
|-----|---------|---------|------|---------|---------|------|---------|---------|------|
| | n | k | vmax | n | k | vmax | n | k | vmax |
| ZF | 1,37 | 0,00016 | 1,6 | 1,45 | 0,00017 | 1,9 | 1,60 | 0,00011 | 1,5 |
| MB | 1,40 | 0,00019 | 2,1 | 1,45 | 0,00015 | 1,7 | 1,65 | 0,00012 | 1,6 |
| ZAT | 1,37 | 0,00020 | 2,1 | 1,48 | 0,00018 | 2,1 | 1,61 | 0,00011 | 1,5 |

Nous avons montré précédemment que la concentration des éléments Cr et Mo dans la ferrite δ diminue lorsqu'on augmente la température d'hypertrempe. Cela entraîne la réduction du flux des atomes de ces éléments, en particulier ceux du Mo, vers les précipités et ceci constitue donc un des facteurs pouvant retarder la précipitation de la phase σ . La cinétique de précipitation est aussi affectée par la densité et la surface spécifique des interfaces δ/γ (sites privilégiés de germination) ; la forte croissance des grains ferritiques à 1250 °C entraîne une diminution de la densité de ces sites et affaiblit la cinétique de précipitation. En supposant que la germination de la phase σ s'achève au début de la croissance, les modifications enregistrées pour l'exposant d'Avrami n , au cours de la transformation, peuvent être interprétées sur la base de deux phénomènes physiques :

- La vitesse de diffusion des atomes de chrome et de molybdène dans la matrice ferritique.
- La capture de ces atomes par les cristaux σ nouvellement formés.

III.7. Etude de la texture et des relations d'orientation

III.7.1. Introduction

Après la présentation de l'effet de l'opération de soudage et de la température de traitement thermique sur l'évolution microstructurale, et l'étude de la cinétique de précipitation dans le cordon de soudure, une étude des textures globales par DRX et des orientations locales par EBSD des différents états de soudage et de traitements thermiques à haute température (au-delà de 1050 °C) est explicitée dans cette partie. L'étude microstructurale du métal fondu présentée au paragraphe III.1 a montré une structure duplex de matrice ferritique à gros grains dans lesquels précipite l'austénite sous différentes morphologies. Cette microstructure résulte du mode de solidification de la soudure influencé par la composition chimique de l'alliage. Une attention particulière est donnée à l'étude de la relation d'orientation entre la ferrite et l'austénite dans le métal fondu et de son évolution en fonction des passes de soudage et de la température de traitement thermique post soudage ; ainsi qu'aux désorientations entre les joints de grains de ces deux phases.

Les aciers inoxydables duplex sont constitués de deux phases cubiques (l'austénite c.f.c et la ferrite c.c) qui ont tendance à former des textures de fibres lors des opérations de laminage. Dans la majorité des cas de matériaux cubiques à symétrie orthorhombique où les axes (RD, TD) caractérisent le plan de laminage et ND la direction normale à ce plan, une orientation cristallographique est souvent représentée comme un point dans l'espace d'orientation d'Euler caractérisé par les angles φ_1 , Φ et φ_2 [91, 144]. Les différentes orientations cristallographiques du matériau sont ensuite représentées par les fonctions de distribution d'orientations (FDO) à travers des coupes à φ_2 constante.

III.7.2. Analyse de la texture au niveau du cordon de soudure

III.7.2.1. Métal de base

Les figures III.44 (a, b) et III.45 (a, b) représentent les cartographies EBSD d'orientation de l'acier duplex 2205 à son état de réception prises sur les plans (RD-TD) et (RD-ND) respectivement. La différence de morphologie des grains des deux phases (l'austénite et la ferrite) sur les deux plans d'observation, reflète la différence du comportement entre les deux plans examinés par rapport aux phénomènes de recristallisation et de croissance des grains, lors des processus de déformation à chaud. Les cartographies de la phase austénitique montrent que les grains de cette dernière sont très fragmentés. De plus, les grains de cette phase dans le plan de laminage RD-TD (figure III.1.a) sont plus larges que

ceux du plan RD-ND (figure III.2.a) qui, malgré leur recristallisation, restent plus allongés dans le sens du laminage. Cet état de structure traduit l'empêchement des phénomènes de germination et de croissance par les joints de grains de chacune des deux phases. Les grains de la phase ferritique sont moins fragmentés. L'état structural de cette phase sur les deux plans d'analyse, comme le montrent les figures III.44.b et III.45.b, semble moins recristallisé que celui de la phase austénitique. Ceci est dû à la différence d'énergie emmagasinée par les deux phases lors de la déformation et qui est plus élevée dans l'austénite que dans la ferrite [92, 145, 146].

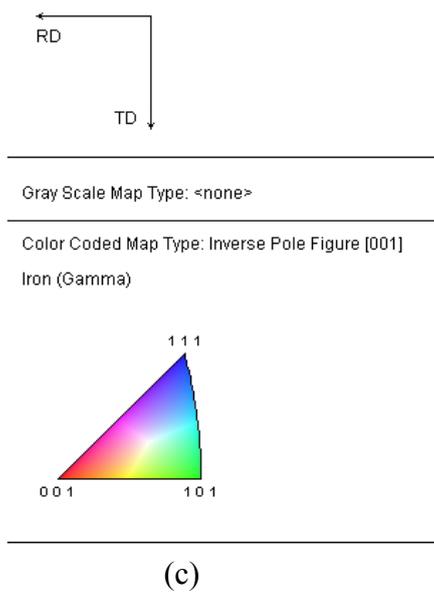
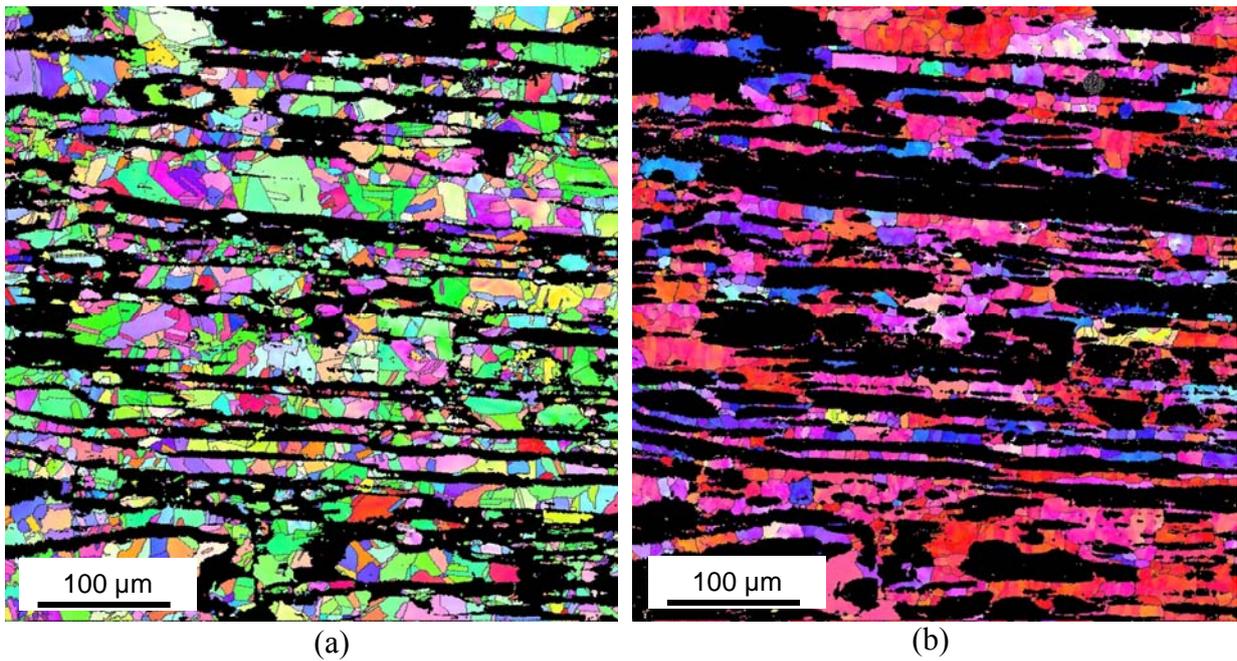
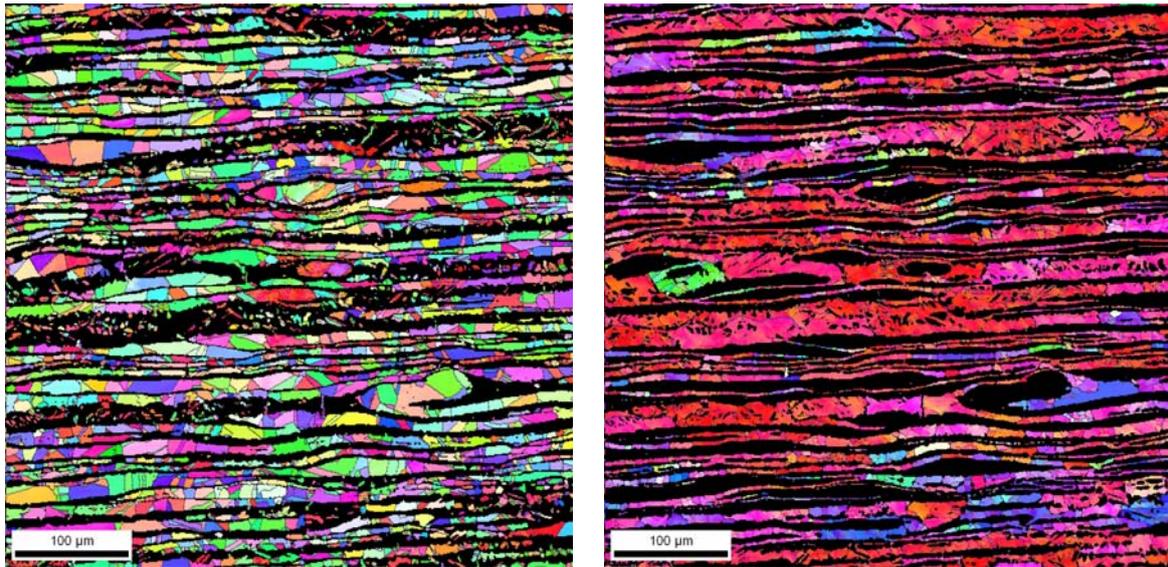
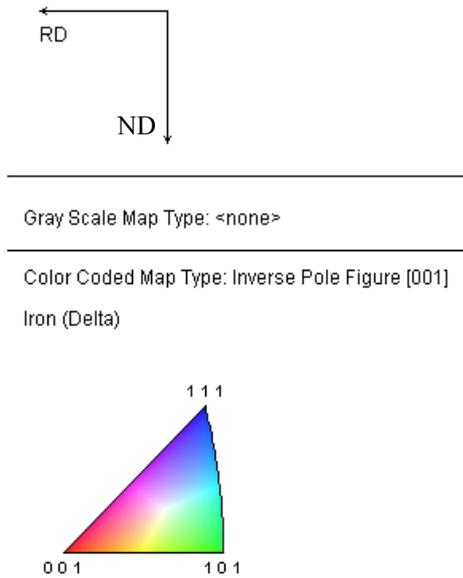


Figure III.44. Cartographies EBSD d'orientation dans le métal de base sur le plan (RD-TD. a) austénite, b) ferrite. c) code couleur, FPI (001).



(a)

(b)



(c)

Figure III.45. Cartographies EBSD d'orientation dans le métal de base sur le plan (RD-ND). a) austénite, b) ferrite. c) code couleur, FPI (001).

Selon Reick et al. [145], ce type de comportement structural a trois causes principales :

- (i) Les dislocations sont plus mobiles dans la ferrite (la ferrite possède un nombre de système de glissement et une énergie de défaut d'empilement plus élevés que l'austénite).
- (ii) Les dislocations ont un arrangement plus favorable dans la ferrite (substructure de cellules de dislocation).
- (iii) La vitesse de diffusion est plus élevée dans la ferrite que dans l'austénite.

Du point de vue de l'orientation des grains, les différentes couleurs présentes sur les cartographies indiquent l'orientation des plans perpendiculaires à la direction normale au plan de laminage (DN). Les figures de pôles (111) et (200) de la figure III.46 correspondant à cet

état, indiquent que les orientations préférentielles de la plupart des grains de l'austénite sont autour des directions $\langle 001 \rangle // \text{RD}$ et $\langle 111 \rangle // \text{RD}$. Cependant la figure de pôle (110) montre l'existence d'une autre orientation cristallographique autour de la direction $\langle 110 \rangle // \text{ND}$ mais moins dominante.

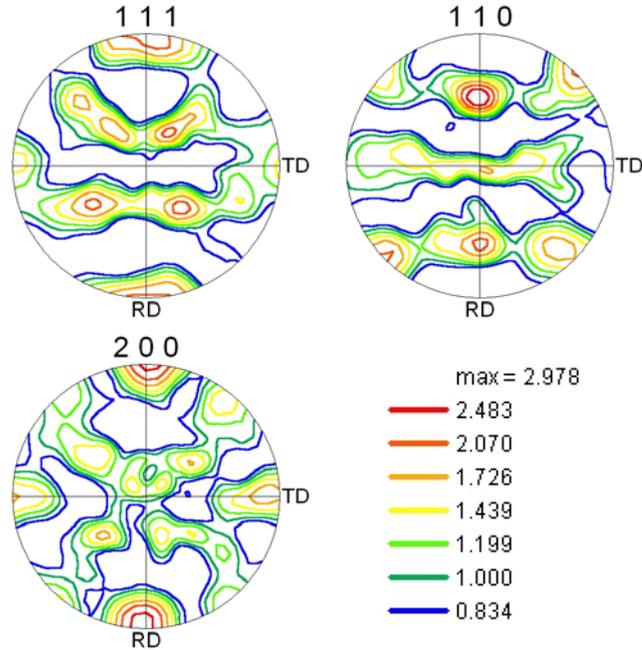


Figure III.46. Figures de pôles (111), (110) et (200) de l'austénite dans le métal de base sur le plan (RD-ND)

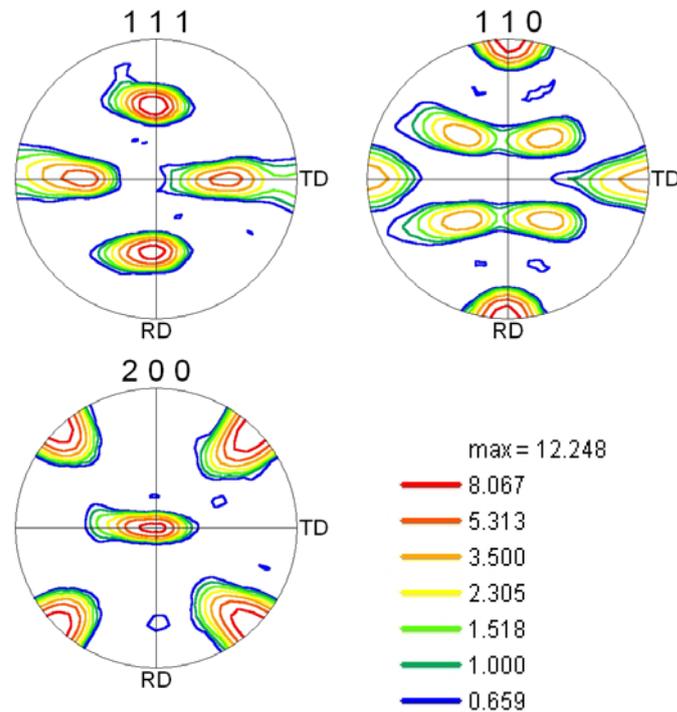


Figure III.47. Figures de pôles (111), (110) et (200) de la ferrite dans le métal de base sur le plan (RD-ND)

Les figures de pôles (111), (110) et (200) de la ferrite (figure III.47), indiquent que les grains de cette phase ont une orientation autour de la direction $\langle 001 \rangle // ND$. Cette orientation semble dominante comme le montrent les figures III.45.b et III.47.

Dans le but de décrire en détail l'évolution de la texture dans les différentes zones de la soudure, un calcul des FDO est effectué à partir des données expérimentales. Afin de faciliter leur lecture, nous représentons schématiquement sur la figure III.48 les principales orientations rencontrées dans la ferrite et l'austénite.

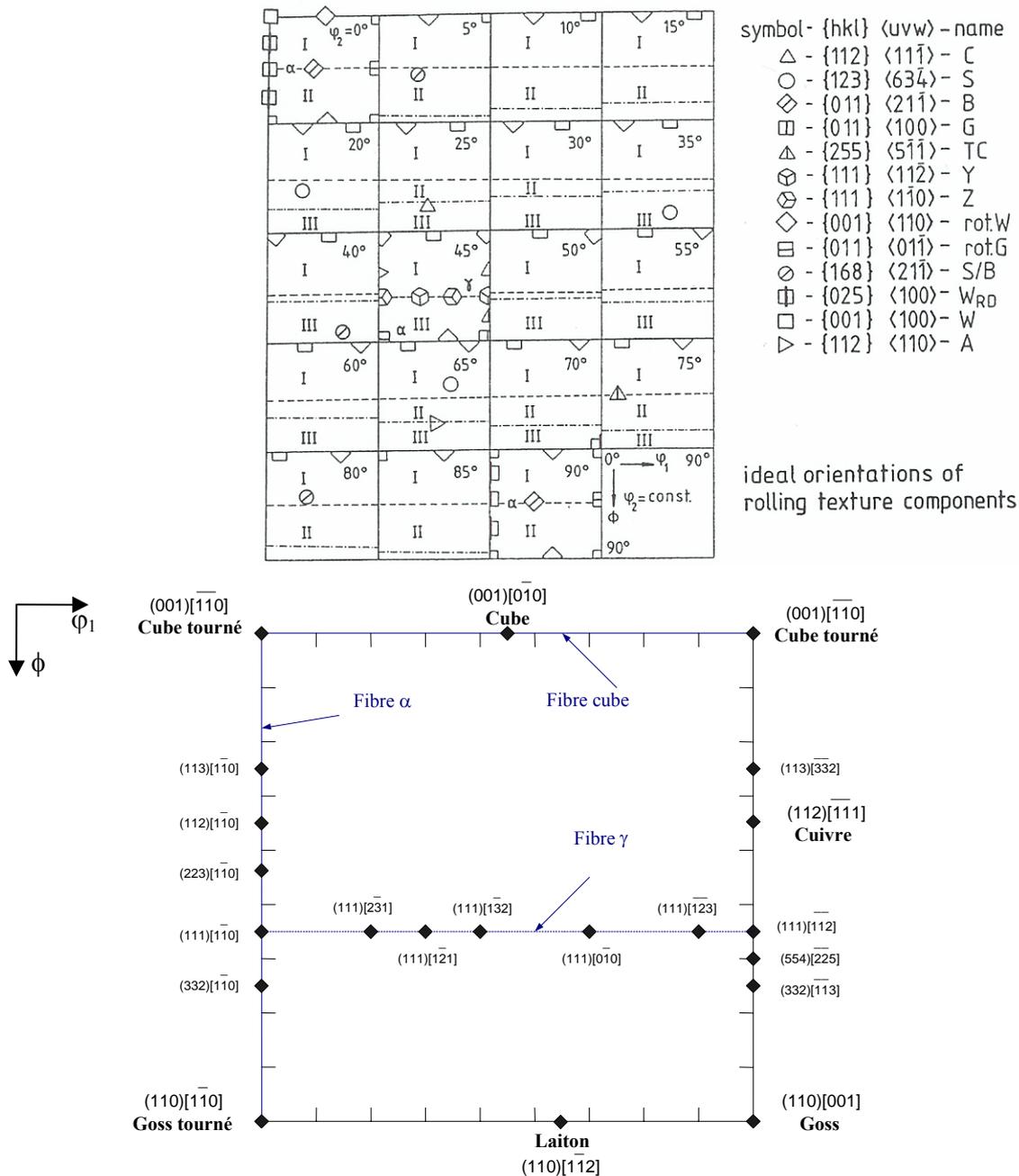


Figure III.48. Quelques orientations idéales des matériaux cubiques a) dans l'espace d'Euler b) Orientations remarquables sur une coupe à $\varphi_2 = 45^\circ$

L'analyse de la texture de l'austénite dans le métal de base effectuée au moyen de l'EBSD, a montré des différences notables entre les deux plans d'analyse tant sur le plan des composantes que sur celui de leurs intensités relatives. La figure III.49 (a, b) montre les FDO de l'austénite mesurées dans les plans (RD-ND) et (RD-TD) respectivement, puis calculées dans le référentiel (RD, TD, ND). Deux types de texture sont présents sur cette figure:

- texture de laminage, caractérisée par la présence des composantes cuivre et laiton.
- texture de recristallisation, caractérisée par la présence de la composante cube.

La figure III.49.a (qui correspond au plan RD-ND), montre la présence d'une composante laiton $\{011\}\langle 112\rangle$ avec un niveau d'intensité maximum de 5.25, et d'une composante cuivre $\{112\}\langle 111\rangle$ mais avec un niveau d'intensité un peu plus faible. La composante cube $\{100\}\langle 001\rangle$, qui est une composante de recristallisation, apparaît avec un niveau maximum d'intensité de 5.25. En plus de ces composantes principales, la figure III.49.a montre l'existence d'autres composantes avec des niveaux d'intensité plus ou moins élevés ; entre autre la composante S $\{123\}\langle 634\rangle$ qu'on trouve à (27, 64, 15) et (57, 77, 25) avec un niveau d'intensité relativement faible. La figure montre en outre la présence d'une autre composante intense à (65, 90, 45) et qui est proche de $\{110\}\langle 223\rangle$.

La texture de l'austénite mesurée sur le plan de laminage RD-TD présente quelques différences par rapport à celle prise sur le plan RD-ND. Au niveau des intensités relatives, la texture de l'austénite sur cette face (figure III.49.b) présente une composante cube à $\varphi_2 = 0$ et 45° et une composante cuivre à $\varphi_2 = 45^\circ$ moins intenses que celles obtenues sur le plan (RD-ND), (niveau d'intensité = 2.4), tandis que la composante laiton garde pratiquement son niveau d'intensité sur les deux faces de l'échantillon.

Pour ce qui est des composantes, la figure III.49.b montre une composante de texture qu'on ne voit pas sur la figure III.49a ; il s'agit de la composante Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ qu'on voit à (0, 45, 0) avec un niveau d'intensité de 2.4 et à (90, 90, 45) avec un maximum d'intensité de 5.76. Sur cette face on retrouve également la composante S $\{123\}\langle 634\rangle$ à $\varphi_2 = 15, 25$ et 65° avec des niveaux d'intensité plus élevés que ceux obtenus sur la face (RD-ND). La morphologie non équiaxe des grains peut être l'origine de ces différences de texture.

Contrairement à l'austénite, la texture de la ferrite est pratiquement identique sur les deux plans. La figure III.50 montre que la texture de la ferrite est caractérisée par la présence d'une composante cube tourné $\{001\}\langle 110\rangle$ à $\varphi_2 = 0$ et 45° avec un maximum de 46.37, et d'une fibre α avec un maximum d'intensité de 46.33, qui s'étale de la position $\{100\}\langle 001\rangle$

à $\{112\}\langle 110\rangle$. Les composantes de texture de type $\{hkl\}\langle 110\rangle$ sont en général présentes dans la ferrite après déformation, tandis que celles de type $\{hkl\}\langle 001\rangle$ sont souvent obtenues après recristallisation [155].

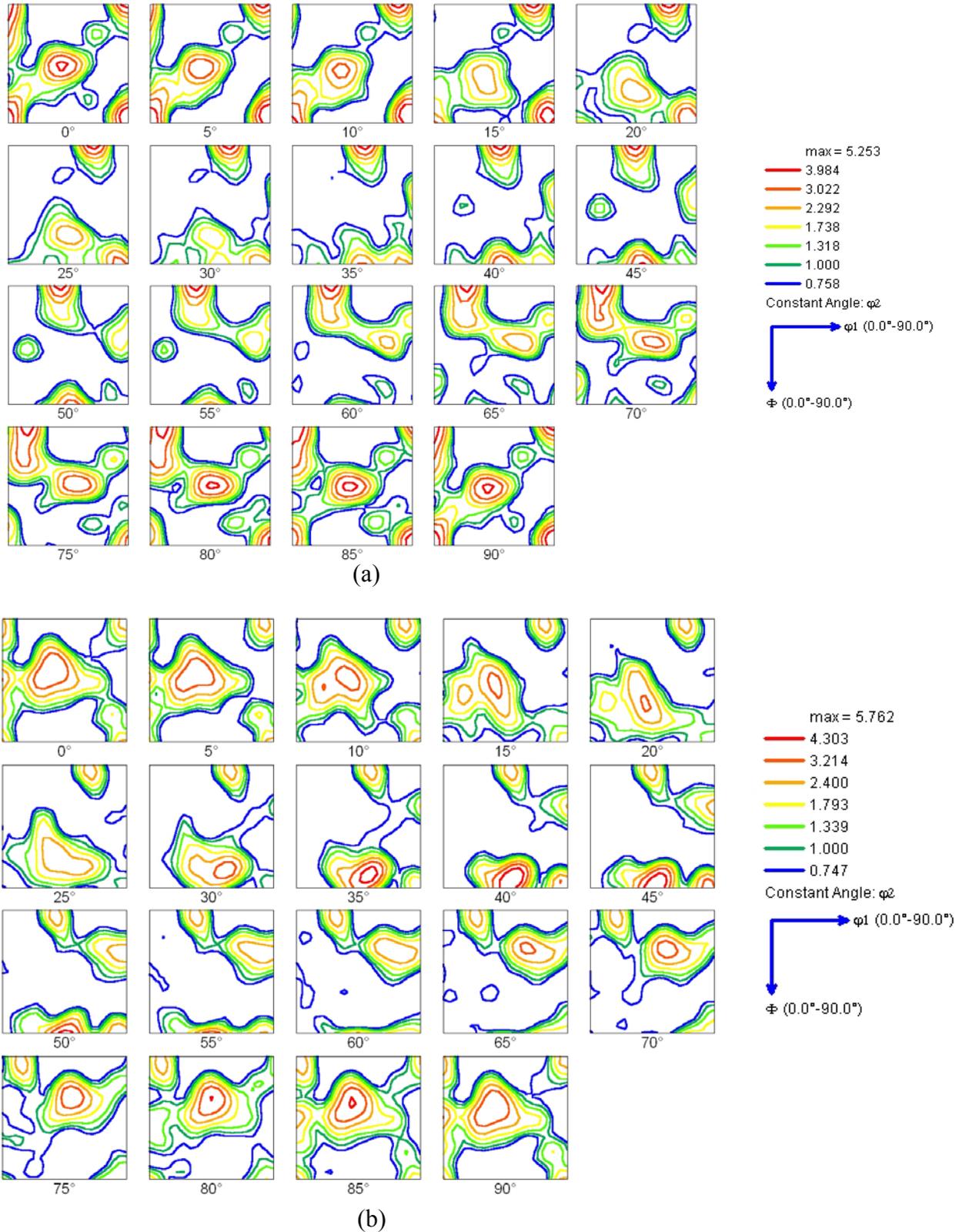


Figure III.49. ODF de l'austénite dans le métal de base. A) plan (RD-ND), b) plan (RD-TD)

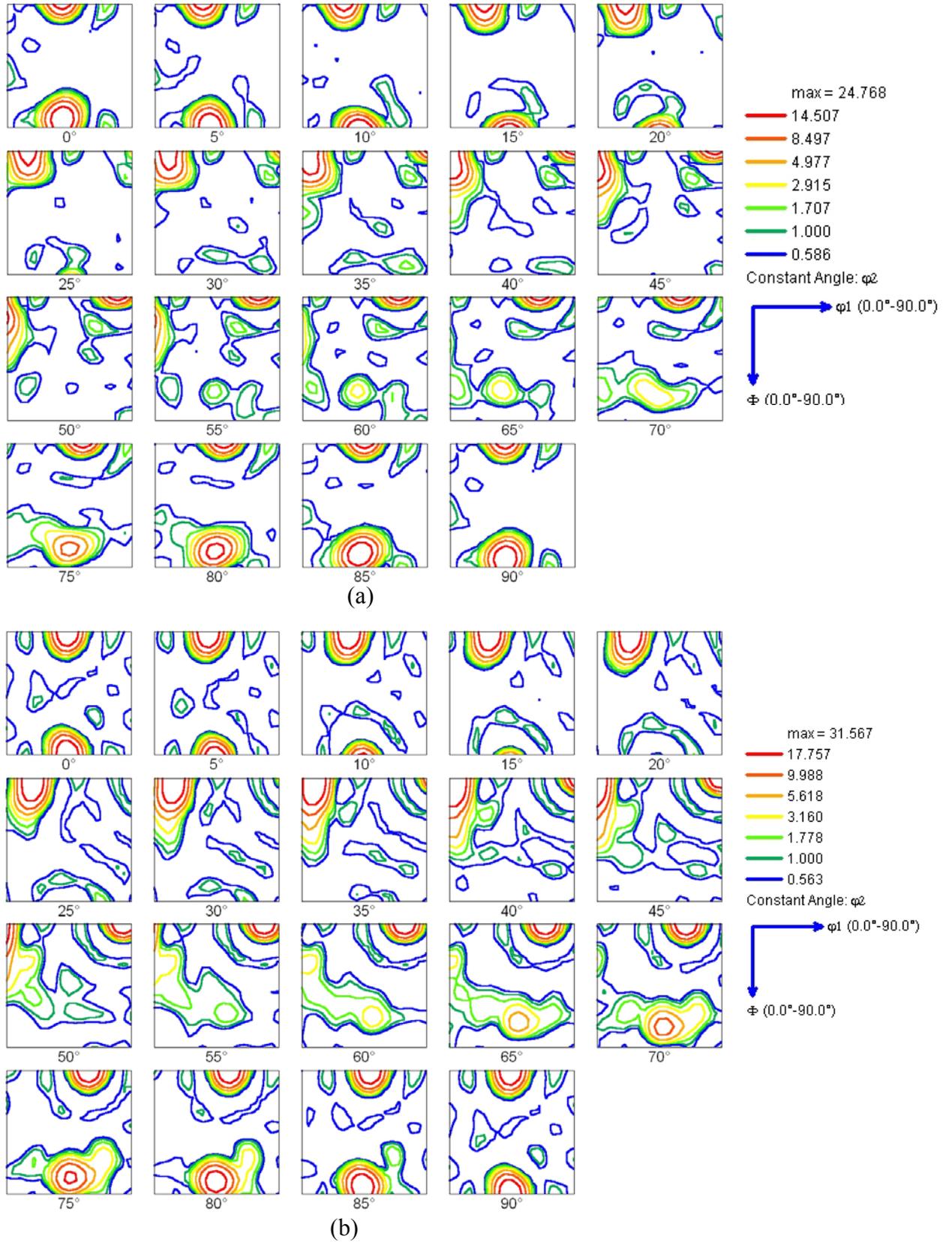


Figure III.50. ODF de la ferrite dans le métal de base. A) plan (RD-ND), b) plan (RD-TD)

Discussion :

Du point de vue des phénomènes de recristallisation, les matériaux métalliques peuvent être classés dans quatre groupes principaux :

- a) métaux purs,
- b) alliages monophasés, présents souvent en solution solide,
- c) alliages présentant une dispersion de particules
- d) les alliages biphasés, dis duplex [145].

Dans les alliages du groupe (c) où le pourcentage volumique de particules est généralement inférieur à 10 %, la phase constituant la matrice est généralement plus ductile et les précipités sont considérés plastiquement non déformables. Les alliages du groupe (d) qui se caractérisent par une haute teneur en seconde phase comprennent, entre autres, les aciers inoxydables duplex. Pour ces aciers, il est généralement considéré que les deux phases se déforment et recristallisent différemment en raison des cinétiques distinctes de diffusion entre la ferrite et l'austénite. La taille moyenne des grains de ferrite est relativement plus grande que celle des grains d'austénite en raison de la grande mobilité des atomes dans le réseau cubique centré. Après élaboration et solidification, ces aciers sont soumis au processus de laminage ou de forgeage à chaud selon leur utilisation industrielle. Ces opérations de formage à chaud sont suivies par des traitements thermiques de mise en solution afin d'ajuster l'équilibre de phase δ/γ . Dans certaines classes d'aciers, l'état final des tôles déformées à chaud est caractérisé par une différence de morphologie de grains entre la surface externe et l'intérieur de la tôle. Cette différence est liée généralement au caractère hétérogène des opérations de déformation et des processus de recristallisation.

Lors des opérations de mise en forme des aciers inoxydables duplex, la déformation plastique se produit par glissement, par maclage sur certains plans atomiques et suivant des directions cristallographiques spécifiques appelées systèmes de glissement et de maclage. La texture des aciers inoxydables duplex est donc issue des processus de déformation et de recristallisation.

Avec son réseau c.f.c, l'austénite γ présente des systèmes de glissement de type $\{111\}\langle 110\rangle$. Le glissement cristallographique dans la ferrite δ de réseau c.c, se fait sur les plans $\{011\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$ pour la même direction cristallographique $\langle 111\rangle$. Les aciers ferritiques monophasés développent donc des textures de fibre suite au glissement sur ces plans [148].

La texture de laminage des aciers inoxydables duplex est similaire à celle développée par les aciers inoxydables monophasés austénitiques et ferritiques ou encore celle des aciers ferritiques à bas carbone où des textures de fibre α ($\langle 011 \rangle // RD$) et de fibre γ ($\{111\} // ND$), sont généralement rencontrées ; ces textures présentent cependant des différences notables quand on introduit les traitements thermiques de mise en solution.

Les différences enregistrées dans la texture du métal de base entre les deux plans d'analyse, (RD-TD) et (RD-ND), sont liées à son évolution structurale lors des opérations de déformation et de recristallisation et à sa morphologie. Parmi les théories expliquant les textures de recristallisation on trouve :

- a) la théorie de la germination orientée
- b) la théorie de croissance orientée ou sélective [149, 150, 151].

La théorie de la germination orientée exige qu'un nombre considérable de germes faisant partie de la structure de déformation, soient capables de croître dans les régions voisines à un stade critique du processus de recuit, à cause de leur faible densité de dislocations. La texture de recristallisation selon cette théorie résulte de la compétition entre la vitesse de germination de plusieurs germes qui sont eux même associés à la texture de déformation [151]. La formation de la texture de recristallisation selon la théorie de croissance orientée, est due à la croissance préférée des grains ayant des relations d'orientation spécifique avec la matrice (par exemple, pour les matériaux c.f.c. 30 à 40 ° autour de $\langle 111 \rangle$) [150, 151]. Comme la température à la surface externe est inférieure à celle de l'intérieur de la tôle, la surface externe est donc caractérisée par une énergie emmagasinée plus élevée, et donc par peu de grains recristallisés. La formation de la ferrite dans le plan de laminage (RD-TD) est donc contrôlée par le mécanisme de germination orientée et germe préférentiellement sur la famille de plans $\{011\}$ développant ainsi une forte texture de fibre de type $\langle 011 \rangle // RD$.

D'autre part, la répartition d'un gradient thermique élevé à travers l'épaisseur de la tôle favorise la restauration dynamique et empêche la germination et la recristallisation primaire des grains ferritiques. Ce phénomène de restauration n'est pas seulement contrôlé par le gradient thermique, mais aussi par l'orientation des grains en question. En effet, les travaux de Raabe [90, 93] sur le fer pur et les aciers inoxydables ferritique, et de Dillamore [152] sur les aciers à bas carbone ont montré que les grains d'orientation $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{001\}\langle 100 \rangle$ tendent beaucoup plus vers la restauration que vers la recristallisation. Le comportement de cette catégorie de grains peut être dû à la structure de microbandes et de

cellules de dislocation, et aux gradients d'orientation locale résultants qui sont insuffisants pour générer les instabilités nécessaires pour la recristallisation [91]. La recristallisation de la ferrite est donc retardée à cause de sa faible force motrice. Par conséquent, la germination de la ferrite dans le plan (RD-ND) est contrôlée par le mécanisme de la croissance orientée. Ceci favorise une croissance préférentielle des grains de la ferrite dans la famille de plans $\{001\}$ permettant ainsi la formation des composantes cube et cube tourné dominantes.

La texture de l'austénite, comme nous l'avons déjà décrit, contient des composantes de laminage et d'autres de recristallisation. Les raisons de ces différences sont liées à l'énergie de défaut d'empilement du système [155].

L'austénite dans l'acier duplex 2205 étudié présente une composante laiton $\{011\}\langle 112 \rangle$ très marquée sur les deux plans d'analyse (RD-TD) et (RD-ND). Lors de la déformation de l'austénite, le maillage mécanique est l'un des facteurs qui favorise la formation de cette composante laiton. A des taux de déformation élevés, la déformation devient hétérogène à cause de l'augmentation de la densité des bandes de glissement ; ce comportement est la conséquence de la suppression du glissement cristallographique, qui d'après Chowdhury [87] et Vercammen [156], est dû au fait que :

- (i) La plupart des grains d'austénite sont maclés et leurs plans de maillage sont réorientés parallèlement au plan de laminage,
- (ii) Le glissement cristallographique sur d'autres systèmes est très limité.

Ainsi, d'après Duggan et al. [157], le développement de la composante laiton se produit lorsque les plans de macles, parallèles au plan de laminage, sont détruits par la haute densité des bandes de cisaillement.

La composante cuivre $\{112\}\langle 111 \rangle$ obtenue dans l'acier étudié est relativement faible. La faible intensité de cette composante peut être dû à la transition cuivre-laiton; suggestion rapportée par Chowdhury [87], Vercammen [156], et kumar [158]. D'ailleurs ce type de transition a été observé dans plusieurs cas de déformation [159, 160, 161].

L'observation de la composante Goss $\{011\}\langle 100 \rangle$ dans l'acier à son état de réception confirme la formation de cette composante lors du processus de déformation. D'après les travaux de Singh [86] et Raabe [162], la présence de cette composante est due à l'accroissement du cisaillement à la surface du matériau lors du laminage à chaud. En effet, lors de la déformation à chaud, comme la température à la surface du matériau est inférieure à celle de son intérieur, l'écoulement du métal à la surface est donc limité comparativement à l'écoulement interne. Le maximum de déformation par cisaillement se produit ainsi au niveau

de cette zone, ce qui favorise la formation de la composante Goss. La présence de cette composante dans la texture de l'austénite, d'après les travaux de Donadille et al. [85], peut dans certains cas présenter une étape intermédiaire pour la transition vers la composante stable laiton.

La texture cube $\{100\}\langle 001\rangle$ est la composante la plus importante caractérisant l'état de recristallisation des matériaux c.f.c. La formation de cette composante dans l'austénite dès le début de la recristallisation peut être dû à un affaiblissement des composantes S $\{123\}\langle 634\rangle$ et cuivre $\{112\}\langle 111\rangle$ d'après Singh [86] et Chowdhury [163].

III.7.2.2. Analyse de la texture de la Z.A.T

Les cartographies EBSD d'orientation de l'austénite et de la ferrite dans la ZAT et leurs figures de pôles (111), (110) et (200) correspondantes sont présentées dans les figures III.51 (a, b), III.52 et III.53.

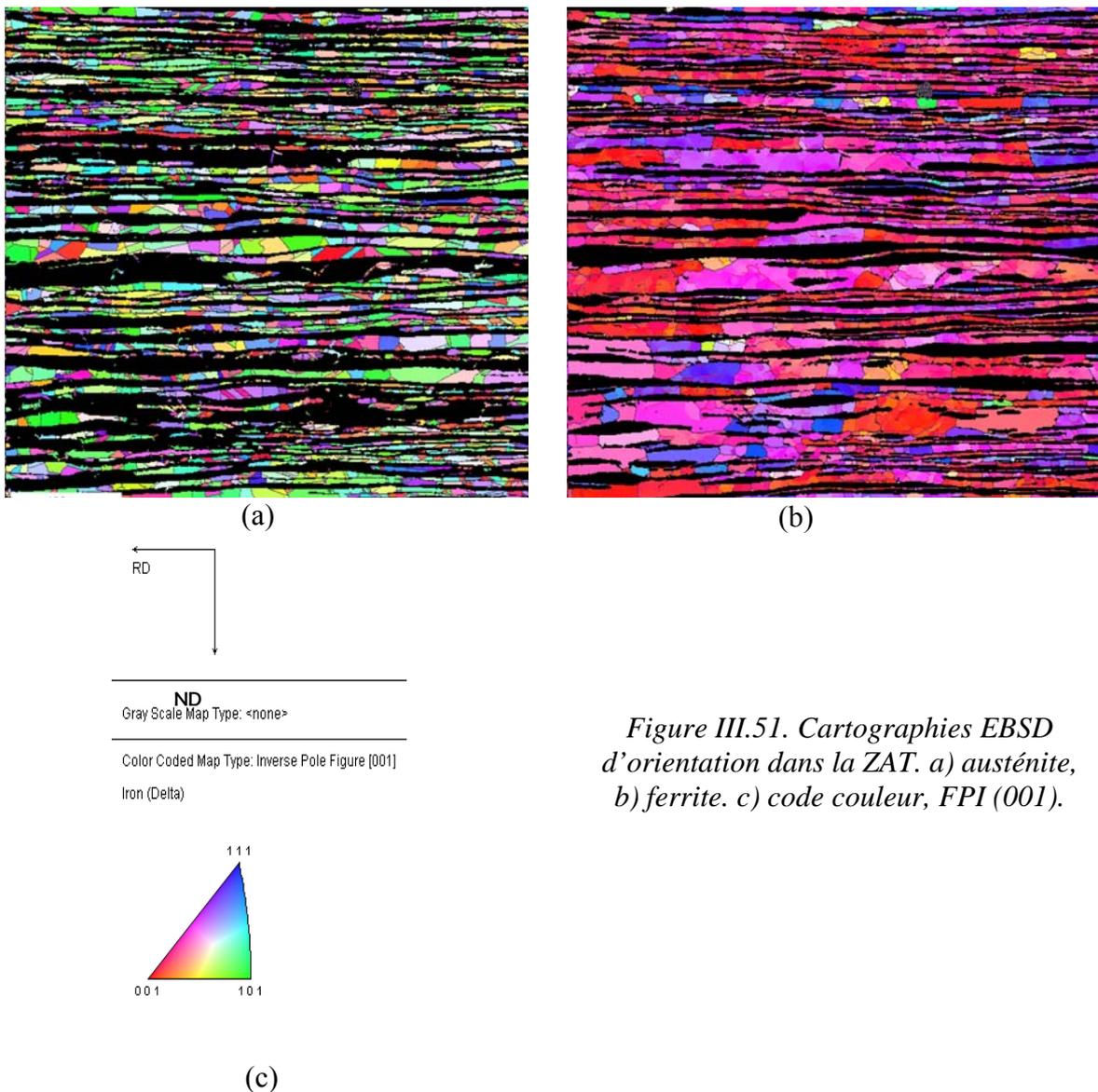


Figure III.51. Cartographies EBSD d'orientation dans la ZAT. a) austénite, b) ferrite. c) code couleur, FPI (001).

On constate que malgré les opérations de chauffage et de refroidissement cycliques que subit le matériau suite à l'opération de soudage, la plupart des grains d'austénite et de ferrite ont gardé leur orientation préférentielle observée dans le métal de base.

Ceci peut être expliqué par la courte durée de maintien de l'éprouvette à une température donnée lors des cycles thermiques de soudage et qui n'est pas suffisante pour introduire des changements notables d'orientation des grains.

La texture de l'austénite dans la ZAT est caractérisée par l'apparition d'une nouvelle composante cube DL à $\varphi_2 = 0$ en deux positions à savoir $\{012\}\langle 100\rangle$ à $(0, 22, 0)$ et $\{052\}\langle 100\rangle$ à $(0, 68, 0)$ (voir figure III.54). La texture de la phase ferritique n'a pas subi de changement remarquable comme le montre les FDO de cette phase (figure III.55).

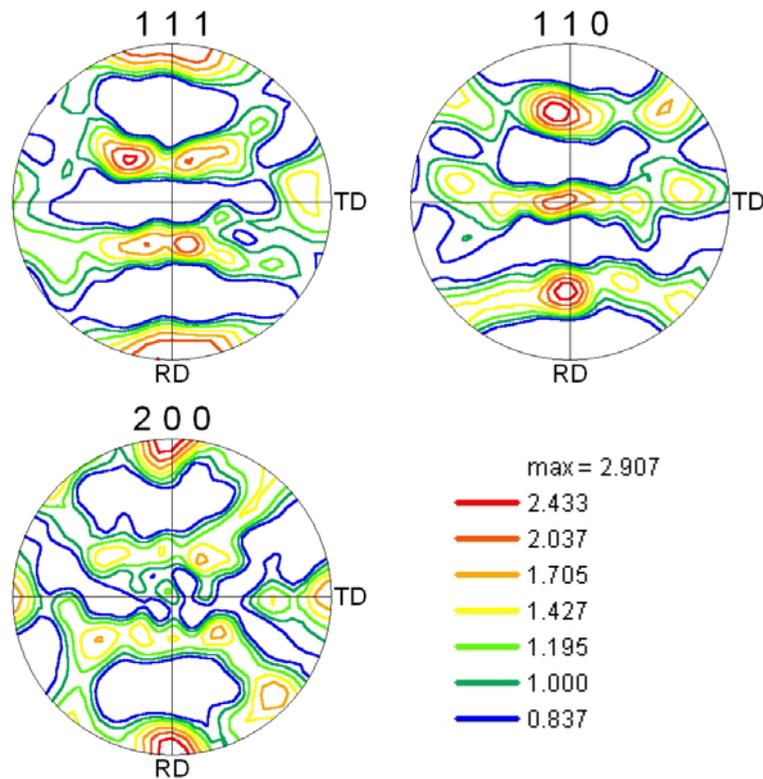


Figure III.52. Figures de pôles (111), (110) et (200) de l'austénite dans la ZAT

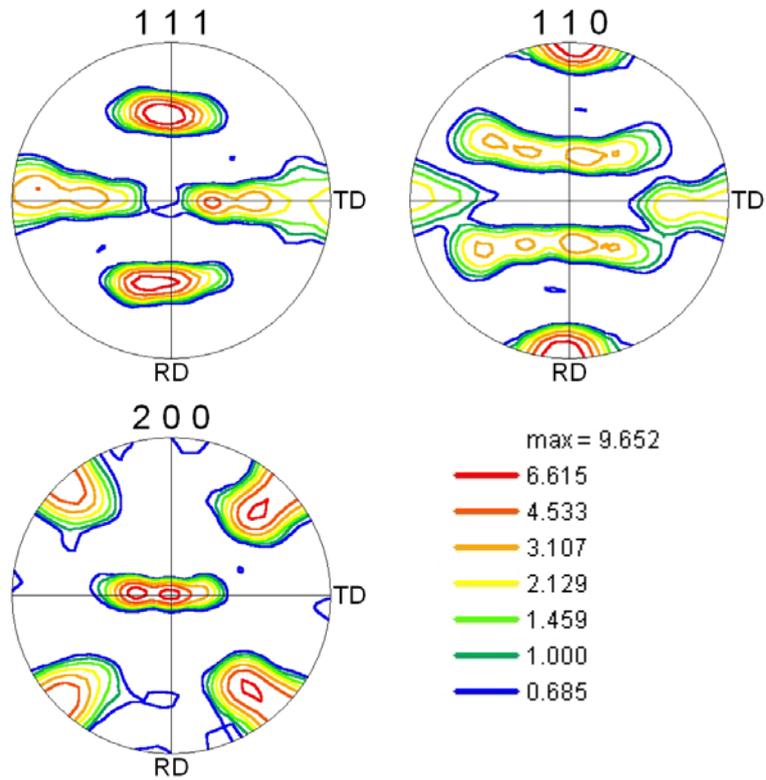


Figure III.53. Figures de pôles (111) , (110) et (200) de la ferrite dans la ZAT

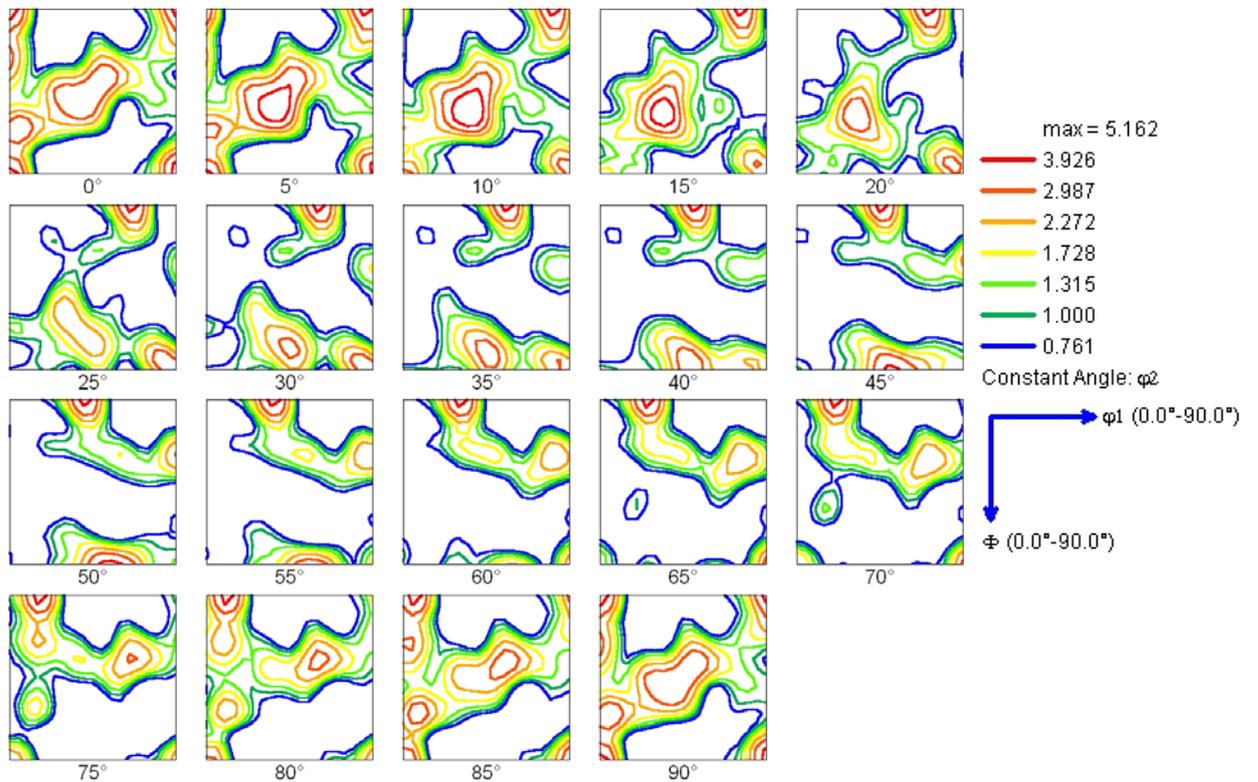


Figure III.54. ODF de l'austénite dans la ZAT

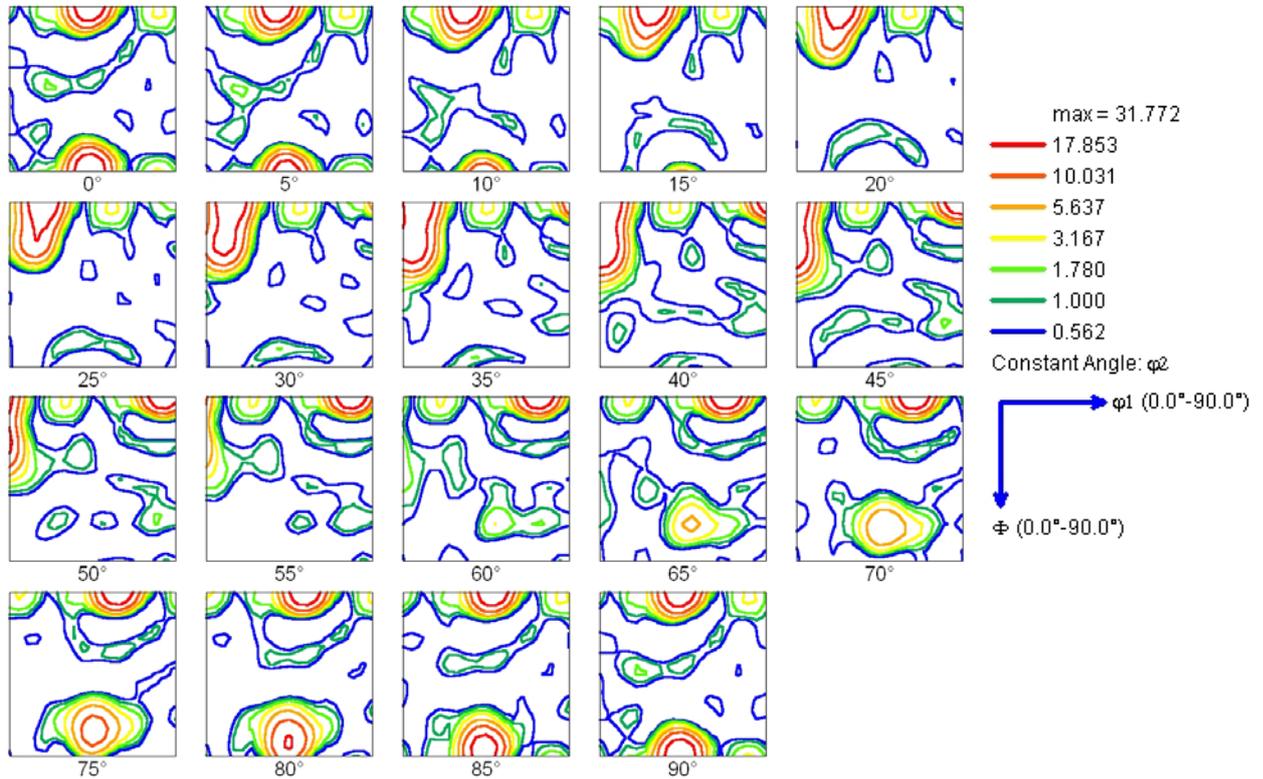


Figure III.55. ODF de la ferrite dans la ZAT

III.7.3. Influence des traitements thermiques sur la texture du métal de base et de la ZAT

Les figures III.56 (a, b) et III.57 (a, b) montrent les FDO de l'austénite et la ferrite respectivement dans le métal de base et la ZAT suite à un traitement thermique d'une heure à 1050°C. La comparaison de ces résultats à ceux obtenus sur le métal de base à son état initial (figure III.49 et III.50), et ceux de la ZAT (figures III.54 et III.55) montre qu'à cette température la texture de la ferrite δ dans les deux zones n'a pas changé. Cependant des variations des intensités relatives sont enregistrées. La texture de l'austénite à cette température est caractérisée par un renforcement léger de la composante cuivre dont l'intensité atteint un maximum de 6.24. Cet état de texture des deux zones reste stable même au traitement à 1150 °C. Dans ce domaine de température se produit une recristallisation de la ferrite par migration des joints de grains, et une évolution des grains austénitiques vers une structure globulaire comme le montre la figure III.58.

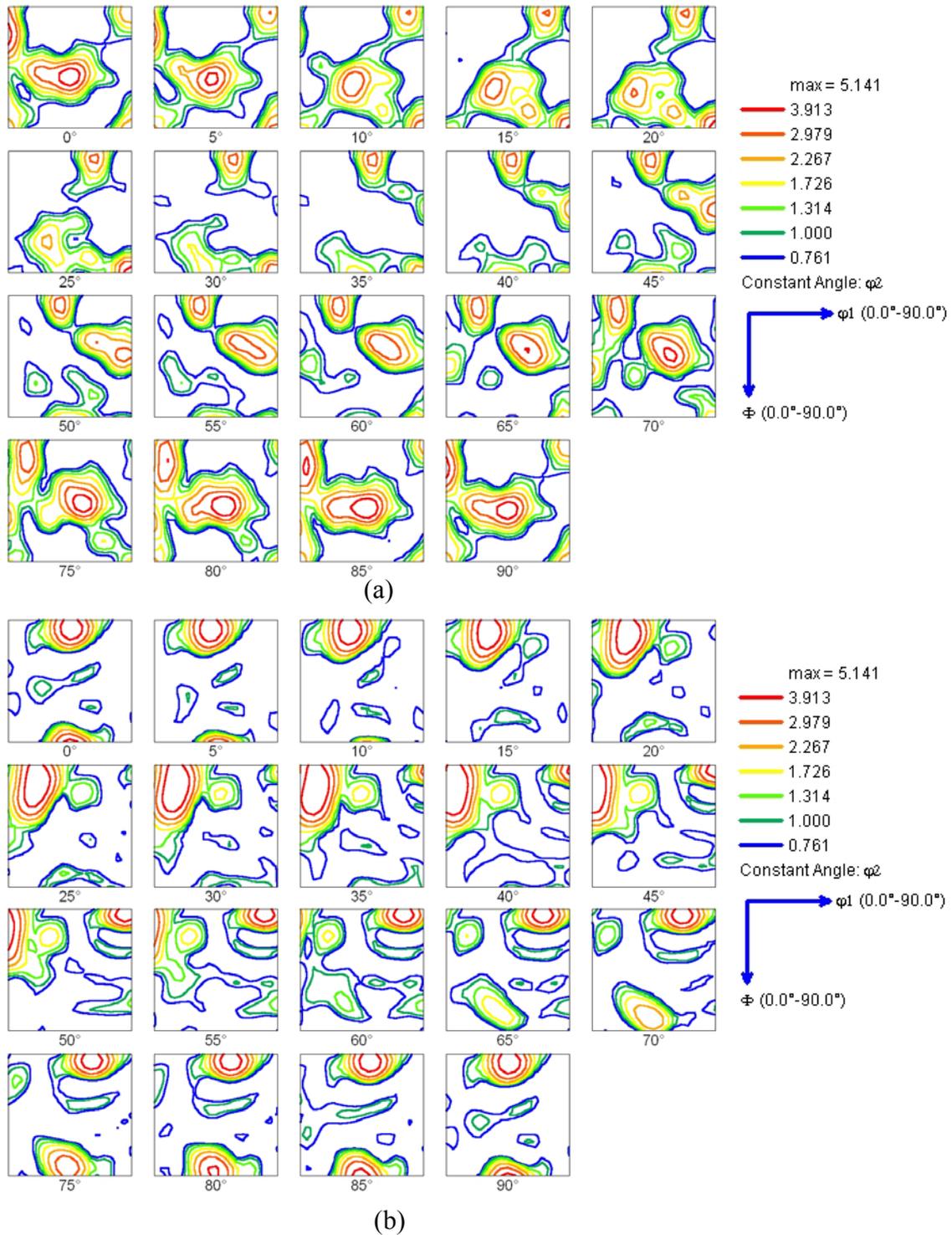


Figure III.56. ODF de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans le métal de base suite au traitement de recuit à 1050°C pendant 1h.

Plusieurs facteurs peuvent contrôler la rétention de certaines composantes de texture de déformation après recuit de recristallisation parmi lesquels on cite :

- Une absence de recristallisation : la structure de déformation subit une restauration, les grains présentent dans ce cas des structures géométriquement similaires à l'exception des changements morphologiques liés à la durée de recuit.

- Un retard de la germination ainsi que l'annulation de la migration des joints de grains de forte désorientation [163].

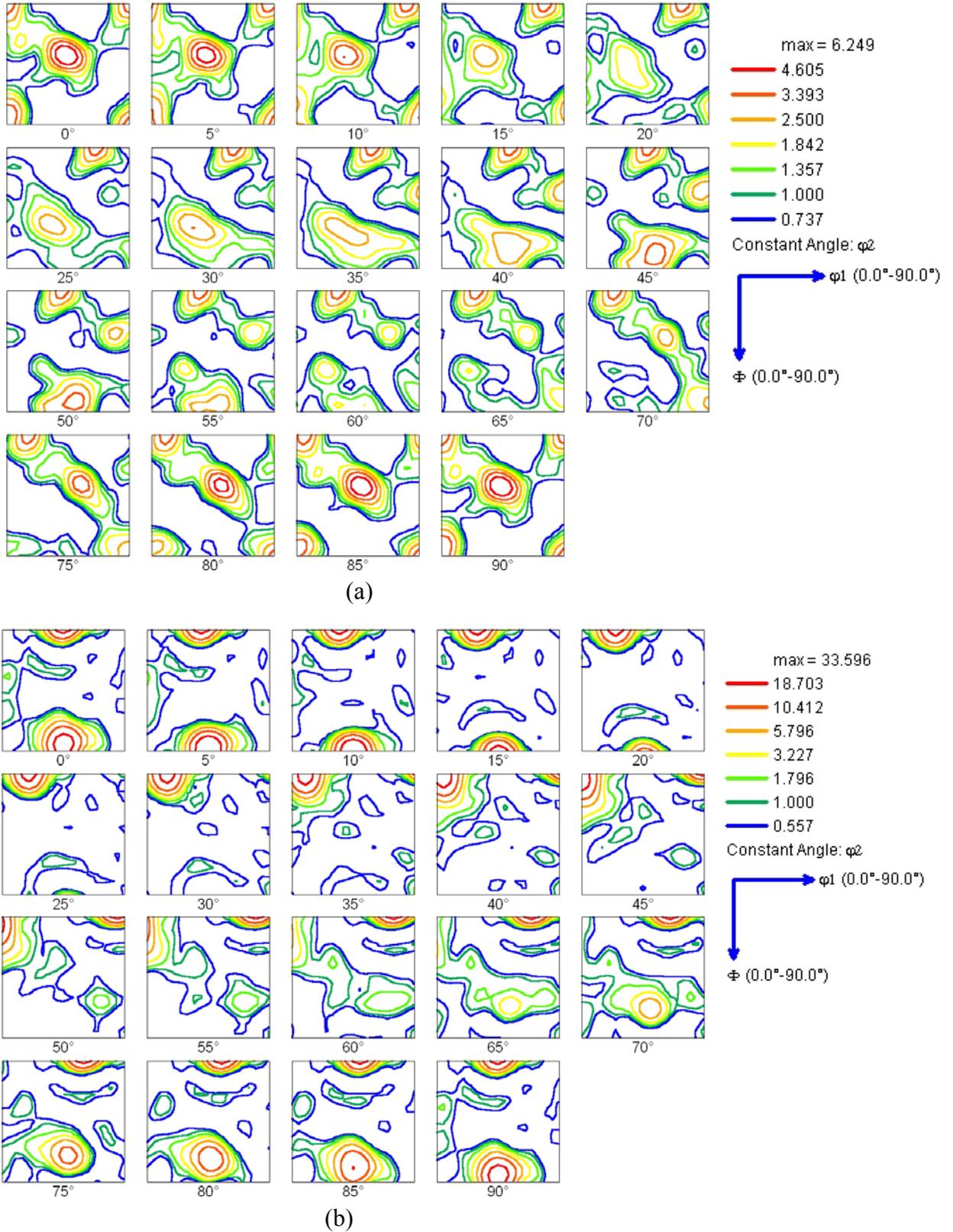


Figure III.57. ODF de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans la ZAT suite au traitement de recuit à 1050°C pendant 1h.

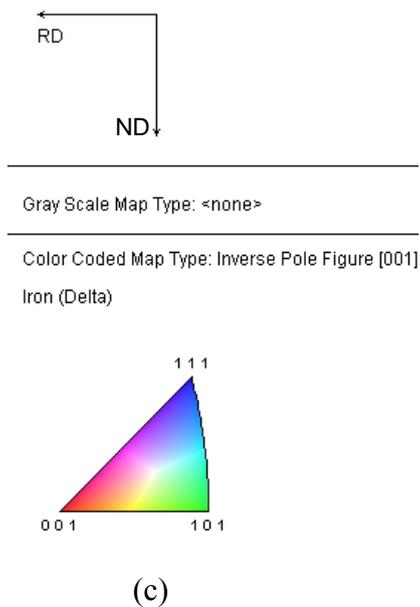
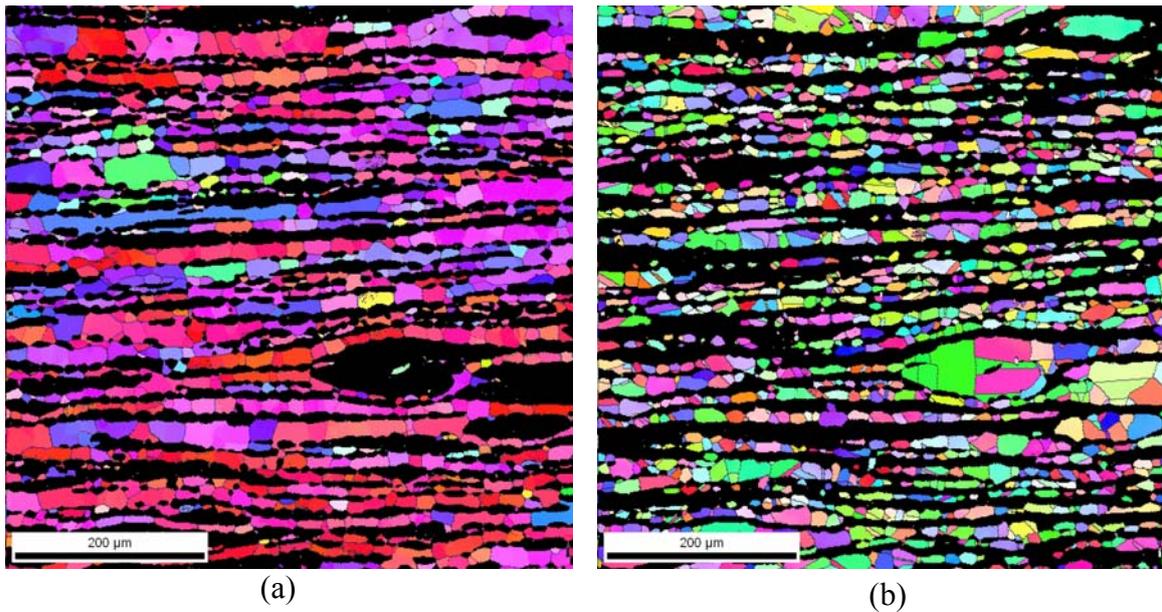


Figure III.58. Cartographies EBSD d'orientation dans la ZAT suite au traitement de recuit à 1150° pendant 1h. a) ferrite, b) austénite. c) code couleur, FPI (001).

L'augmentation de la température de traitement thermique jusqu'à 1250° a affecté les intensités relatives des différentes composantes de la texture de l'austénite dans le métal de base. Comme le montrent les FDO présentées dans la figure III.59, les composantes cube et cuivre des figures III.49 et III.50 semblent très faibles par rapport à celles de l'état initial du matériau. A cette température apparaît aussi une composante à (90, 74, 45), relativement faible, et qui correspond bien à une composante de maillage de type $\{552\}\langle 115 \rangle$.

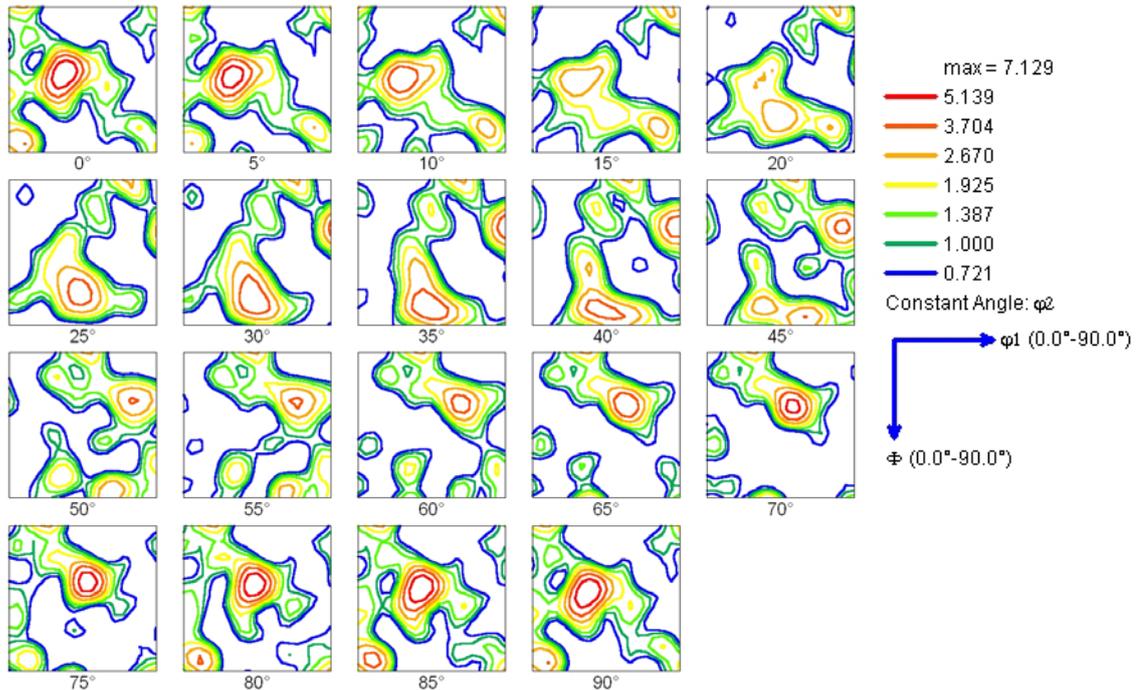


Figure III.59. ODF de l'austénite dans le métal de base après recuit à 1250° pendant 1h

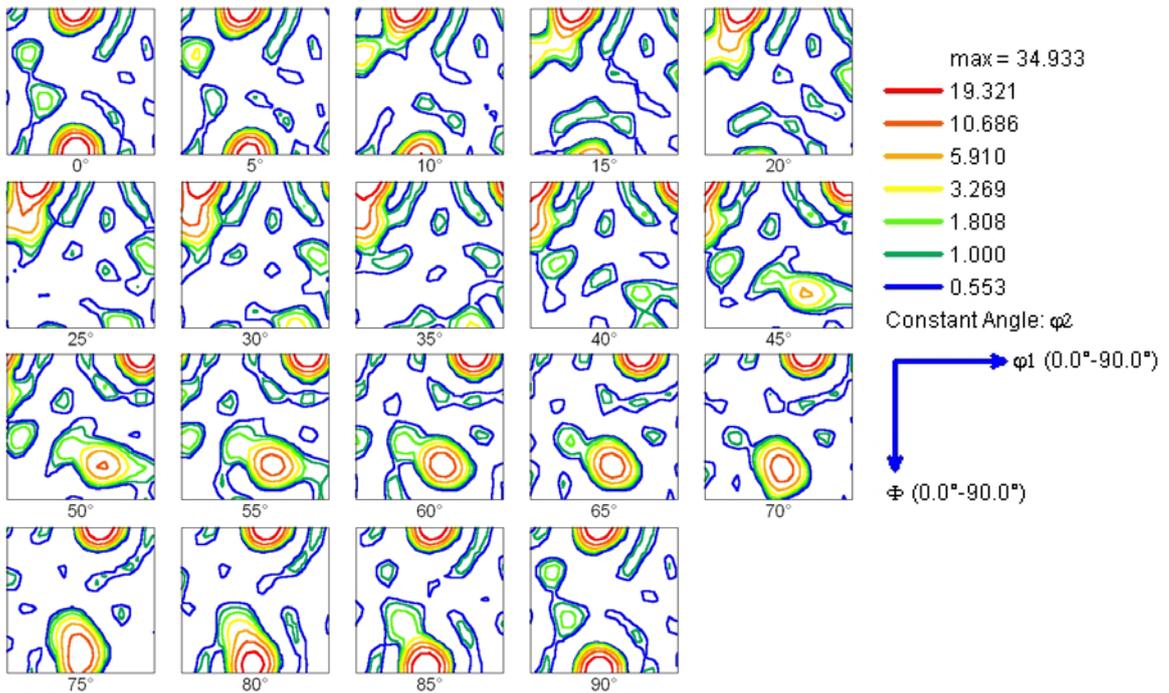


Figure III.60. ODF de la ferrite dans le métal de base après recuit à 1250° pendant 1h

Pour la texture de la ferrite (figure III.60) la fibre α , s'étalant initialement de la position $\{100\}\langle 110 \rangle$ à $\{112\}\langle 110 \rangle$, se concentre suite au traitement thermique à 1250°C dans la position $\{100\}\langle 110 \rangle$. Aucun autre changement de texture n'est observé à cette température ; d'ailleurs la cartographie d'orientation de cette phase et ses figures de pôle

(111), (110) et (200) (figures III.61 et III.62) confirment que même après le traitement à 1250°C, les grains de cette phase gardent leur orientation initiale autour de $\langle 001 \rangle$.

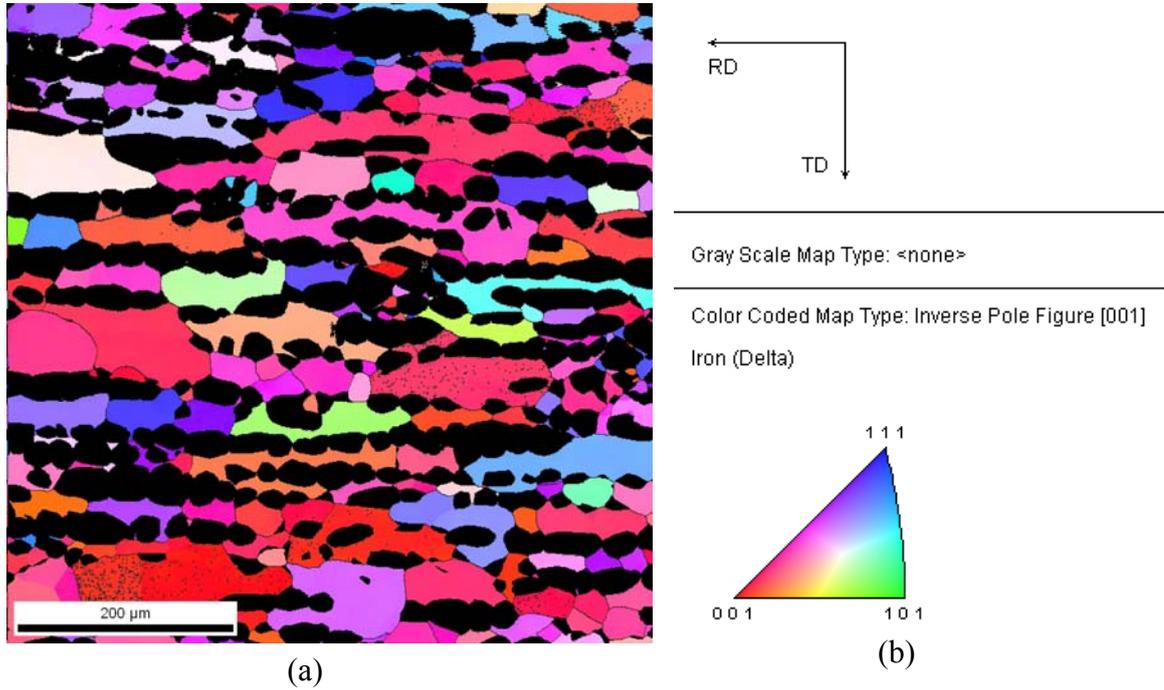


Figure III.61. a) Cartographies EBSD d'orientation de la ferrite dans le métal de base après recuit à 1250° pendant 1h. b) code couleur FPI (001).

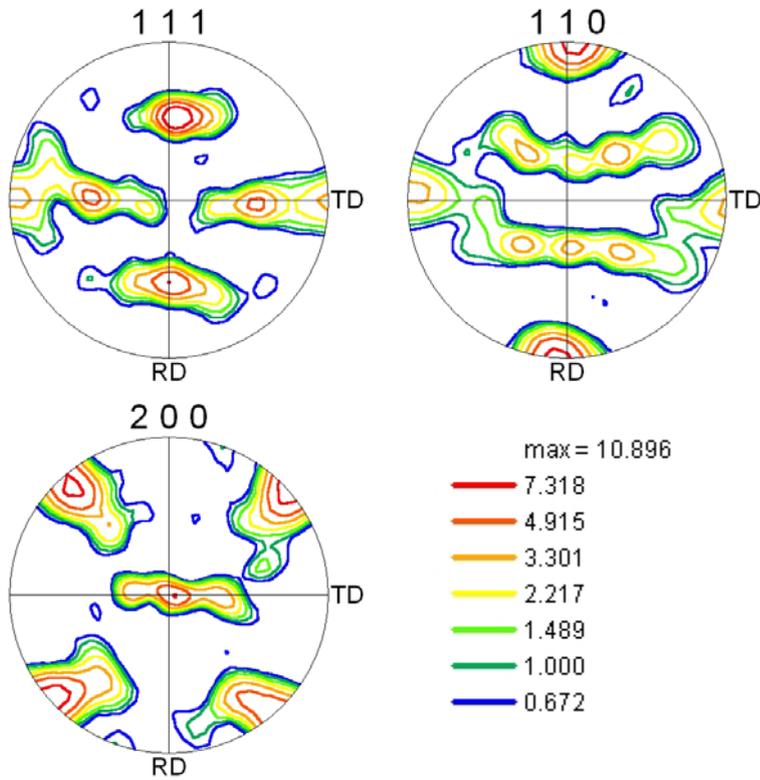


Figure III.62. Figures de pôle (111), (110) et (200) de la ferrite dans le métal de base après recuit à 1250°C pendant 1h

Contrairement au métal de base, la texture de la ZAT est affectée par le passage de la température de traitement thermique de 1050 à 1250°C. Les FDO de l'austénite dans cette zone (figure III.63.a), montrent une baisse notable des niveaux d'intensité des composantes laiton et cube tourné. La composante cuivre initialement intense, disparaît presque totalement à cette température.

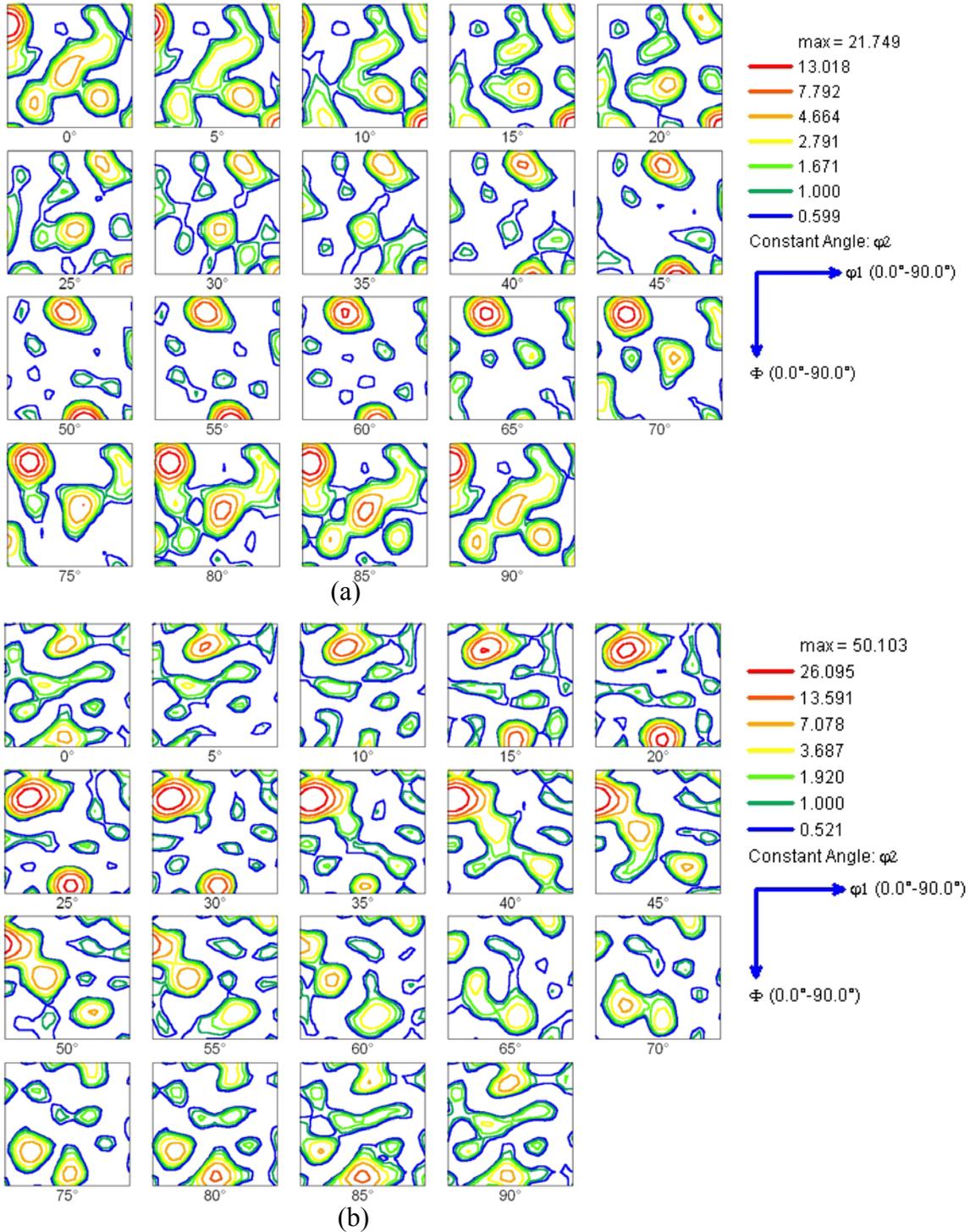


Figure III.63. ODF de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans la ZAT suite au traitement de recuit à 1250°C pendant 1h.

La texture de la ferrite à cette température (figure III.63.b) est aussi caractérisée par un fort affaiblissement de la composante cube tourné et une disparition de la fibre α , initialement intense. A cette température on remarque l'apparition d'une nouvelle composante $\{114\}\langle 110\rangle$ qu'on retrouve à (0, 20, 45).

III.7.4. Etude des désorientations dans le métal de base et la ZAT

La répartition des angles de désorientation dans le métal de base est représentée dans la figure III.21. Selon les valeurs des angles de désorientation, les grains des deux phases se classent en 3 catégories :

- (i) Joints à faible angle de désorientation (0-20°).
- (ii) Joints à moyen angle de désorientation (20-35°).
- (iii) Joints à fort angle de désorientation (> 35°).

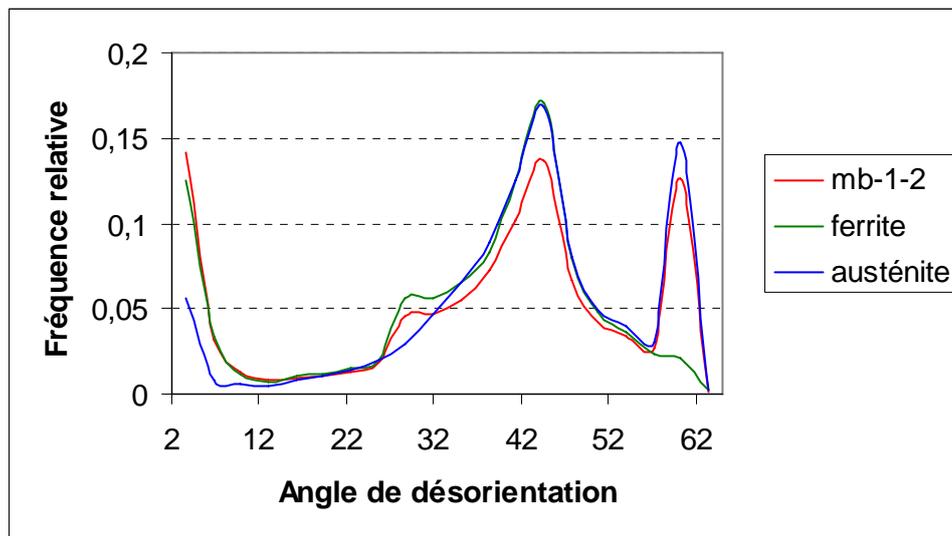


Figure III.64. Courbes de désorientation dans le métal de base.

Les joints de grains de l'austénite sont à forte désorientation et présentent deux pics intenses à 45 et 60°. En plus d'un pic commun avec l'austénite à 45°, la ferrite présente un pic de désorientation à moyen angle (30° environ). Les joints de grains des deux phases présentent en outre de faibles désorientations à environ 5°. La figure III.64 montre que la fréquence des joints à faible désorientation dans la ferrite est beaucoup plus élevée que celle enregistrée dans l'austénite. Ces faibles désorientations comme le montre la cartographie de la figure III.65 correspondent en premier lieu aux interfaces voisines δ/δ . La figure montre aussi que les joints ayant des angles de désorientation entre 15 et 45° correspondent aux

interfaces δ/γ tandis que les joints ayant des désorientations supérieures à 45° correspondent aux joints de macle et aux interfaces γ/γ qui présentent un pic de désorientation intense à 60° .

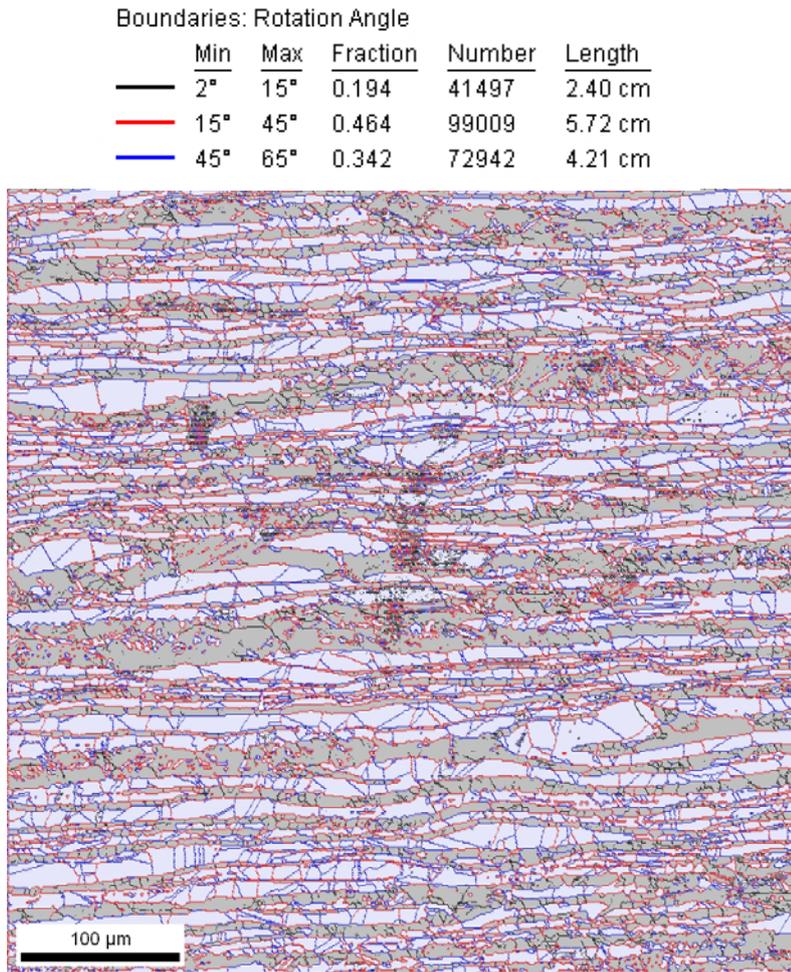


Figure III.65. Représentation des joints de grains à différents angles de désorientation dans le métal de base.

Les informations fournies par les courbes de désorientation dans le métal de base sont étroitement liées à son état structural déjà décrit au III.7.2. La présence des joints de grains à faible désorientation confirme l'état partiellement recristallisé et l'existence de résidus de déformation dans le matériau. La grande fréquence des joints de faible désorientation dans la ferrite est liée d'une part aux larges répartitions de déformation dans cette phase lors du processus de fabrication de l'acier [99], et d'autre part au phénomène de restauration dynamique accru dans cette phase qui crée en général des désorientations inférieures à 20° [164].

La présence des joints de forte désorientation dans l'austénite est liée à un état plus recristallisé que celui de la ferrite. Ce type de désorientation (en particulier le pic de 60°) a été déjà observé par Kumar dans un acier inoxydable austénitique de type 304L [116]. En effet, la

recristallisation et la croissance des grains qui se produisent dans cette phase éliminent un nombre considérable de dislocations ce qui diminue remarquablement la fréquence des joints de faible désorientation et augmente la fréquence des joints de forte désorientation.

L'introduction des traitements thermiques à quelque peu modifié les courbes de désorientation dans le métal de base et la ZAT (figure III.66 a et b). Ces modifications concernent principalement deux aspects:

- (i) Elimination de la quasi totalité des joints de faible désorientation (moins de 15°) dans le métal de base et la ZAT.
- (ii) Augmentation des intensités des pics de désorientation de 45° et 60° dans le métal de base et la ZAT respectivement, par élévation de la température de recuit de 1050 à 1250°C .

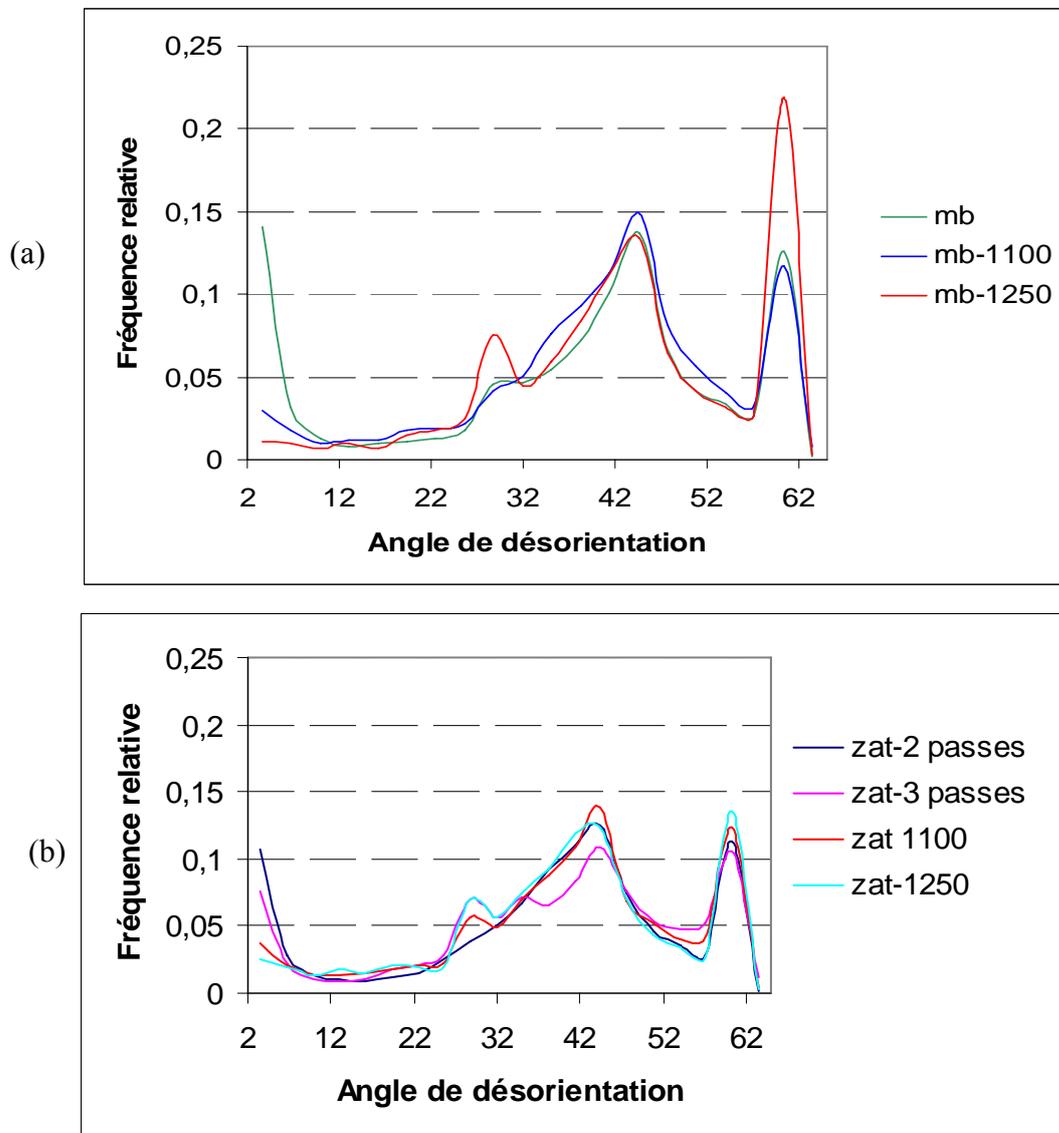


Figure III.66. Influence de la température de recuit sur les courbes de désorientation a) métal de base, b) ZAT

Deux facteurs principaux sont à l'origine des évolutions enregistrées dans les fonctions de distribution de désorientation :

- (i) la recristallisation in situ lors du chauffage qui élimine toute trace de déformation dans le matériau, et
- (ii) la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ décrite au paragraphe III.2.2 et les phénomènes de grossissement de grains et de migration des interfaces δ/δ et δ/γ accompagnant cette transformation.

Lors des traitements de recuit, la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ dans le métal de base s'accompagne d'un fort grossissement des grains ferritiques et d'une évolution des grains austénitiques vers une structure globulaire. Cette évolution morphologique des grains d'austénite s'accompagne d'un phénomène de maclage très important. Ce phénomène, souvent rencontré dans les matériaux c.f.c. à faible et moyenne énergie de défaut d'empilement, influe sur la distribution des angles de désorientation des joints de grains. L'augmentation de la température de recuit de 1050 à 1250° entraîne l'augmentation de la densité de joints de macle dans les grains d'austénite.

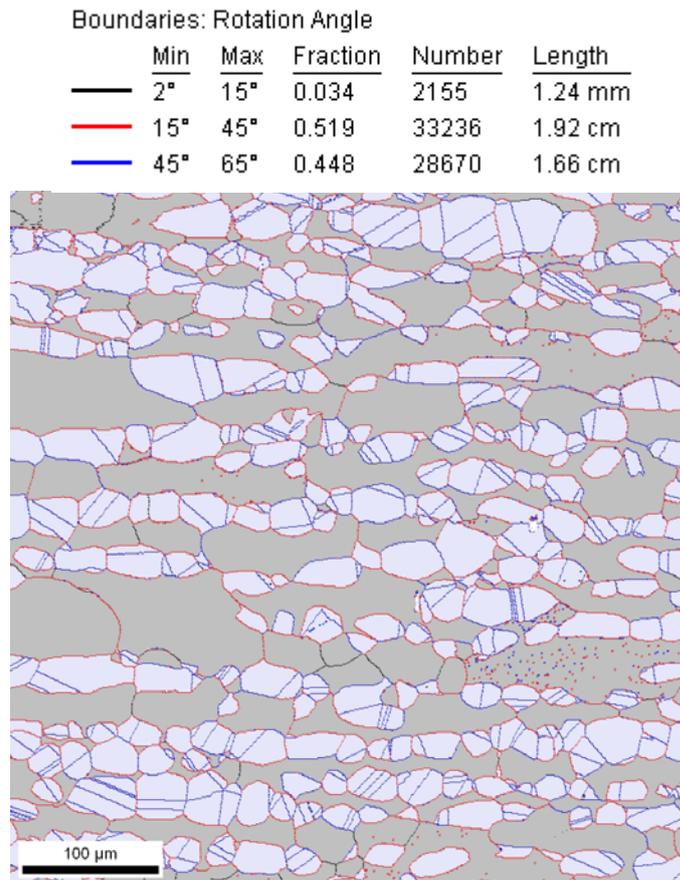


Figure III.67. Représentation des joints de grains à différents angles de désorientation dans le métal de base après recuit à 1250 °C

Ces joints dont les angles de désorientation sont supérieurs à 45° comme le montre la figure III.67, sont à l'origine de l'augmentation du pic de désorientation de 60° dans la figure III.66a. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par Gertsman [109] dans différents types d'aciers inoxydables.

La situation dans la ZAT est différente. Comme nous l'avons décrit au paragraphe III.1.4, la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ qui se produit dans cette zone lors des traitements de recuit est accompagnée d'un grossissement excessif des grains ferritiques qui se poursuit jusqu'à leur empiètement. Le résultat de ce phénomène est l'élimination d'un nombre considérable d'interfaces γ/δ (dont les désorientations sont de 45°) donnant lieu ainsi à la dominance des interfaces δ/δ dont les angles de désorientation varient de 15 à 45° (figure III.68). Par conséquent la coalescence des grains ferritiques, en éliminant ces interfaces, est à l'origine de l'augmentation de l'intensité du pic de désorientation de 45° . Ces résultats sont proches de ceux obtenus par Cortina [165] et Novillo [166] lors de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ dans d'autres types d'aciers.

| Boundaries: Rotation Angle | | | | | |
|----------------------------|------------|------------|----------|--------|---------|
| | Min | Max | Fraction | Number | Length |
| — | 2° | 15° | 0.066 | 1877 | 1.08 mm |
| — | 15° | 45° | 0.597 | 16868 | 9.74 mm |
| — | 45° | 65° | 0.336 | 9500 | 5.48 mm |

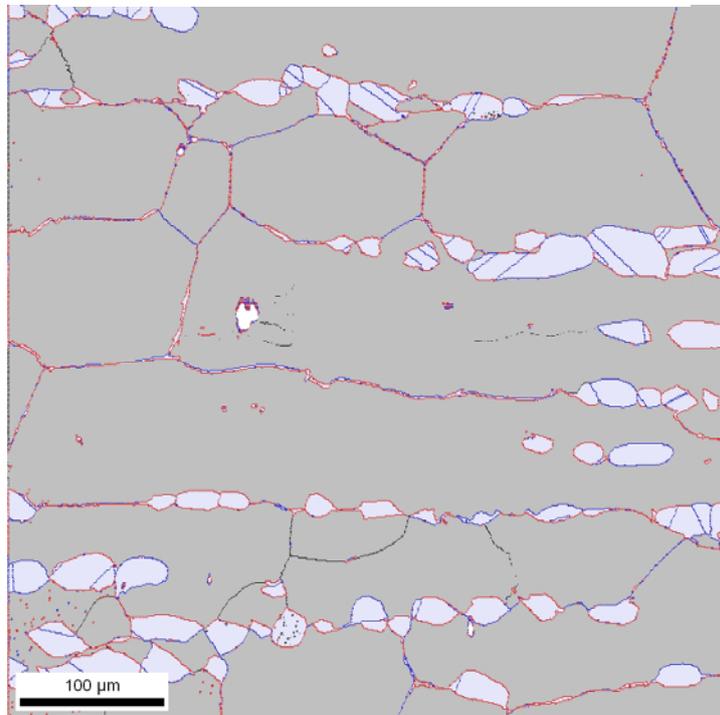


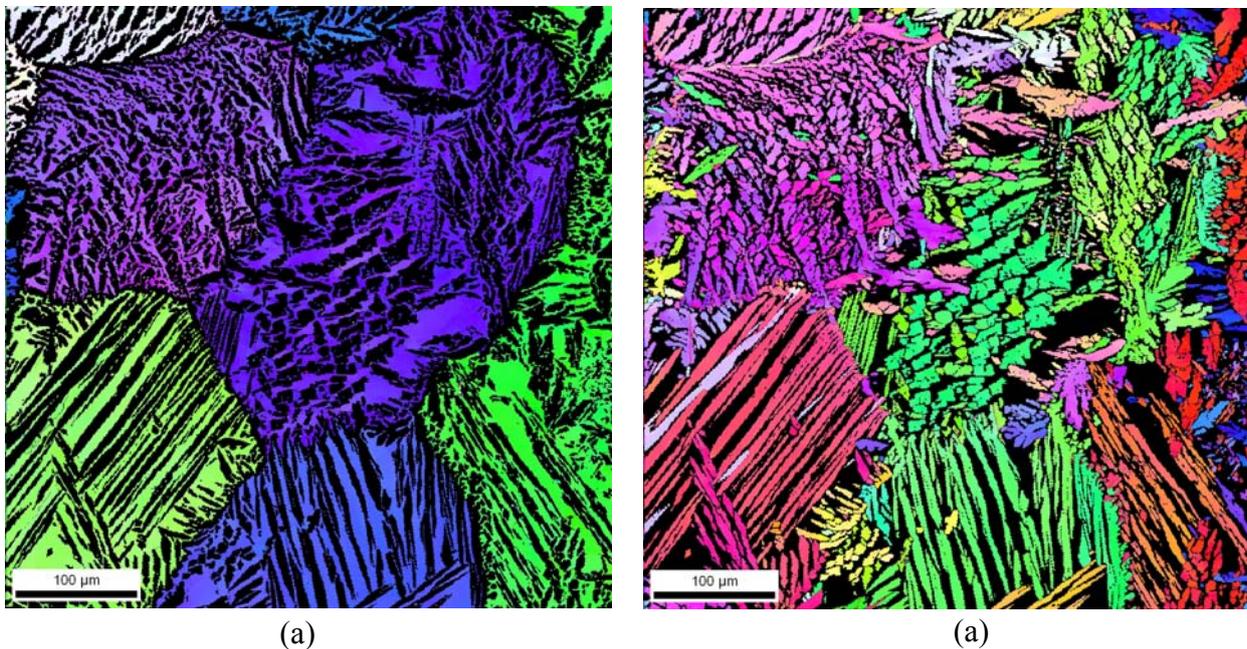
Figure III.68. Représentation des joints de grains de différents angles de désorientation dans la ZAT suite au traitement de 1250°C pendant 1h

III.7.5. Evolution de la texture dans la zone fondue

L'étude de la texture de la zone fondue a été faite de deux méthodes différentes :

- Par les mesures globales par DRX.
- Par l'étude des orientations locales par EBSD.

Malgré les avantages qu'elles offrent, ces deux techniques restent insuffisantes pour donner un net aperçu de la texture de cette zone, en particulier pour la phase ferritique. Ceci est dû à la grosseur des grains qui atteignent parfois l'échelle du millimètre et rend donc les mesures quasi inexploitable à cause des problèmes de statistique. Pour pallier à ces difficultés, la littérature montre que la diffraction des neutrons est mieux adaptée que les rayons X pour des matériaux possédant d'aussi gros grains [52]. .



Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]
Iron (Delta)

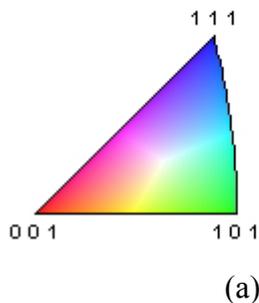


Figure III.69. Cartographies EBSD d'orientation dans la zone fondue à l'état brut de solidification. a) ferrite, b) austénite. c) code couleur, FPI (001).

Néanmoins, ces techniques nous ont permis d'avoir une idée sur la texture des soudures d'acier inoxydable duplex 2205, de connaître avec précision la relation d'orientation cristallographique entre les phases présentes, et de la comparer aux relations connues dans les transformations de phase à savoir KS et NW.

Les données EBSD nous ont permis la reconstruction des cartographies d'orientation de l'austénite et de la ferrite représentées dans la figure III.69.

Comme il a été précédemment décrit au paragraphe III.1.3.2, l'austénite est présente sous différentes formes et est aléatoirement répartie aux joints de grains et à l'intérieur de gros grains ferritiques. Les orientations des grains ferritiques de la figure III.69.a sont partagées entre les directions $\langle 101 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. Les grains de la phase austénitique (figure III.69.b) présentent des orientations autour des directions $\langle 101 \rangle$, $\langle 001 \rangle$ et $\langle 112 \rangle$.

L'analyse de texture des deux phases dans cette zone a été effectuée dans un premier temps au moyen de la diffraction des rayons X. Les figures de pôle (111), (220) et (200) de l'austénite (figure III.70) ne donnent pas assez d'informations sur l'existence de composantes spécifiques de texture hormis la figure de pôle (220) qui présente des renforcements proches d'une fibre $\langle 001 \rangle$.

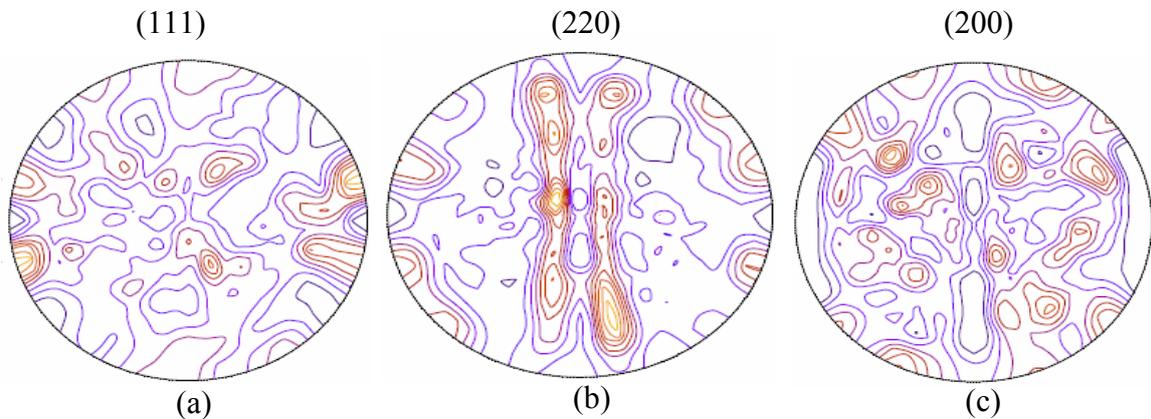


Figure III.70 : Figures de pôle (111), (220) et (200) de l'austénite dans la zone fondue

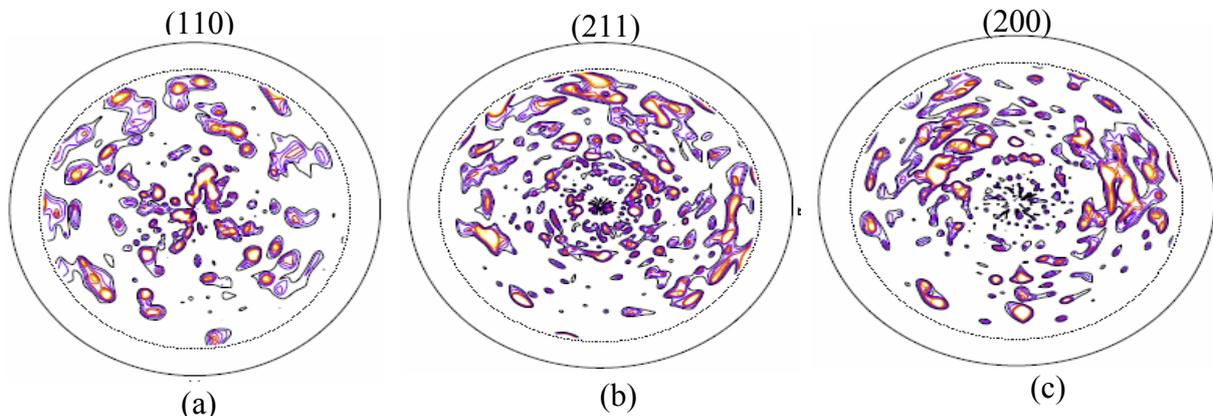


Figure III.71 : Figures de pôle (110), (211) et (200) de la ferrite dans la zone fondue.

Il en est de même pour la ferrite où la grosseur excessive des grains empêche les mesures de texture effectuées d'être vraiment exploitables comme le confirment les figures de pôle (111), (220) et (200) de cette phase (figure III.71).

Pour les mêmes raisons, les fonctions de distribution d'orientation cristallographique, de la ferrite et de l'austénite, calculées à partir de ces mesures ne permettent pas de se prononcer sur le type de texture de ces phases même si dans les coupes à $\varphi_2 = 0$ et 45° (figure III.72) on retrouve certaines composantes existant initialement dans le métal de base.

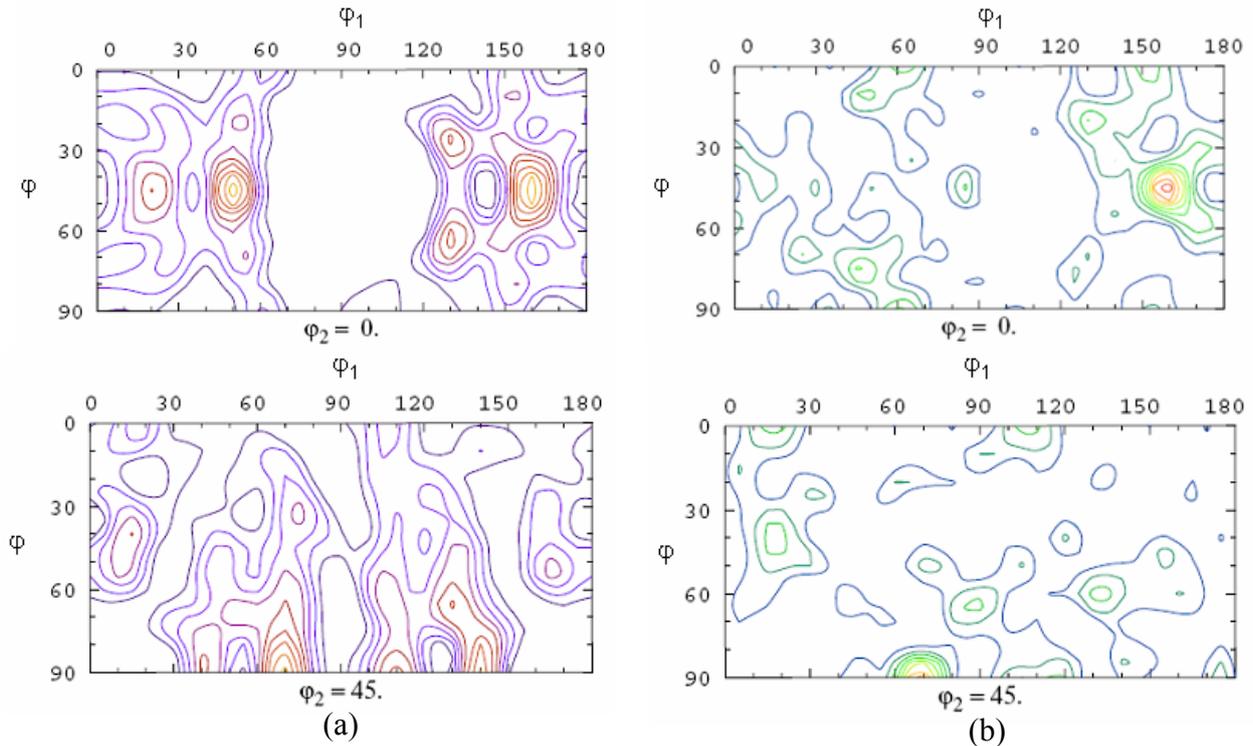


Figure III.72. Fonctions de distributions d'orientations cristallographiques (coupes à $\varphi_2 = 0$ et 45°) dans le métal fondu a) austénite, b) ferrite.

III.7.5.1. Détermination de la relation d'orientation au moyen de l'analyse par EBSD

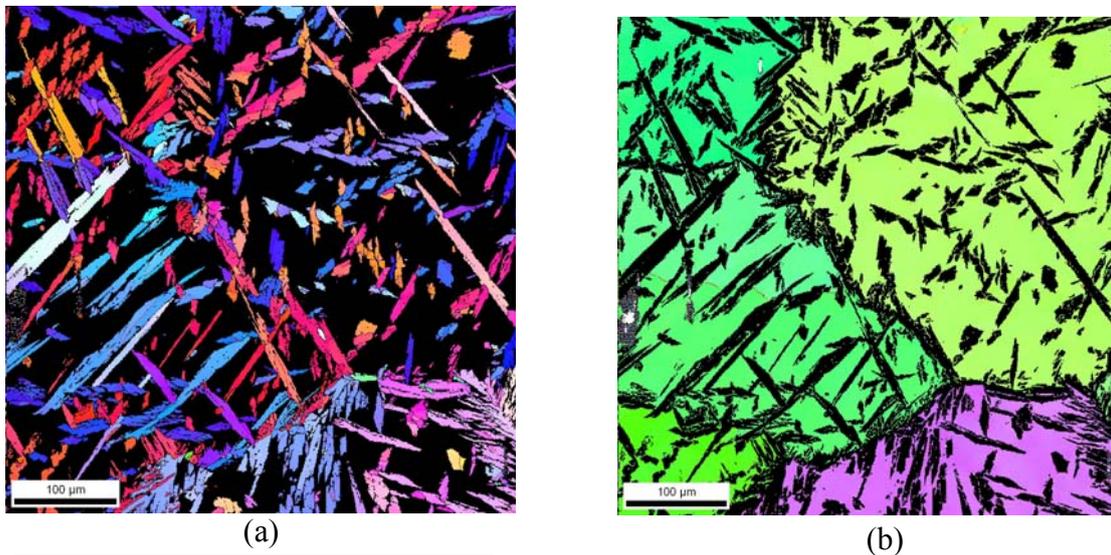
La relation d'orientation cristallographique (OR) entre deux phases de structures cristallines différentes est l'un des facteurs les plus importants qui affecte la relation microstructure-propriétés dans un matériau lors de différents phénomènes comme la transformation martensitique, la précipitation à partir d'une solution solide, la croissance épitaxiale ou la solidification. Une relation d'orientation entre deux phases est souvent rencontrée dans les structures de solidification ou lors des processus de transformation de phase qui s'ensuivent lors du refroidissement comme dans le cas de la coulée ou le soudage par fusion des aciers.

Dans le cas des aciers inoxydables biphasés (austéno-ferritique), l'existence ou non d'une relation d'orientation cristallographique entre l'austénite γ et la ferrite δ est dictée par la composition chimique de l'alliage et les conditions de solidification et de refroidissement. D'une manière générale, une relation d'orientation entre deux phases est décrite par un ensemble de plans parallèles dans les deux mailles et un ensemble de directions parallèles de ces plans. En EBSD, une relation d'orientation peut être obtenue par différentes méthodes : les plans parallèles peuvent être directement identifiés sur les lignes de Kikuchi formées pendant l'analyse. Une relation d'orientation peut aussi être obtenue par superposition des figures de pôle en mode discret des deux phases, ou par des méthodes algébriques basées sur les désorientations entre la phase mère et celle produite [106, 168]. Dans un travail récent, Cabus et al [169] ont proposé une autre méthode pour la détermination de la relation d'orientation entre l'austénite et la ferrite dans un acier multiphasé.

III.7.5.2. Analyse de la relation d'orientation entre l'austénite et la ferrite

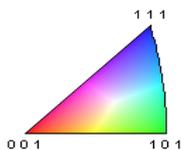
Première méthode : comparaison par rapport aux relations idéales de K-S et N-W

Pour effectuer cette première analyse nous avons utilisé la soudure réalisée en une seule passe qui illustre les premiers stades de la transformation ferrite \rightarrow austénite après solidification.



Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]



Figures III.73 Cartographies EBSD de l'austénite (a) et de la ferrite (b)

La microstructure de l'acier à cet état est constituée de grains lamellaires d'austénite précipités aux interfaces et à l'intérieur des grains ferritiques. Les cartographies des deux phases en présence sont présentées à la figure III.73.

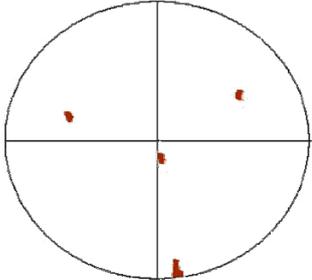
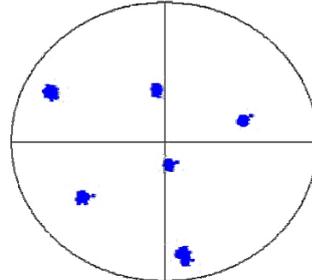
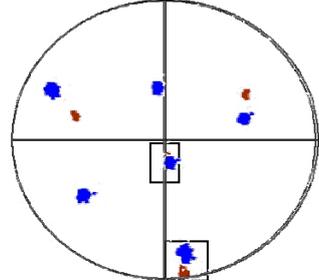
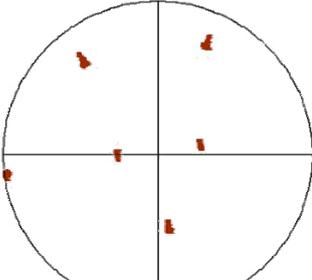
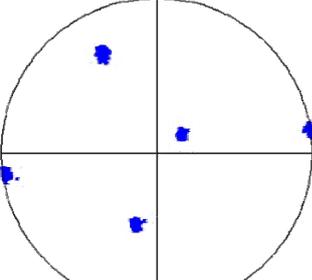
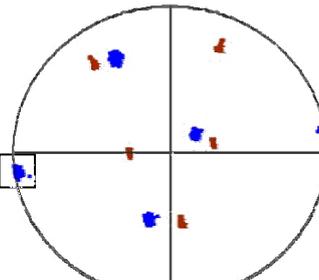
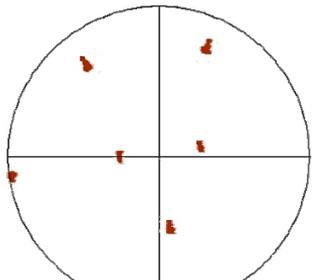
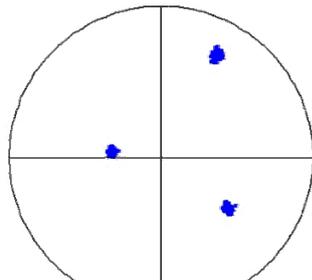
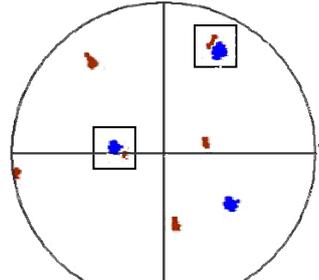
| | | Austénite | Ferrite | Superposition des fdp. |
|-------------------------------|--|--|---|---|
| Etude du plan commun | $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ | <p>111</p>  | <p>110</p>  |  |
| | KS ? $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ | <p>110</p>  | <p>111</p>  |  |
| Etude des directions communes | NW ? $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_\alpha$ | <p>110</p>  | <p>100</p>  |  |

Tableau III.6 : Etude de la relation d'orientation entre deux pixels adjacents de ferrite et d'austénite.

Avec cette première méthode, nous avons procédé à une étude très locale : nous avons établi la relation d'orientation entre deux grains voisins d'austénite et de ferrite et nous l'avons comparé aux relations de K-S et N-W. Ainsi, une fois que nos deux grains adjacents sont sélectionnés, on fait coïncider la figure de pôle (fdp) $\{111\}$ de l'austénite à la fdp $\{110\}$

de la ferrite afin de déterminer le plan commun (1^{ère} ligne du tableau III.6) ; on regarde ensuite si les directions communes aux deux phases dans ce plan commun satisfont l'une des relations N-W ou K-S (2^{ème} et 3^{ème} lignes du tableau III.6 respectivement).

L'exemple traité et présenté dans le tableau III.6 montre qu'il n'y a pas d'ambiguïté sur le plan commun ; mais en terme de direction il n'est pas évident de conclure si on est plus proche de la relation de K-S ou de celle de N-W. On ne peut donc pas se prononcer sur le type de la relation d'orientation par cette méthode qui reste une méthode très qualitative.

Seconde méthode : détermination de la relation exacte entre les deux phases

Dans ce cas, on ne considère plus de relation d'orientation à priori. Cette seconde méthode consiste à déterminer cette relation en calculant l'angle et l'axe de désorientation entre pixels adjacents d'austénite et de ferrite.

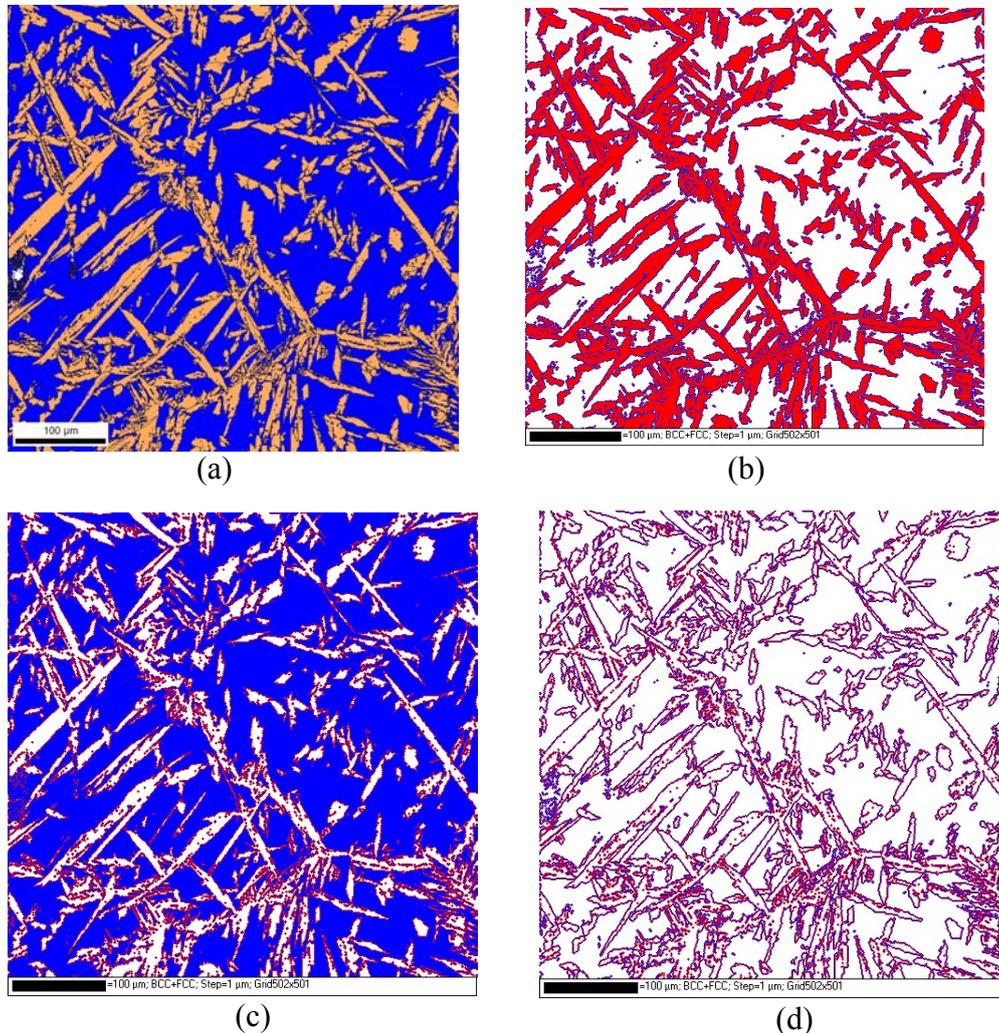


Figure III.74 : Illustration de la méthode de sélection des pixels adjacents de phases différentes.

Pour ce travail on adopte la méthode développée par Cabus [78, 169] dont on donne un bref rappel des différentes étapes. En utilisant le logiciel Channel 5 (HKL technologies) ; la

démarche s'appuie sur l'exemple illustré à la Figure III.74. Sur la cartographie initiale (Figure III.74a) la ferrite est en bleu, l'austénite en ocre, les joints de grains (désorientation supérieure à 2°) en noir.

- On sélectionne toute l'austénite de la cartographie étudiée, et grâce à une option du logiciel on dilate cette sélection (i.e. on dilate la forme de cette sélection d'un pixel) afin d'obtenir toute l'austénite ainsi que tout pixel ferritique adjacent à un pixel d'austénite (cf. Figure III.74b).
- De manière analogue on sélectionne toute la ferrite de la cartographie et on dilate cette sélection afin d'y ajouter les pixels adjacents d'austénite (Figure III.74c).
- Enfin on considère l'intersection de ces sélections afin de ne plus avoir que les pixels d'austénite et de ferrite commun (cf. Figure III.74d).

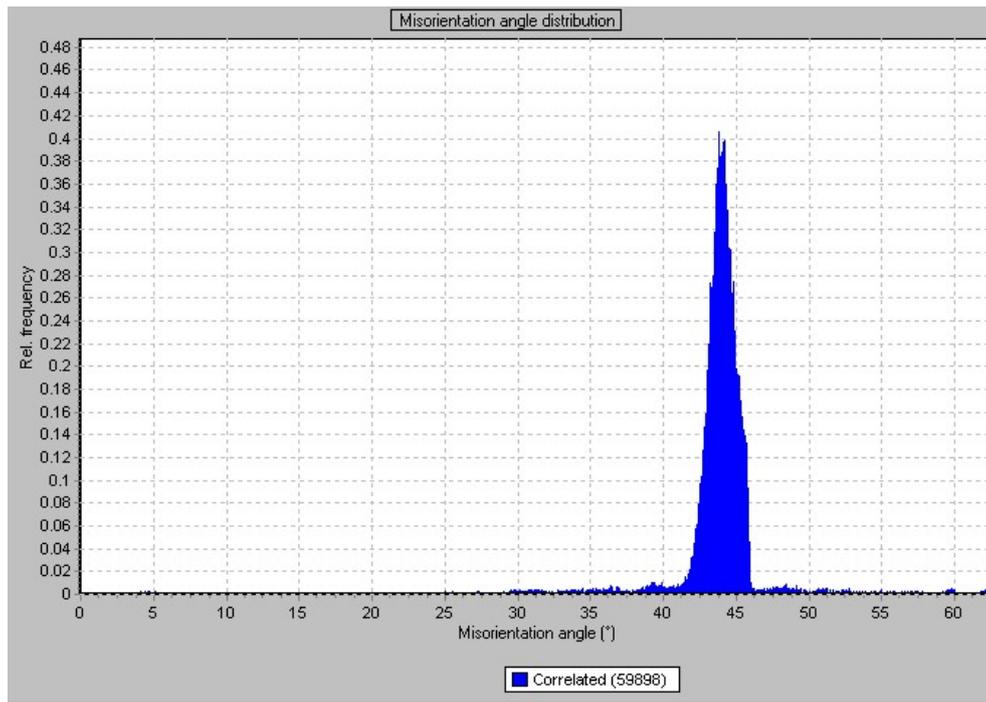
Dans un premier temps nous avons donc appliqué cette méthode à la soudure réalisée en une seule passe, le logiciel utilisé a permis le calcul de l'histogramme des désorientations entre ces pixels et la représentation des orientations dans le triangle standard (figure III.75). Les angles de désorientation très faibles (inférieurs à 10°) correspondent à des pixels adjacents appartenant à la même phase et ne sont donc pas pris en compte. Cette représentation permet de calculer l'axe de désorientation entre les deux phases.

Avec cette méthode nous avons donc pu identifier la relation d'orientation entre l'austénite et la ferrite δ comme ***une rotation de $44,2^\circ$ autour d'un axe de type $\langle 0.16, 0.16, 0.97 \rangle$*** .

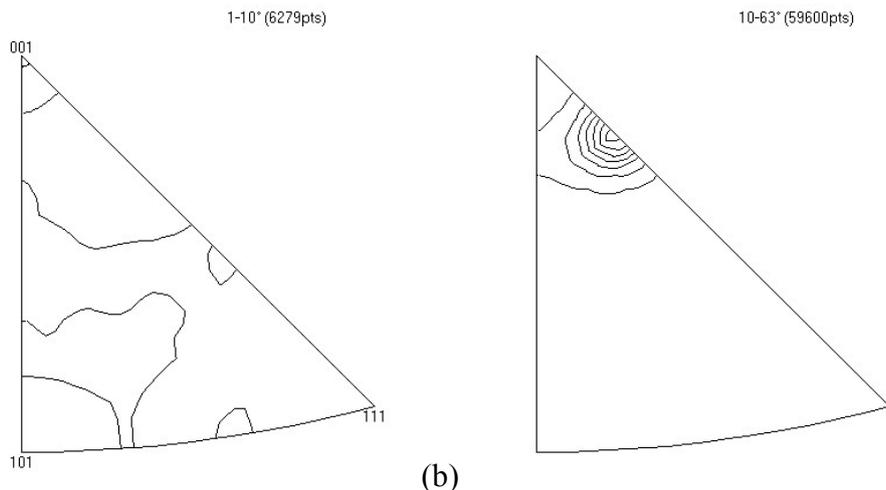
Cette technique présente donc l'avantage d'extraire la relation d'orientation exacte liée à la composition chimique et aux conditions de solidification du métal étudié. Ainsi grâce à cette méthode, le résultat précédemment trouvé par la méthode graphique est confirmé. La relation d'orientation entre les deux phases (austénite et ferrite) dans cet acier biphasé est proche des relations de K-S et N-W puisque ces deux relations exprimées en terme de désorientation entre l'austénite et ses variants s'écrivent de la manière suivante :

K-S : $42,8^\circ$ autour de $\langle 0.18, 0.18, 0.97 \rangle$, ce qui représente une désorientation angulaire de $1,4^\circ$ par rapport à la relation déduite ci dessus.

N-W : 46° autour de $\langle 0.08, 0.20, 0.98 \rangle$, ce qui correspond à une désorientation de $4,9^\circ$ par rapport à cette relation.



(a)



(b)

Figure III.75 : histogramme de désorientation entre les pixels adjacents d'austénite et de ferrite (a), représentation des orientations dans le triangle standard (b).

Nous avons par la suite appliqué cette méthode aux échantillons ayant subi plusieurs passes de soudage et différents traitements thermiques afin de suivre l'évolution de la relation d'orientation entre les deux phases. Les courbes de désorientation entre l'austénite et la ferrite pour ces différents cas sont présentées dans la figure III.76. On remarque la présence de deux importants pics d'angle de désorientation correspondant à la soudure réalisée en une passe et à celle de la troisième passe pour la soudure multipasse.

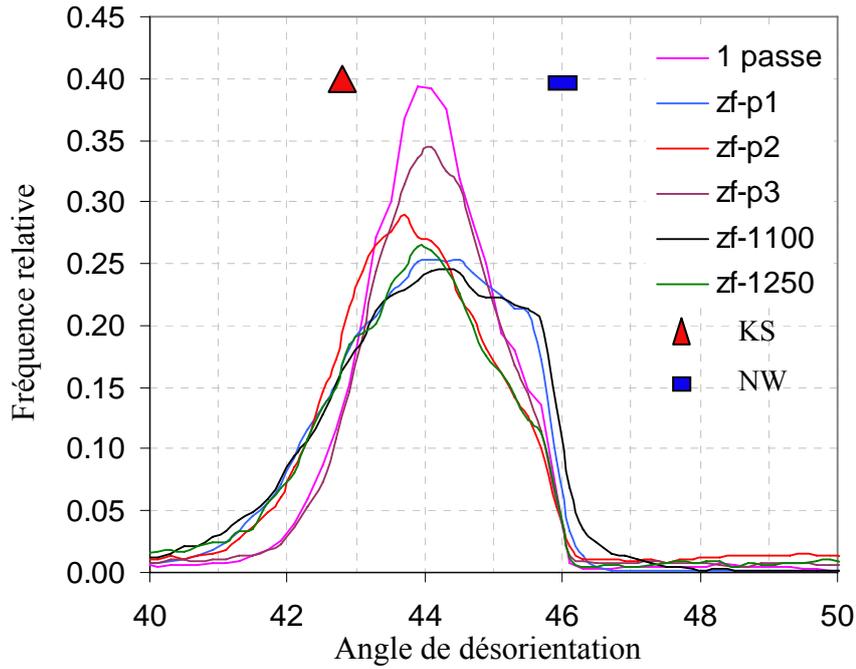


Figure III.76 Courbes de désorientation entre l'austénite et la ferrite

Boundaries: Rotation Angle

| | Min | Max | Fraction | Number | Length |
|---|-----|-----|----------|--------|---------|
| — | 2° | 15° | 0.059 | 6802 | 3.93 mm |
| — | 15° | 45° | 0.737 | 84749 | 4.89 cm |
| — | 45° | 65° | 0.204 | 23512 | 1.36 cm |

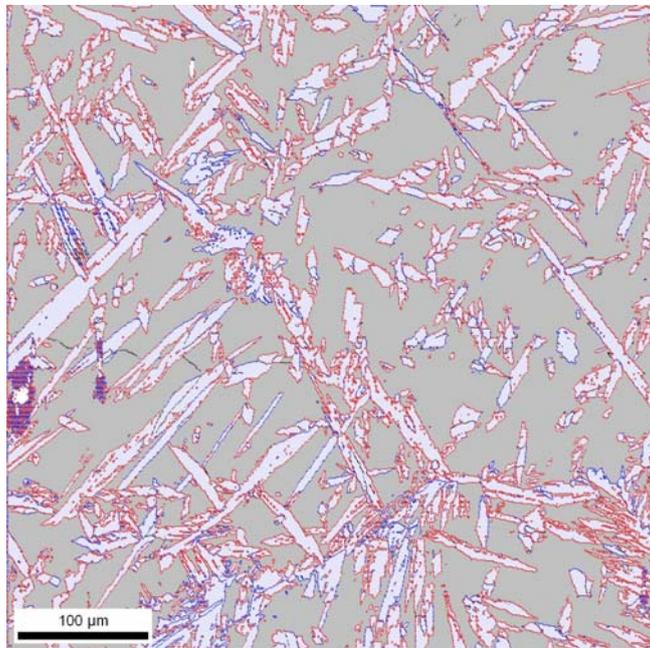


Figure III.77. Représentation des joints de grains de différents angles de désorientation dans la zone fondue (soudure en 1 passe)

Du point de vue des conditions thermiques, ces deux échantillons présentent une certaine similitude du fait que la soudure dans les deux cas est soumise au refroidissement à

l'air libre. Ainsi comme le montre la cartographie de la figure III.77, la plupart des interfaces dont les angles de désorientation varient entre 15 et 45 ° correspondent aux interfaces δ/γ ; ce qui explique l'intensité du pic de désorientation observé à 45° pour cet échantillon.

Cependant, une dispersion de cette relation en fonction de l'opération de soudage et de la température de traitement thermique est observée. Cette dispersion peut être liée à la transformation austénite \rightarrow ferrite et aux phénomènes de croissance des grains lors des traitements thermiques entre 1050 et 1250°C. Dans cet intervalle de température, la transformation est accompagnée d'une croissance normale des grains austénitiques conduisant à la diminution de leur nombre. Comme les grains austénitiques n'ont pas de direction de croissance privilégiée, une partie de ces grains est alors répartie aléatoirement dans la matrice ferritique sans avoir de relation d'orientation spécifique avec elle. Comme le montre la cartographie de la figure III.78, la proportion des interfaces ayant des angles de désorientation compris entre 15 et 45° diminue sous l'effet combiné de la transformation de phase et de la croissance des grains. Comme la distribution des angles de désorientation dépend du type de relation d'orientation [168], la dispersion de la relation d'orientation est donc due à ces changements morphologiques survenus dans le matériau.

| Boundaries: Rotation Angle | | | | | |
|----------------------------|-----|-----|----------|--------|---------|
| | Min | Max | Fraction | Number | Length |
| — | 2° | 15° | 0.172 | 15971 | 9.22 mm |
| — | 15° | 45° | 0.556 | 51554 | 2.98 cm |
| — | 45° | 65° | 0.271 | 25115 | 1.45 cm |

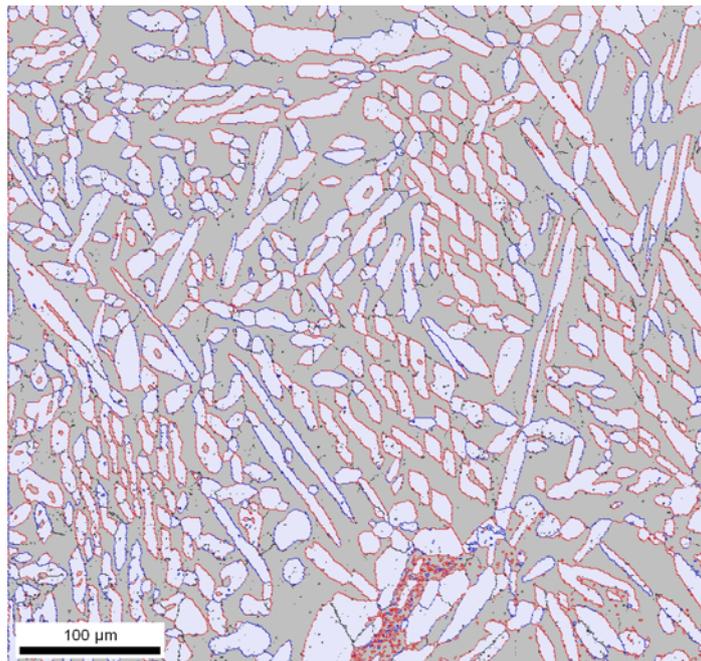


Figure III.78. Représentation des joints de grains de différents angles de désorientation dans la zone fondue après recuit à 1250 °C

III.7.6. Etude de la texture des joints de grains

Les propriétés des joints de grains sont fortement liées à la structure de ces derniers. Il est reconnu dans la pratique que des phénomènes telles que la rupture intergranulaire, la corrosion, la cavitation, et les ségrégations sont dépendantes de la structure des joints de grains. Certains types de joints, appelés spéciaux, dépendent du procédé de fabrication du matériau, et sont souvent déterminants pour ses propriétés. Par conséquent la présence en force de fractions de ces joints contribue à l'amélioration de quelques propriétés du matériau. La proportion des joints spéciaux dans les aciers inoxydables est principalement fonction de leur texture; cependant d'autres facteurs peuvent modifier cette proportion, ce sont : le maillage, la croissance des grains, la restauration et la rotation de grains.

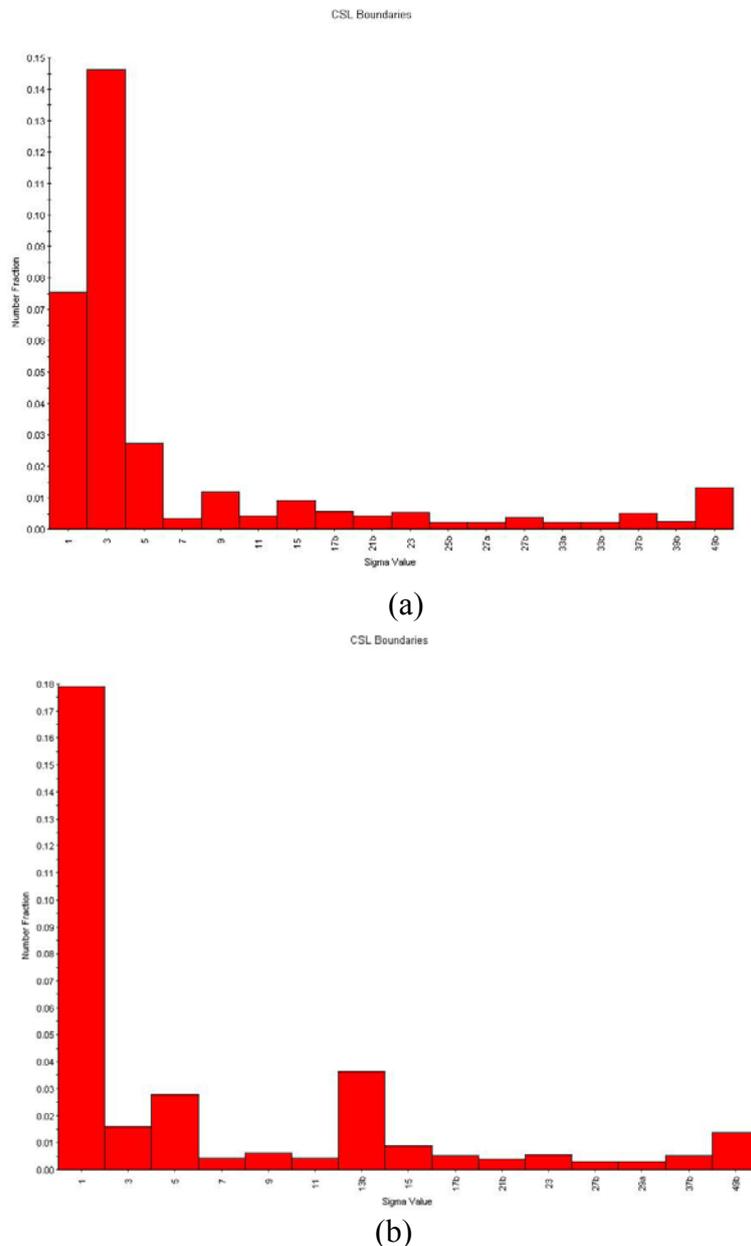


Figure III.79. Réseaux de sites de coïncidence de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans le métal de base.

La figure III.79 (a, b) donne les histogrammes de distribution des valeurs de l'indice de coïncidence (Σ) des joints de grains de la ferrite et de l'austénite dans le métal de base. D'une manière générale, les joints spéciaux (dont les valeurs de Σ sont inférieures à 29) sont dominants dans les deux phases.

La première remarque à faire est la présence des joints de type $\Sigma 1$ dans les deux phases avec des proportions plus élevées dans la ferrite que dans l'austénite. L'austénite est caractérisée par la dominance des joints de type $\Sigma 3$ et la présence d'autres joints tels que $\Sigma 5$, $\Sigma 9$ et $\Sigma 49b$; La ferrite, quant à elle, est caractérisée par la présence marquée des joints de type $\Sigma 5$, $\Sigma 13b$ et d'autres joints tels que $\Sigma 15$, $\Sigma 49b$.

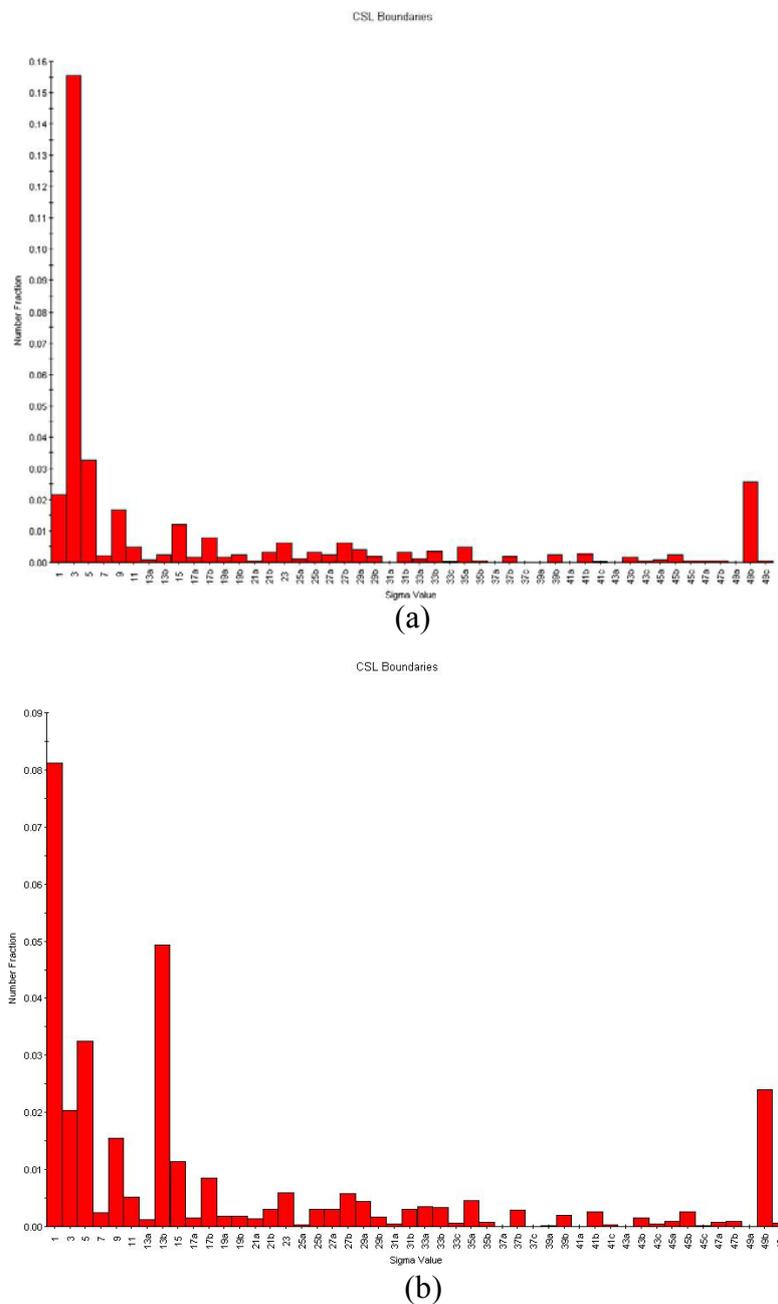


Figure III.80. Réseaux de sites de coïncidence de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans le métal de base suite à un traitement de recuit à 1250°C pendant 1h.

Les traitements thermiques de recuit effectués dans le domaine 1050-1250°C ont provoqué une augmentation des fractions des différents joints comme le montre la figure III.80. L'augmentation de la fraction des joints $\Sigma 5$ et $\Sigma 13b$ est bien évidente dans la ferrite (figure III.80b).

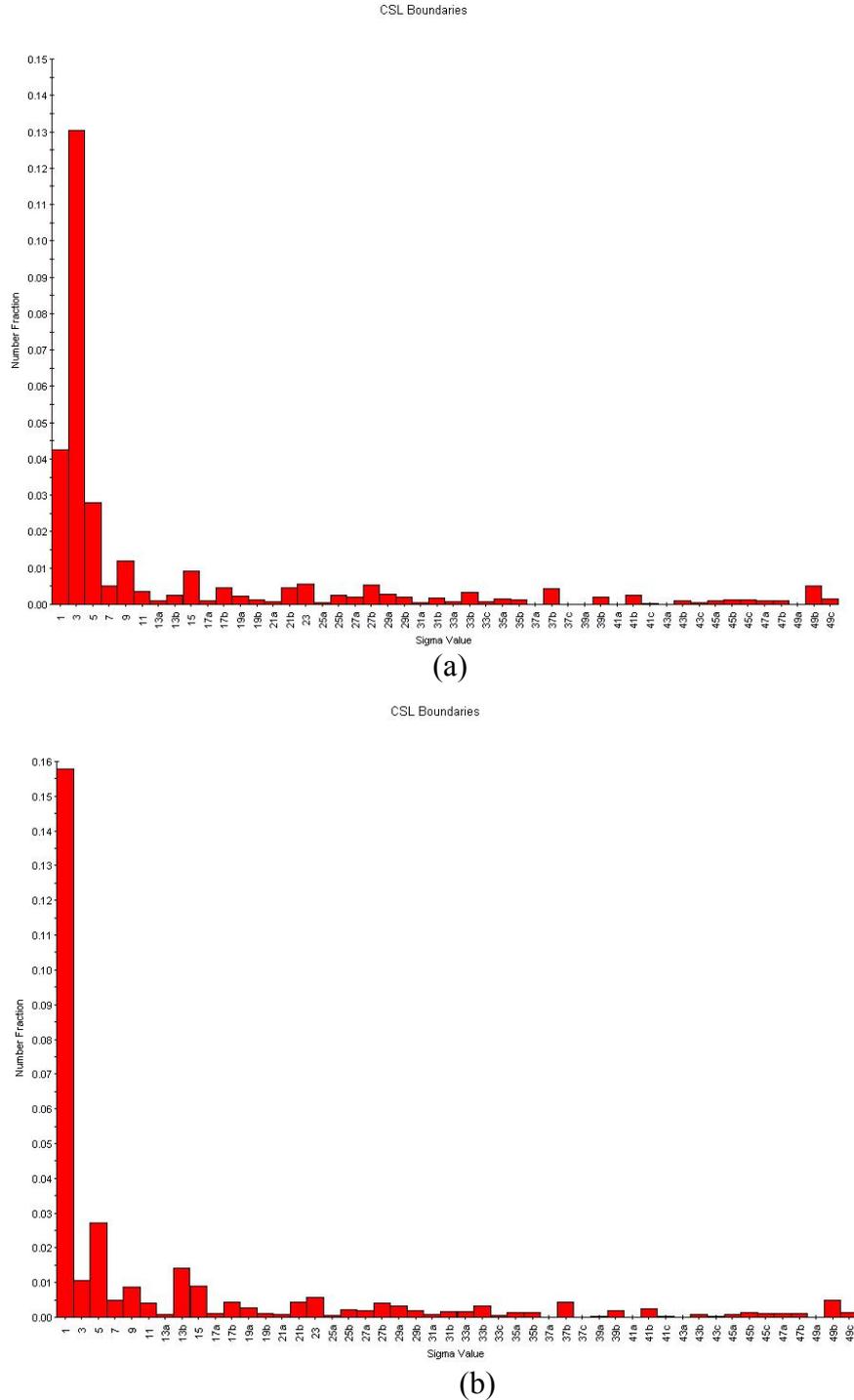


Figure III.81. Réseaux de sites de coïncidence de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans la ZAT.

Cet état des joints de grains est maintenu dans la ZAT après l'opération de soudage comme le montre la figure III.81 (a, b). Il reste relativement stable avec les traitements

thermiques dans le domaine 1050-1250°C à l'exception de légers changements des fractions surfaciques de quelques joints spéciaux. Ces changements sont observés dans le métal de base (figure III.80) et dans la ZAT (figure III.82). Dans la phase austénitique, le recuit à 1250°C entraîne la diminution de la fraction des joints spéciaux de type $\Sigma 3$, et l'augmentation de celle des joints quelconques en particulier les joints de type $\Sigma 49b$.

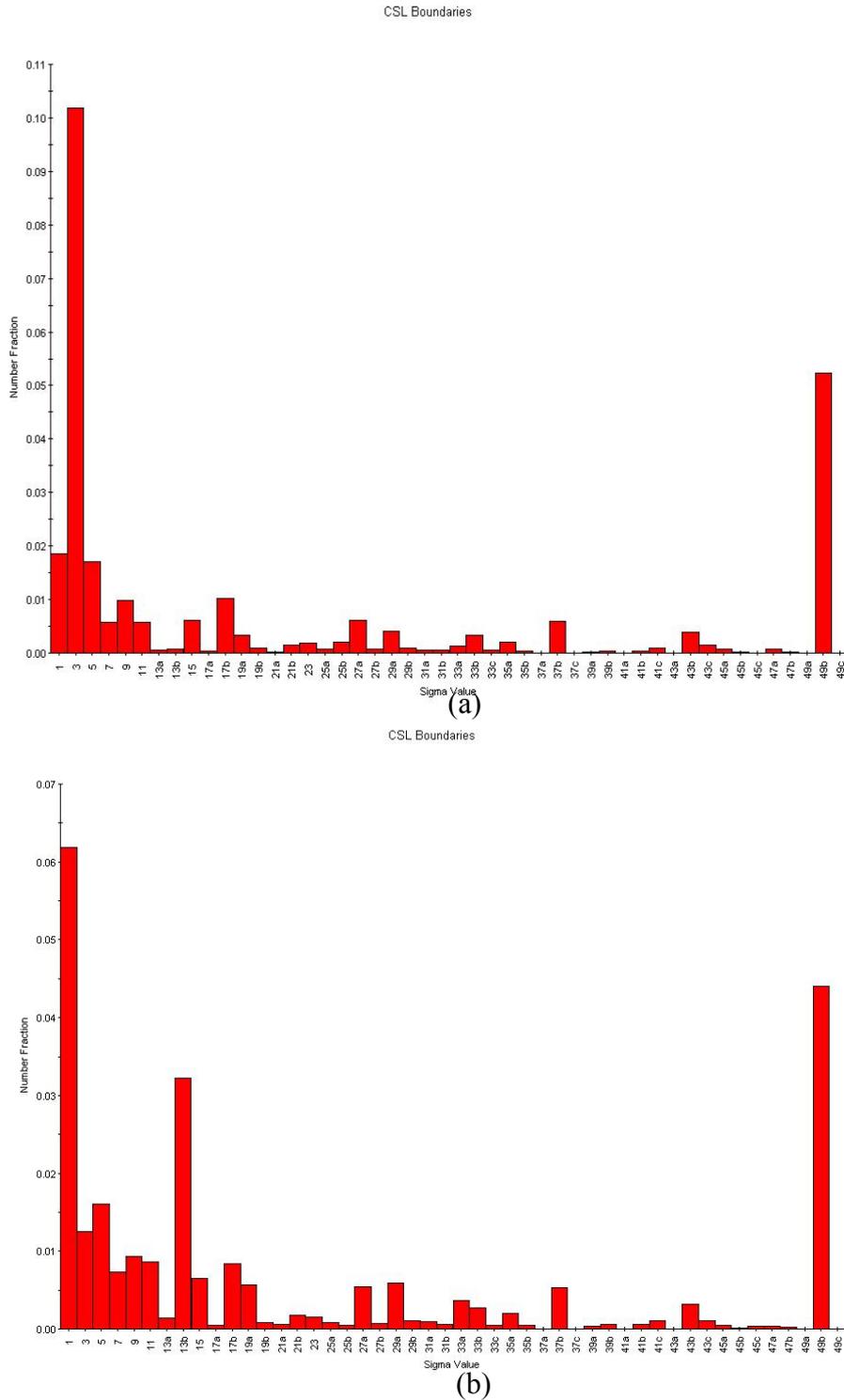


Figure III.82. Réseaux de sites de coïncidence de l'austénite (a) et de la ferrite (b) dans la ZAT après recuit à 1250°C.

Des résultats similaires sont enregistrés dans la phase ferritique où la fraction surfacique des joints $\Sigma 1$ diminue (par rapport à celle de la ZAT non traitée) au moment où on assiste à une augmentation de la fraction des joints de type $\Sigma 49b$.

La situation dans le métal fondu diffère de celle du métal de base. Le procédé de soudage utilisé a produit plus de joints quelconques que de joints spéciaux. Les figures III.83-III.86 montrent la distribution de l'indice de coïncidence Σ dans la ferrite et l'austénite pour différents états de soudage et de traitements thermique.

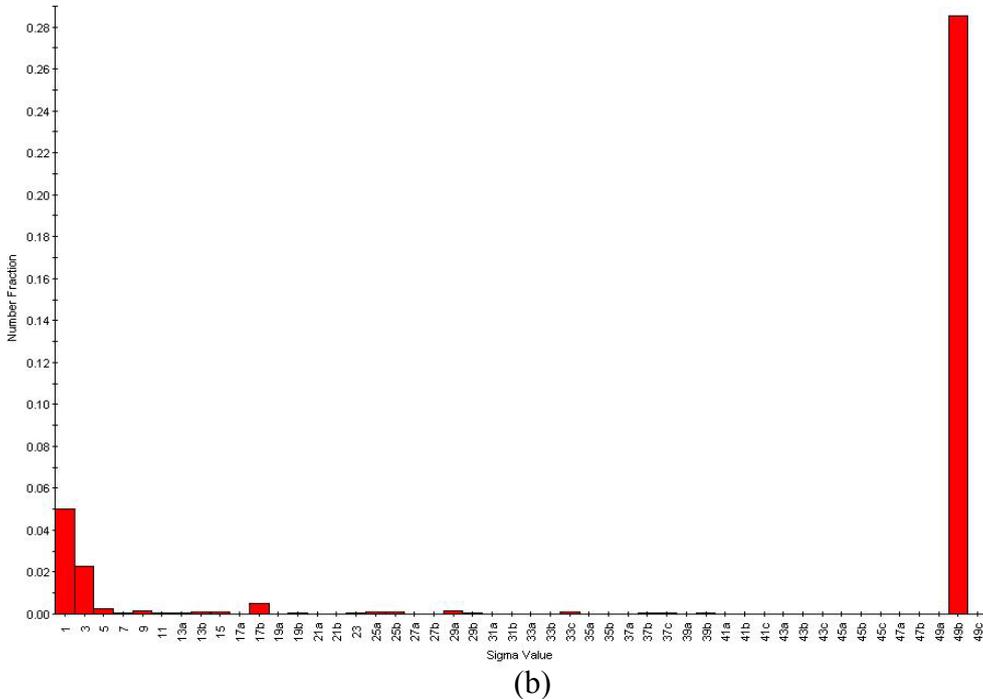
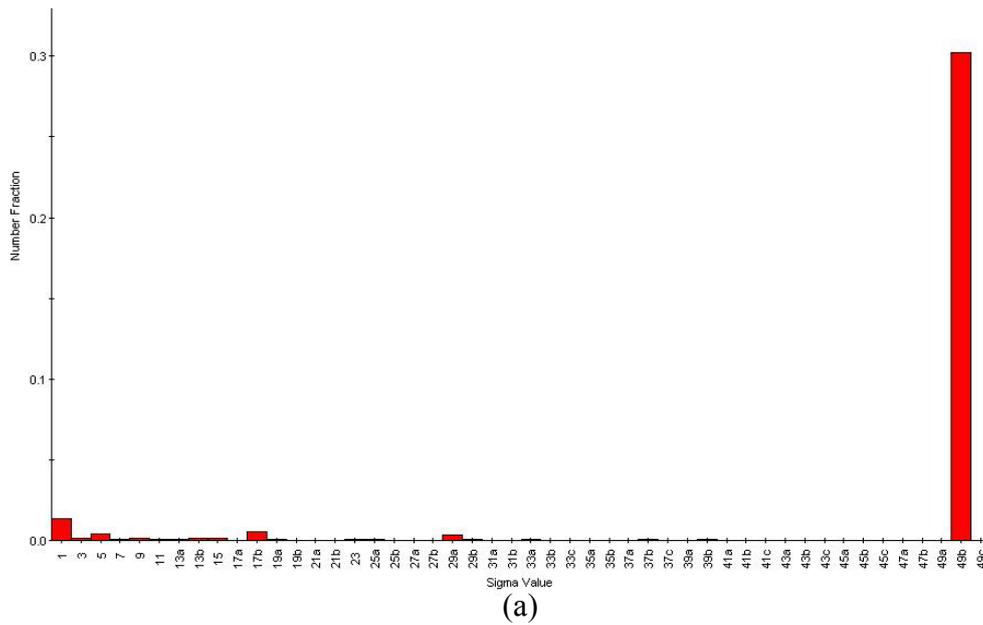
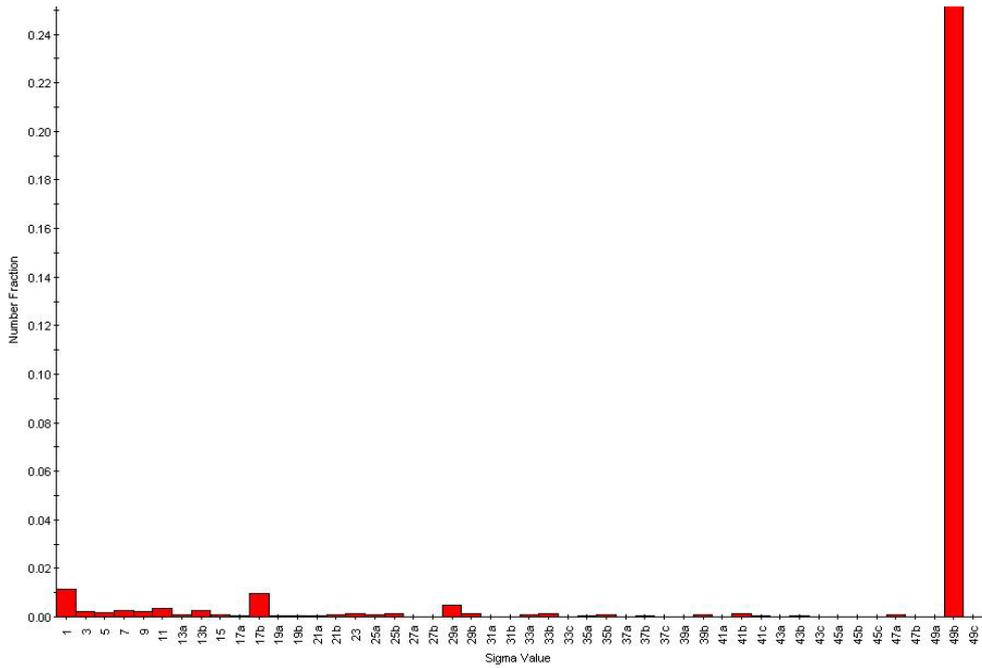
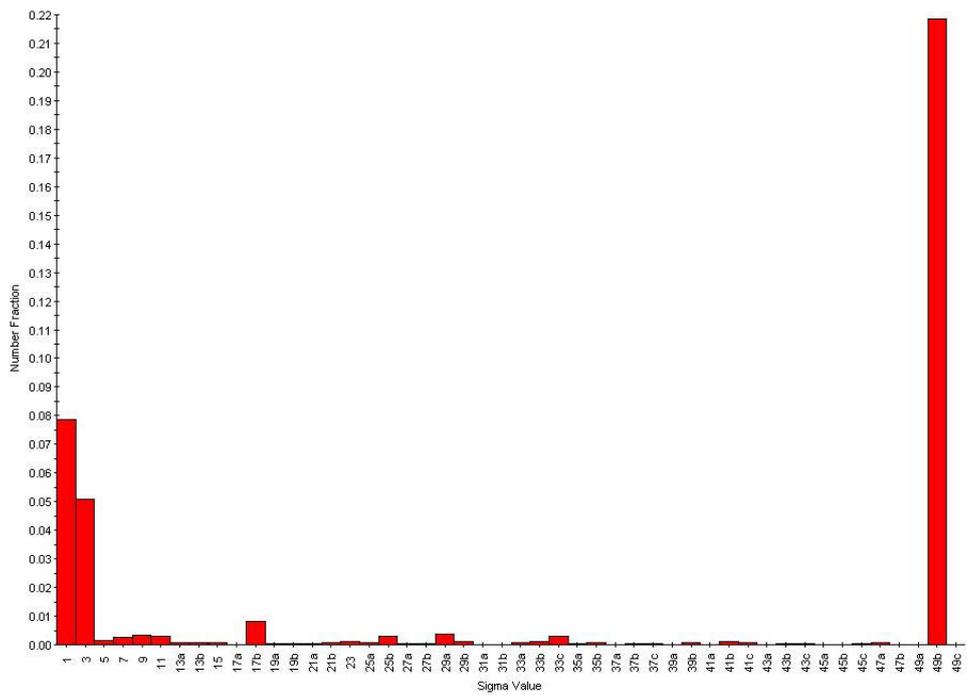


Figure III.83. Réseaux de sites de coïncidence dans le métal fondu de la soudure réalisée en 1 passe, a) ferrite b) austénite.



(a)

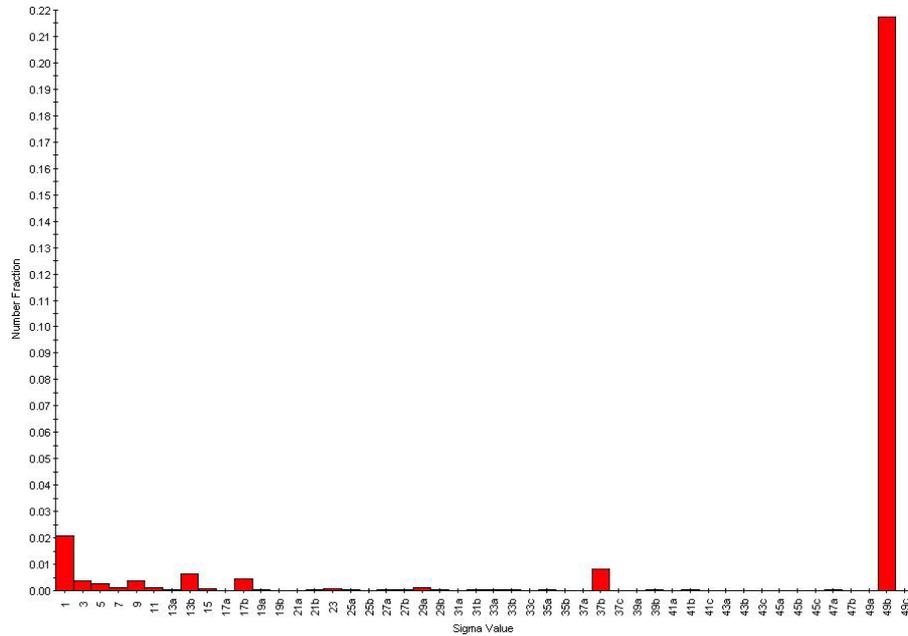


(b)

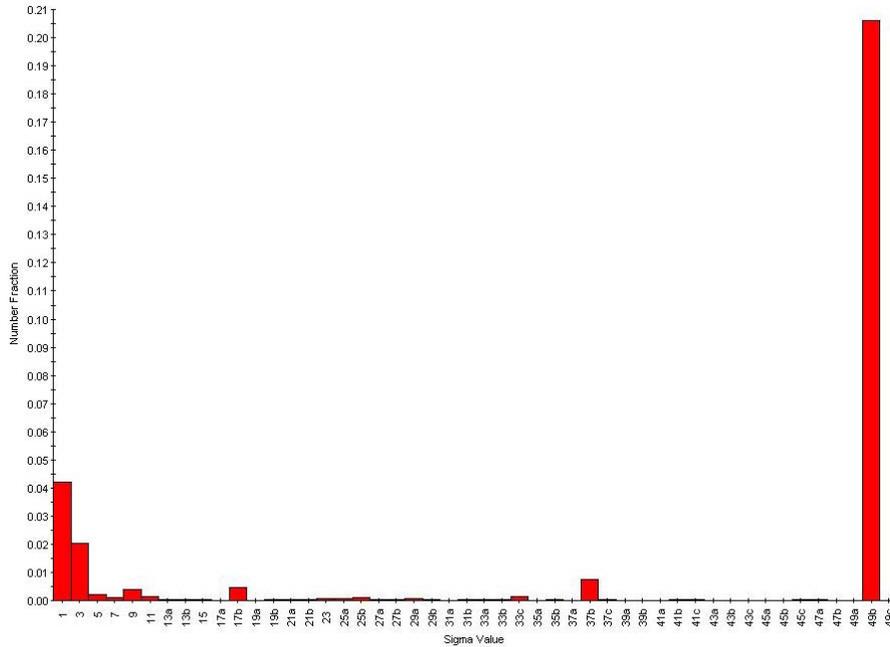
Figure III.84. Réseaux de sites de coïncidence dans le métal fondu de la soudure réalisée en 3 passes, a) ferrite b) austénite.

A l'état brut de soudage (figures III.83, III.84), les deux phases sont caractérisées par la dominance des joints quelconques $\Sigma 49b$, la fraction des joints spéciaux est très faible, voire négligeable. Ces résultats sont obtenus aussi bien dans la soudure réalisée en une passe que dans celle réalisée en trois passes. Le traitement d'hypertrempe effectué à 1050 °C a maintenu cet état (figure III. 85), cependant l'augmentation de la température d'hypertrempe à 1250 °C

modifie la texture des joints de grains. L'apparition de joints spéciaux, dont les plus importants sont $\Sigma 1$, $\Sigma 13b$, $\Sigma 17b$ et $\Sigma 29a$, se traduit par l'augmentation de leur fraction au détriment de celle des joints quelconques qui diminue sensiblement (figure III.86).

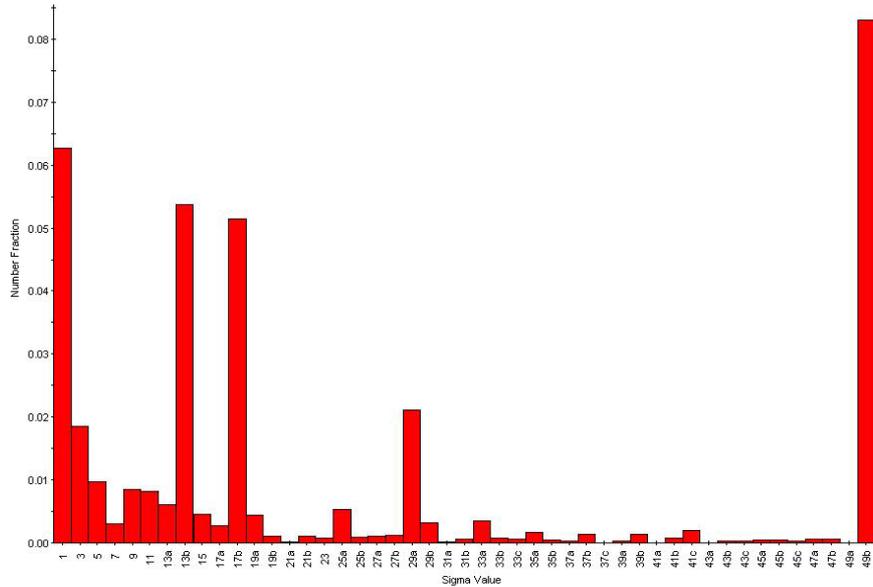


(a)

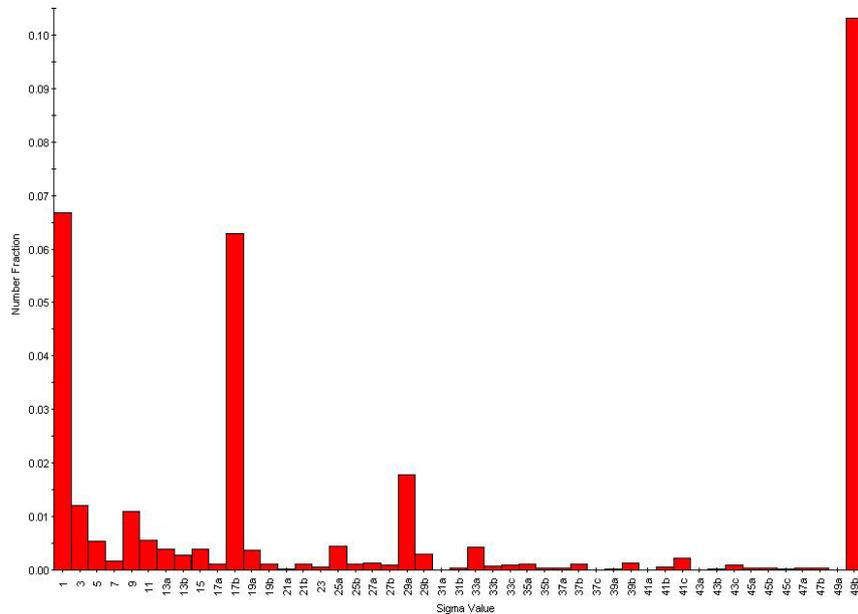


(b)

Figure III.85. Réseaux de sites de coïncidence dans le métal fondu après traitement thermique d'hypertrempe à 1050 °C a) ferrite, b) austénite.



(a)



(b)

Figure III.86. Réseaux de sites de coïncidence dans le métal fondu après traitement thermique d'hypertrempe à 1250 °C a) ferrite, b) austénite.

Discussion

La présence des joints de type $\Sigma 1$ dans les matériaux recristallisés est généralement associée aux joints de faibles désorientations [110, 167]. Ces derniers, présents dans la ferrite avec d'importantes proportions (figure III.66.a), sont à l'origine de la présence de la fraction élevée des joints $\Sigma 1$ dans la ferrite du métal de base. Comme l'augmentation de la température d'hypertrempe favorise la recristallisation de la ferrite et l'élimination d'un nombre considérable de joints de faible désorientation, ces deux paramètres, en plus de la croissance excessive des grains ferritiques, sont donc responsables de la diminution de la

fraction surfacique des joints de type $\Sigma 1$ et de l'augmentation de celle des joints quelconques lors de l'élévation de la température d'hypertrempe à 1250°.

Les fractions surfaciques élevées des joints $\Sigma 3$ dans l'austénite est liée au phénomène de maclage qui se produit dans cette phase. La formation des macles de recuit renforce d'une part l'existence des joints de type $\Sigma 3$ et modifie d'autre part les désorientations locales entre les joints de grains de la région. La densité de macle atteint son maximum au premier stade de la croissance des grains lorsque les vitesses de migration des joints sont les plus grandes. Ce phénomène de maclage peut se répéter plusieurs fois au cours du recuit donnant lieu au maclage multiple qui est un facteur favorisant les joints de type $\Sigma 3$. Ainsi s'explique la forte proportion de ces joints obtenue dans le métal de base suite au recuit à 1250 °C. Dans le cas d'une forte croissance des grains (cas de la ZAT dans la figure III.68), la densité de macle diminue avec l'augmentation de la taille des grains à cause de l'élimination des macles par interaction de celles-ci avec les autres joints de grains. Dans ce cas on obtient des fractions de joints $\Sigma 3$ moins importantes. Ces joints qui correspondent à une rotation de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ ont été observés dans plusieurs types de matériaux à faible et moyenne énergie de défaut d'empilement [97, 109, 110, 111, 116].

Parmi les joints autres que $\Sigma 3^n$ observés dans l'austénite, on note la présence de joints $\Sigma 11$ en faible proportion ; ceux-ci sont en général peu observés dans les matériaux c.f.c. La présence de ces joints s'explique par le fait que leur formation nécessite de faibles énergies (cas des bicristaux) ce qui n'est pas le cas des polycristaux où les contraintes qui empêchent la rotation des grains lors des traitements de recuit sont importantes.

L'absence des joints de coïncidence dans les deux phases du métal fondu peut être liée à la conjugaison de plusieurs paramètres reliant la morphologie des grains et leur taille, leur énergie libre et la présence ou non d'atomes de soluté. Nous avons vu précédemment qu'une microstructure hétérogène est obtenue dans le cordon de soudure par de courts maintiens à des températures très élevées. Ceci entraîne la diminution de l'énergie d'activation nécessaire pour la croissance des grains ; les joints spéciaux (dont la formation nécessite plus d'énergie) sont donc éliminés par les joints quelconques dont la mobilité est plus aisée.

En ce qui concerne l'effet de l'augmentation de la température d'hypertrempe, nous avons vu précédemment qu'un traitement d'hypertrempe à 1250 °C entraîne un fort grossissement des grains et une dispersion de la relation d'orientation cristallographique dans le métal fondu. Ces deux paramètres peuvent être l'origine de l'apparition des joints spéciaux lors des traitements thermiques à 1250 °C.

Conclusion générale

Le travail présenté dans cette thèse traite, sous différents aspects, les textures et les microstructures développées dans les soudures de l'acier inoxydable duplex 2205 traitées thermiquement. Dans ce cadre, plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées pour atteindre les objectifs visés. L'analyse des résultats expérimentaux permet de faire certains commentaires dont les principaux sont énoncés ci après.

La microstructure et l'équilibre de phase δ/γ change de manière significative lors du soudage TIG de l'acier inoxydable duplex 2205. Dans la zone de surchauffe (partie de la ZAT adjacente à la ligne de fusion), la microstructure de l'acier est portée jusqu'au domaine ferritique monophasé lors du chauffage par le cycle thermique du soudage. En raison du refroidissement rapide, une grande partie de cette ferrite persiste à température ambiante. La microstructure résultante est donc caractérisée par de fortes teneurs en ferrite. La reformation de l'austénite dans cette zone se fait par germination hétérogène lors du refroidissement. Dans la zone de recuit partiel, la microstructure est sujette à des phénomènes de recristallisation et de croissance des grains. L'équilibre de phase δ/γ dans cette zone est moins perturbé que celui dans la zone de surchauffe.

Dans la zone fondue, la structure de solidification résulte du mode de solidification ferritique ; elle est constituée de gros grains de ferrite δ dans lesquels précipite l'austénite sous différentes morphologies. La microstructure finale et le rapport de phase δ/γ dans cette zone varient d'une passe de soudage à une autre et sont principalement contrôlés par le phénomène de régénération structurale.

La transformation $\delta \rightarrow \gamma$ consécutive à cette solidification s'amorce par un mécanisme de germination et croissance. La morphologie de l'austénite dépend de la vitesse de refroidissement. Les grains d'austénite tendent plus vers la forme aciculaire lorsque la vitesse de refroidissement est faible.

Les traitements thermiques effectués dans le domaine de température 800-1000°C provoquent des transformations de phase complexes. Ces transformations se caractérisent par la précipitation hétérogène de la phase σ et des carbures de chrome de types $M_{23}C_6$ dans les interfaces δ/γ qui sont considérées comme des sites privilégiés de germination. On constate

que la quantité de phase σ entame une décroissance dès que la température de recuit passe le cap des 850 °C, température à laquelle la fraction maximale de cette phase est enregistrée.

La précipitation de la phase σ est principalement contrôlée par le taux de ferrite et la taille des grains de cette phase. L'élévation de la température d'hypertrempe de 1050 à 1250°C favorise la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ et entraîne la dilution des éléments Cr et Mo dans la ferrite. Ceci retarde la précipitation de la phase σ et favorise la précipitation de l'austénite secondaire lors des recuits isothermes.

L'application d'un modèle de cinétique de transformation isotherme montre que la précipitation de la phase σ suit le modèle modifié de Johnson Mehl Avrami. Une meilleure corrélation entre les résultats expérimentaux et la droite théorique du modèle dans les différentes zones de la soudure est obtenue pour une valeur du coefficient d'empêchement $c = 0.3$

L'hétérogénéité de température due à l'apport ponctuel de chaleur provoque un gradient microstructural hétérogène le long du cordon de soudure qui affecte négativement les propriétés mécaniques de ce dernier. Un traitement thermique d'hypertrempe est nécessaire pour éliminer les ségrégations chimiques dues à la solidification et restaurer l'équilibre de phase δ/γ . L'estimation du taux de ferrite par des méthodes de métallographie quantitative a montré qu'une hypertrempe à 1050°C pendant 1h permet d'atteindre cet objectif. Ce traitement a permis d'obtenir des propriétés mécaniques dans la ZAT et le métal fondu (dureté, ductilité et en traction) similaires à celles du métal de base sans qu'il affecte les propriétés de ce dernier. L'augmentation du taux de ferrite, dû à la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ dans le domaine de température 1050-1250°C agit de manière défavorable sur les propriétés mécaniques.

L'étude de l'évolution de la texture a été faite dans les différentes zones du cordon de soudure. Lorsqu'on étudie les textures de transformation de phase, la relation d'orientation est une des premières inconnues que l'on détermine ; dans le cas des aciers en général, les différents résultats de la littérature convergent pour dire que la relation d'orientation existant entre l'austénite et la ferrite est très proche des relations de K-S et de N-W, sans correspondre exactement à l'une ou à l'autre. L'analyse de la texture du métal de base par EBSD a montré qu'il n'y a pas de relation d'orientation marquée entre l'austénite et la ferrite. Les composantes de texture obtenues présentent des similitudes avec les textures de déformation et de recristallisation observées dans les aciers inoxydables austénitiques et ferritiques monophasés. Deux types de textures sont présentes dans le métal de base de l'acier étudié:

une texture de laminage, caractérisée par la présence des composantes cuivre et laiton et une texture de recristallisation, caractérisée par la présence de la composante cube. Dans la ZAT, la texture n'a pas été modifiée même dans le cas du soudage multipasse. Cet état de texture est resté quasiment stable même après les traitements d'hypertrempe ; cependant des changements dans les intensités de quelques composantes sont enregistrés, ils sont dus à la morphologie des grains qui change de manière significative avec la température de traitement

Et enfin, on a pu identifier la relation d'orientation exacte, entre l'austénite et la ferrite δ dans le métal fondu, liée à la composition chimique et aux conditions de solidification. Cette relation est définie par une rotation de $44,2^\circ$ autour d'un axe $\langle 0.16, 0.16, 0.97 \rangle$ et est très proche des relations de KS et NW puisqu'elle ne présente que de faibles déviations de celles-ci (1.4° de KS et 4.9° de NW).

Bibliographie

- [1] R. N. GUNN. Duplex Stainless Steels. 2000
- [2] P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER. Les aciers inoxydables.1990
- [3] M. Colombié. "Aciers inoxydables", Techniques de l'Ingénieur, M320, 1991
- [4] J. C. Lippold, D.J. Kotecki. Welding metallurgy of stainless steel.
- [5] ASM metals Hand book, 8th edition, vol. 8, ASM international, Materials Park, OH, P. 291
- [6] D. Peckner, I. M. Bernstein. Handbook of stainless steels, McGraw-Hill, New York.
- [7] R. Castro, R. Tricot. Etude des transformations isothermes dans les aciers inoxydables semi ferritique à 17 % de chrome. La revue de métallurgie, Part 1, 59:571-586 ; Part 2, 59:587-596 1962
- [8] J. Charles, The duplex stainless steels : materials to meet your needs, Duplex Stainless Steels'91, 1991, pp. 3-49.
- [9] J. Charles. Composition and properties of duplex stainless steel. Welding in the world, 36 (1995) 43-54
- [10] S. L. F. GARFIAS-MESIAS, J. M. SYKES, C. D. S. TUCK. The Effect of Phase Compositions on the Pitting Corrosion of 25Cr Duplex Stainless Steel in Chloride Solution. Corrosion Science, Vol.38, No.8, 1996.
- [11] V. Aubin. Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel. Thèse de Doctorat, Ecole centrale de Lille. 2001
- [12] V. Calonne. Propagation des fissures par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés : Influence de la microstructure. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [13] L. Duprez, B. C. De Cooman, N. Akdut, Hot deformation behaviour of duplex stainless steel, Duplex 2000, 2000, pp. 133-141.
- [14] S. Atamert, J. E. King. Elemental partitioning and microstructural development in duplex stainless steel weld metal. Acta metal mater, 39 3 (1991) 273-285.
- [15] T. H. Chen, J. R. Yang. Effects of solution treatments and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. Mater. Sci. Eng. A311 (2001) 28-41.
- [16] J. K. L. Lai, K. W. Wong, D. J. Li. Effect of solution treatment on the transformation behaviour of cold rolled duplex stainless steels. Mater. Sci. Eng. A203 (1995) 356-364.
- [17] K. H. Lo, J. K. L. Lai, C. H. Shek, D. J. Li. Effect of pre-treatment on the ac magnetic susceptibility and ageing behaviour of duplex stainless steels. Mater. Sci. Eng. A 452 453 (2007) 78-86.
- [18] M. Pohl, O. Storz, T. Glogowski. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. Mater Charact 58 (2007) 65-71.

- [19] K. M. Lee, H. S. Cho, D. C. Choi. Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth of austenite. *J. of alloys and compounds*, 285 (1999) 156-161.
- [20] I. Zucato, M. C. Moreira, I. F. Machado, S. M. G. Lebrao. Microstructural characterization and the effect of phase transformations on toughness of the UNS 31803 duplex stainless steel aged treated at 850 °C. *Mat. Res*, 5 3 (2002) 385-389.
- [21] J. Michalska, M. Sozanska. Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phase in 2205 duplex stainless steel. *Mater. Charact.* 56 (2006) 355-362.
- [22] S. Atamert, J. E. King. σ phase formation and its prevention in duplex stainless steels. *Journal of Materials Science Letters*, 1993. 12(14) 1144-1147.
- [23] L. Karlsson, L. Ryen, and S. Pak. Precipitation of intermetallic phases in 22% Cr duplex stainless steel weld metals. *Welding Journal*. 74, 1 (1995) 28s-40s.
- [24] Y. S. Sato, H. Kokawa. Preferential precipitation of sigma phase in duplex stainless steel weld metal. *Scripta Mater*, 40 6 (1999) 659- 663.
- [25] A. Gregori, J. O. Nilson. Decomposition of ferrite in commercial super duplex stainless steel weld metals; Microstructural transformation above 700°C". *Metall Mater Trans*, 33A, (2002) 1009-1018.
- [26] Nakade K. Sigma phase precipitation and its influence on hydrogen induced cracking of duplex stainless steel base metal and weld metal. *Welding in the world*, 49 9/10 (2003) 9-20.
- [27] I. F. MACHADO, A. F. PADILHA. Aging Behaviour of 25Cr-17Mn High Nitrogen Duplex Stainless Steel. *ISIJ International*, Vol.40, No.7. 2000.
- [28] C. F. Willis, R. Gronsky, T. M. Devine. Carbide precipitation in welds of two phase austenitic ferritic stainless steel
- [29] A. J. Ramirez J. C. Lippold, S. D. Brandi. The Relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels
- [30] J.O. Nilsson, P. Jonsson, and A. Wilson: *Duplex Stainless Steels '94*, Proc. Conf., TWI, Glasgow, England, 1994, paper No. 39.
- [31] J. C. Le Roux. Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé vieilli. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 1999
- [32] A. Desestret, J. Charles, *Aciers inoxydables austéno-ferritiques*, Les aciers inoxydables, Editions de physique, p. 631-677, 1990
- [33] A. N. Kolgomorov. *Izv. Akad. Nauk. SSSR, Ser. Fiz.* 3, 355 (1937).
- [34] A. M Johnson, R. F. Mehl, Reaction kinetics in processes of nucleation and growth, *Trans. Am. Inst. Min. Engrs.* 135 (1939) 416
- [35] M. Avrami, Kinetics of phase change I, *J. Chem. Phys.* 7 (1939) 1103

- [36] M. Avrami. Kinetics of phase change. II. Transformation-time relations for random distribution of nuclei. *J. Chem. Phys.* 8, (1940) 212-224.
- [37] M. Avrami. Kinetics of phase change III. Granulation, phase change and microstructure. *J. Chem. Phys.* 9, (1941) 177-184.
- [38] M. Bouabdallah. Microstructure et propriétés aux interfaces métalliques. E.N.P.Alger
- [39] F. Prima. Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane β -métastable. Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Rennes, 2000.
- [40] J. Farjas, P. Roura. Modification of the Kolmogorov–Johnson–Mehl–Avrami rate equation for non-isothermal experiments and its analytical solution. *Acta Materialia* 54 (2006) 5573–5579.
- [41] F. Liu, G. Yang, effect of anisotropic growth on the deviations from Johnson-Mehl-Avrami kinetics. *Acta Materialia* 55 (2007) 1629–1639.
- [42] J. Vazquez, R. G. Palma, P. L. Alemany, P. Villares, R. J. Garay. Impingement effect on the glass–crystal transformation kinetics by using DSC under non-isothermal regime. Application to the crystallization of the several semiconducting alloys of the Sb-As-Se and Ge–Sb–Se glassy systems. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 66 (2005) 1264-1273
- [43] G. Ghosh, M. Chandrasekaran, L. Delaey, Isothermal crystallisation kinetics of Ni₂₄Zr₇₆ and Ni₂₄(Zr-X)₇₆ amorphous alloys, *Acta Metall.* 39 (1991) 925.
- [44] M. P. Shepilov and D. S. Baik Computer simulation of crystallization kinetics for the model with simultaneous nucleation of randomly oriented ellipsoidal crystals. *J. Non-Cryst. Solids* 171 (1994) 141-156.
- [45] J. C. Holzer, K. F. Kelton, Kinetics of the amorphous to icosahedral phase transformation in Al-Cu-V alloys, *Acta Metall.* 39 (1991) 1833.
- [46] K. F. Kelton, F. Speapen. A study of the devitrification of Pd₈₂Si₁₈ over a wide temperature range. *Acta Metall.* 33 (1985) 455.
- [47] M. C. Weinberg, D. P. Birniell, and V. A. Shneidman. Crystallization kinetics and the JMAK equation. *J. Non-Cryst. Solids*, 219 (1997) 89-99.
- [48] M. C. Weinberg. Avrami exponents for transformations and producing anisotropic particles, *J. Non-Cryst. Solids* 202 (1996) 290.
- [49] E. S. Lee, Y. G. Kim. A transformation kinetic model and its application to Cu-Zn-Al shape memory alloys. I- Isothermal conditions. *Acta metall mater.* 38 (9) (1990) 1669- 1676.
- [50] J. B. Austin, R. L. Ricket. Kinetics of the decomposition of austenite at elevated temperatures. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs.* 135 (1939) 396.
- [51] B. S. Lement and Morris Cohen. A dislocation-attraction model for the first stage of tempering. *Acta metallurgica*, volume 4, issue5, 1956, 469-476.

- [52] B. Chassignole. Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons. Thèse de doctorat, INSA Lyon 2000.
- [53] W. F. Savage. Solidification, ségrégation et imperfections des soudures. Soudage et techniques connexes, vol 34, n°11-12 (1980), pp .388-403.
- [54] C. J. Long, W.T. DeLong, The ferrite content of austenitic stainless steel weld metal. Welding journal, 52 (1973) 281-287
- [55] H. GRANJON. Bases Métallurgiques du soudage.
- [56] S. Kou. Welding metallurgy, second edition. Wiley interscience 2003.
- [57] A. Hunter and M. Ferry. Texture enhancement by inoculation during casting of ferritic stainless steel strip. Metallurgical and materials transactions,33A, (2002) 1499-1507
- [58] A. Hunter and M. Ferry. Evolution of microstructure and texture during casting of AISI 304 stainless steel strip. Metallurgical and materials transactions, 33A, (2002) 3747-3757
- [59] G. Bouche, J.L. Bechade, M.H. Mathon, L. Allais, A.F. Gourgues, L. Naze. Texture of welded joints of 316L stainless steel, multi-scale orientation analysis of a weld metal deposit. Journal of Nuclear Materials 277 (2000) 91-98
- [60] X. H. Hung, S. W. Jang, W. H. Bang, U. S. Yoon, K. Hwan. Texture evolution in weld regions of SUS 304 stainless steel and TRIP steel. Materials Science Forum Vols. 408-412 (2002) pp. 1377-1382
- [61] G. J. Davies and J. G. Garland, Solidification structures and properties of fusion welds International Metallurgical Reviews, 20, (1975), 83-105
- [62] S.A. David, J.M. Vitek, Correlation between solidification parameters and weld microstructures, International Materials Reviews. 34 (1989) 213-245
- [63] K. E. Easterling Solidification microstructure of fusion welds. Materials Science and engineering. 65, 1 (1984) 191-198
- [64] T.A. Palmer, J. W. Elmer and J. Wong. In situ observations of ferrite –austenite transformations in duplex stainless steel weldments using synchrotron radiation. Sci. and techol. of welding and joining. 7 3 (2002) 159-171.
- [65] T.A. Palmer, J.W. Elmer, S.S. Babu. Observations of ferrite/austenite transformations in the heat affected zone of 2205 duplex stainless steel spot welds using time resolved X-ray diffraction. Materials Science and Engineering. A 374 (2004) 307–321.
- [66] I. Varol, J. C. Lippold, W. A. Baeslack. Microstructure/property relationships in simulated heat affected zones in duplex stainless steels. Recent trends in welding science and technology. ASM International, Materials Park, OH, pp 757-762. 1990.
- [67] J. C. Lippold, I. Varol, W. A. Baeslack. The influence of composition and microstructure on the HAZ toughness of duplex stainless steel at -20 °C, Welding Journal, 73 4 (1994)

- 75s-79s
- [68] A. Redjaimia, G. Metauer, M. Gantois. Decomposition of delta ferrite in a Fe-22Cr-5Ni-3Mo-0.03C Duplex stainless steel. A morphological and structural study, Duplex Stainless Steels' 91, Beaune, France, 1 (1991) 119-126.
- [69] T. H. Chen, J. R. Yang. Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel, Materials Science Engineering. A 338 (2002) 166-181.
- [70] S. Atamert, J. E. King. Intragranular nucleation of austenite. Zeitschrift fur Metallkunde, 82 (1991) 230-239.
- [71] S. Hertzman, P. J. Ferreira, B. Brolund. An experimental and theoretical study of heat-affected zone austenite reformation in three duplex stainless steels, Metallurgical and Materials Transactions. A, 28A (1997) 277-285.
- [72] V. Muthupandi, P. Bala Srinivasan, V. Shankar, S. K. Seshadri, S. Sundaresan. Effect of nickel and nitrogen addition on the microstructure and mechanical properties of power beam processed duplex stainless steel (UNS 31803) weld metals. Materials Letters. 59 (2005) 2305-2309.
- [73] S. Hertzman. The influence of nitrogen on microstructure and properties of highly alloyed stainless steel welds. ISIJ International. 41 (2001) 580-589.
- [74] S. Atamert, J. E. King. Super duplex stainless steels. Part 1. Heat affected zone microstructures, Mater. Sci. Technol, 8 (1992) 896-911.
- [75] H. Sieurin, R. Sandstrom. Austenite reformation in the HAZ of duplex stainless steel 2205. Materials Science Engineering. A 418 (2006) 250-256.
- [76] F. J. Humphreys, M. Hetherly. Recrystallization and related annealing phenomena. 2nd edition. Pergamon Publisher. 2004.
- [77] V. Randle, O. Engler. Introduction to texture analysis; macrotexture, microtexture and orientation mapping. Gordon and Breach science publishers 2000
- [78] C. Cabus. Etude et modélisation des textures de transformations de phases dans les aciers destinés à l'emboutissage. Thèse de doctorat, Université Paris 13, 2005.
- [79] P. Coulomb. Les textures dans les métaux de réseaux cubiques. Dunod 1972
- [80] W. G. Burgers, T. J. Tiedema, Notes on the theory of annealing textures: Comments on a paper by P. A. Beck with the same title. Acta Metallurgica, 1 2 (1953) 234-238.
- [81] P. A. Beck, Notes on the theory of annealing textures. Acta Metallurgica, 1 2 (1953) 230- 234.
- [82] S. R. Goodman, H. Hu. Texture transition in austenitic stainless steel. Transactions of the Metal Society, AIME, 230 (1964), 1413-1419.
- [83] V. I. Yushkov, R. A. Adamescu, Ye. S. Machenev, T. M. Gapeka, P. N. Geld. The

- developments in texture un stainless steel. *Materials Science and Engineering*. 64 (1984) 157-169.
- [84] M. J. Dickson, D. Green. The cold-rolling and primary-recrystallisation textures of 18% chromium steels containing 10%, 12% and 14 % Nickel. *Materials Science and Engineering*. 4 (1969) 304-312.
- [85] C. Donadille, R. Valle, P. Dervin, and R. Penelle. Development of texture and microstructure during cold-rolling and annealing of F.C.C. alloys: Example of an austenitic stainless steel. *Acta metal*, Volume 37, Issue 6, June 1989, Pages 1547-1571
- [86] C. D. Singh, V. Rmaswamy and C. Suryanarayana. Texture evolution in a hot rolled austenitic stainless steel. *Textures and Microstructures*, 1991, Vol.13, pp.227-241.
- [87] S. G. Chowdhury, S. Das, P. K. De. Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel. *Acta materialia*. 53 (2005) 3951-3959.
- [88] B. R. Kumar, A. K. Singh, S. Das, D. K. Bhattacharya. Cold rolling texture in AISI 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering A364* (2004) 132-139.
- [89] D. B. Lewis, F. B. Pickering. Development of recrystallization textures in ferritic stainless steels and their relationship to formability. *Metals Technology*, 10(7) (1983) 264-273
- [90] D. Raabe and K. Lucke. Annealing textures of BCC metals *Scripta Metallurgica et Materialia*. Volume 27, Issue 11, 1 December 1992, Pages 1533-1538.
- [91] D. Raabe and M. Ylitalo. Experimental investigation of the transformation texture in hot rolled ferritic stainless steel using single orientation determination. *Metallurgical and Materials Transactions*. Vol. 27A, January 1996. pp 49-57.
- [92] C.W. Sinclair, J. D. Mithieu, J.H. Schmitt, Y. Bréchet. Recrystallization of stabilized ferritic stainless steel sheet. *Metallurgical and Materials Transactions*, 36A (2005) 3205-3215.
- [93] D. Raabe, K. Lucke. Textures of ferritic stainless steels. *Materials science and technology*. vol. 9, n°4, 1993, pp 302-312.
- [94] W. B. Hutchinson, K. Ushioda, G. Runnsjö. Anisotropy of tensile behaviour in a duplex stainless steel sheet. *Mater Sci Tech* 1 (1985), pp. 728–731
- [95] N. Akdut, J. B. Foc. Phase boundaries and deformation in high nitrogen duplex stainless steel, I. Rolling texture development. *Scripta metallurgica et materialia*, 32, 1 (1995) 103-108
- [96] N. Akdut, J. B. Foc. Phase boundaries and deformation in high nitrogen duplex stainless steel, II. Analysis of deformation by texture measurements in X2 CrNiMo 22 5 (1.4462). *Scripta metallurgica et materialia*, 32, 1 (1995) 109-114.
- [97] A. Ul-Haq, H. Weiland, H. J. Bunge. Textures and microstructures in duplex stainless steel. *Mater Sci Tech* 10 (1994) pp. 289–298
- [98] A.F. Padilha, V. Machado, I. F. Randle. Microstructure and microtexture changes during solution nitriding to produce austenitic case on ferritic–austenitic duplex stainless steel. *Mater Sci Tech* 15 9 (1999), 1015–1018.

- [99] P Cizek, B. P. Wynne, W. M. Rainforth. EBSD investigation of the microstructure and texture characteristics of the hot deformed duplex stainless steel. *Journal of microscopy*, 222, 2 (2006) 85-96.
- [100] E. C Bain, N. Y Dunkirk. The nature of martensite. *Trans. AIME* 70 (1924), 25–46.
- [101] G. Kurdjumow, G. Sachs. Über den Mechanismus der Stahlhärtung. *Z Phys* 64 (1930) 325–343.
- [102] Z. Nishiyama. X-ray investigation of the mechanism of the transformation from face-centred cubic lattice to body-centred cubic. *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ.* 23 (1934/1935) 637.
- [103] G. Wasserman. *Arch Eisenhüttenwes* 16 (1933) 647.
- [104] A. B. Greninger, A. R. Troiano. The mechanism of martensite formation. *Metals transactions*, 185 (2002) 5-15
- [105] W. Pitsch. *Philosophical Magazine*. 4 (1959) 577-584
- [106] T. J. Headley, J. A. Brooks. A new bcc-fcc orientation relationship observed between Ferrite and Austenite in Solidification structures of steels. *Metallurgical and materials transactions*, 33A (2002) 5-15.
- [107] L. Priester. *Les joints de grains de la théorie à l'ingénierie*. EDP Sciences 2006.
- [108] V. Y. Gertsman, O. V. Mishin, K. Tangri. The study of grain orientation distributions and grain boundary misorientation distributions in 304 and 316L stainless steels. *Interface science* 157-162(1993).
- [109] V. Y. Gertsman, K. Tangri, R. Z. Valiev. On the grain boundary statistics in metals and alloys susceptible to annealing twinning. *Acta metal. mater*, 42 (1994)1785-1804.
- [110] Y. Kaneno, T. Takasugi. Grain-Boundary character distribution in recrystallized L1₂ ordered intermetallic alloys. *Metallurgical and materials transactions*, 34A (2003) 2429-2439.
- [111] C. B. Thomson, V. Randle. Fine tuning at boundaries in nickel. *Acta mater*. 45 (1997) 4909-4916.
- [112] M. Michiuchi, H. Kokawa, Z. J Wang, Y. S. Sato, K. Sakai. Twin-induced grain boundary engineering for 316 austenitic stainless steel. *Acta Materilia* 54 (2006)5179-5184.
- [113] D. G. Brandon. The structure of high-angle grain boundaries. *Acta Metallurgica*, Volume 14, Issue 11, November 1966, Pages 1479-1484
- [114] F. Delabrouille. Caractérisation par MET de fissures de corrosion sous contrainte d'alliages à base de nickel. Thèse de doctorat. École polytechnique fédérale de Lausanne. 2004
- [115] S. Ranganathan. On the geometry of coincidence-site lattices. *Acta Crystallographica*, 21 (1966) 197-199.
- [116] B. Ravi Kumar, S. K. Das, B. Mahato, A. Das, S. Ghosh Chowdhury. Effect of large strains on grain boundary character distribution in AISI 304L austenitic stainless steel. *Materials Science and engineering*. A454-455 (2007)239-244.

- [117] L. Van Nassau, H. Meelker, J. Hilkes. Le soudage des aciers inoxydables superduplex. *Souder*, n° 4 (1994) 3551
- [118] B. Belkessa, Influence des traitements thermiques de haute température sur le comportement structural et mécanique des soudures en acier duplex 2205. Mémoire de Magistère, université de Blida 2005
- [119] G. Rouilly. Influence de la nature et de la qualité de la protection envers sur la sensibilité à la corrosion en soudage TIG des aciers inoxydables. *Soudage et techniques connexes*, (2000), 3 -9
- [120] N. Perry. Etude et développement des flux solides en vue d'application en soudage ATIG appliqué au titane et ses alliages ainsi qu'aux aciers inoxydables. Thèse de doctorat. Université de Nante, 2000.
- [121] C. Ferdinand. Mise en œuvre et caractérisation d'assemblages soudés par procédé TIG et Laser de tôles d'alliages de titane réfractaire. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005.
- [122] Norme AFNOR. Soudage et Techniques Connexes. Qualification de procédures de soudage, (1994).
- [123] H. K. Lo, J. K. L. Lai, C. H. Shek, D. J. Li. Effect of pre-treatment on the ac magnetic susceptibility and ageing behaviour of duplex stainless steels. *Mater. Sci. Eng. A* 452–453 (2007) 78-86
- [124] C. H. Shek, K. W. Wong, J. K. L. Lai. Review of temperature indicators and the use of duplex stainless steels for life assessment. *Mater. Sci. Eng. R19* (1996) 153-200
- [125] G. Sasikala, S. K. Ray, S. L. Mannan. Kinetics of transformation of delta ferrite during creep in a type 316(N) stainless steel weld metal. *Mater. Sci. Eng. A359* (2003) 86-90
- [126] T.P.S. Gill, V. Shankar, M. Vijayalakshmi, P. Rodriguez. *Scripta Metall. Mater.* 27 (3) (1992) 313-318
- [127] J. Barcik. The kinetics of σ phase precipitation in AISI 310 and 316 stainless steels. *Metall. Trans.* 14A (1983) 635-641
- [128] T. P. S. Gill, V. Shankar, M. J. Pujar, P. Rodriguez. Effect of composition on the transformation of δ ferrite to σ in type 316 stainless steel weld metals. *Scripta Metall. Mater.* 32 (10) (1995) 1595-1560
- [129] V. S. Raghunathan. The influence of post weld heat treatments on the structure, composition and the amount of ferrite in type 316 stainless steel welds. *Metall Trans*, 10A (1979) 1683-1689
- [130] R. Kaçar. Effect of solidification mode and morphology of microstructure on the hydrogen content of duplex stainless steel weld metal. *Materials and design.* 25 (2004) 1-9.

- [131] J.D Kordatos, G. Foularis and G. Papadimitriou, The effect of cooling rate on the mechanical and corrosion properties of SAF 2205 duplex stainless steel welds. *Scripta materialia*, 44 (2001) 401-408
- [132] S. Atamert, J. E. King. Elemental partitioning and microstructural development in duplex stainless steel weld metal. *Acta metal mater*, 39 3 (1991) 273-285.
- [133] T.H. Chen, J. R. Yang. Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen containing 2205 duplex stainless steel. *Mater. Sci. Eng. A338* (2002) 166-181.
- [134] K. H. Hwang, C. M. Wan, J.G. Byrne. Phase transformation in a duplex Fe-Mn-Al-C alloy. *Mater. Sci. Eng. A* 132 (1991) 161-169.
- [135] D.E Nelson, W.A Baeslack, J.C Lippold. Characterization of the weld structure in a duplex stainless steel using color metallography. *Mater Charact*, 39 (1997) 467-477.
- [136] R. Badji, M.Bouabdallah, B. Bacroix, C. Kahloun, B. Belkessa, H. Maza. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds, *Mater Charact*.
- [137] W. Zhang, T. Debroy, T. A. Palmer and J. W. Elmer. Modelling of ferrite formation in a duplex stainless steel weld considering non uniform starting microstructure. *Acta mater*. 53 (2005) 4441-4453.
- [138] Y. H. Park, Z. H. Lee. The effect of nitrogen and heat treatment on the microstructure and tensile properties of 25Cr-7Ni-1.5Mo-3W-xN duplex stainless steel castings. *Mater. Sci. Eng. A297* (2001) 78-84.
- [139] M.B. Cortie, G. H. Potgieter. The effect of temperature and nitrogen content on the partitioning of alloy elements in duplex stainless. *Metall. Trans*, 22A, (1991) 2173-2180.
- [140] S.S.M. Tavares, V.F. Terra, J.M. Pardal, M.P. Cindra. Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steel UNS S31803. *Journal of materials science*. 40 (2005) 145-154.
- [141] H. Sieurin, R Sandstrom. Fracture toughness of a welded duplex stainless steel. *Engineering Fracture Mechanics* 73 (2006) 377-390.
- [142] T. H. Chen, K. L. Weng, J. R. Yang. The effect of high temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. *Mater. Sci. Eng. A338* (2002) 259-270.
- [143] A. J. Ramirez. Precipitation des phases intermétalliques et d'austénite secondaire dans les soudures multipasses d'aciers inoxydables duplex. Thèse de doctorat, Université de Sao Paulo, 2001
- [144] A. Bodin, J. Sietsma, and S. Van Der Zwaag. Texture and microstructure development intercritical rolling of low-carbon steels. *Metallurgical and Materials transactions*. Vol.33A, juin 2002, 1589-1603.

- [145] W. Reick, M. Pohl and A. F. Padilha. Recrystallization-transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic-austenitic duplex stainless steel. *ISIJ international*, Vol. 38 (1998), N° 6, pp. 567-571.
- [146] A. L. Etter, T. Baudin, M. H. Mathon, W. Swiatnicki, R. Penelle. Stored energy evolution in both phases of duplex steel as a function of cold rolling reduction. *Scripta Materialia* 54(2006) pp 683-688.
- [147] T. Baudin, C. Quesne, J. Jura, R. Penelle. Microstructural characterization in a hot-rolled two-phase steel. *Materials characterization* 47 (2001) 365-373.
- [148] L. S. Toth, A. Molinari, and D. Raabe. Modelling of rolling texture development in a ferritic chromium steel. *Metallurgical and Materials transactions*. Vol. 28A, November 1997, 2343-2351.
- [149] W. B. Hutchinson, Development of textures in recrystallization. *Metal. Science*. 8, 1974, 185-196.
- [150] G. Gottstein, R. Sebald. Modelling of recrystallization textures. *Journal of Materials Processing Technology* 117 (2001) 282-287.
- [151] B. J. Duggan M. Sindel, G. D. Kohlhoff and K. Lucke. Oriented nucleation, oriented growth and twinning in cube texture formation. *Acta metallurgica et materialia*. Vol. 38, N°1, 1990, pp. 103-111.
- [152] I. L. Dillamore, P. L. Morris, C.J.E. Smith, W. B. Hutchinson. *Proc. R. Soc*, 39A (1972) 405-412
- [153] J. Hirsch and K. Lucke. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline F.C.C. Metals. I Description of rolling texture development in homogeneous CuZn Alloys. *Acta Metallurgica*. Vol. 36, N° 11, 1988. 2863-2882,
- [154] I. L. Dillamore and W. T. Roberts. Rolling textures in F.C.C. and B.C.C. metals. *Acta Metallurgica*, Vol. 12, March 1964, 281-293.
- [155] R. E. Smallman and D. Green. The dependence of rolling texture on stacking fault energy. *Acta Metallurgica*, Vol. 12, 145-154, February 1964.
- [156] S. Vercammen, B. Blanpain, B. C. De Cooman, P. Wollants. Cold rolling behaviour of an austenitic Fe-3000Mn-3Al-3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning. *Acta Materialia* 52(2004) 2005-2012.
- [157] B. J. Duggan, W. B. Hutchinson and M. Hatherly. Recrystallization studies in 70:30 brass using a high voltage electron microscope. *Scripta Metallurgica*, Volume 12, Issue 3, March 1978, Pages 293-295.
- [158] B. R. Kumar, B. Mahato, N. R. Bandyopadhyay, D. K. Bhattacharya. Comparison of rolling texture in low and medium stacking fault energy austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering A394* (2005) 296-301.

- [159] J. Hirsh and K. Lucke. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline F.C.C. Metals. II. Simulation and interpretation of experiments on the basis of Taylor-type theories. *Acta Metallurgica*, Vol.36, N°11, 1988, pp 2883-2904.
- [160] O. Engler. Deformation and texture of copper–manganese alloys. *Acta mater.* 48 (2000) 4827–4840.
- [161] R. K. Ray. Rolling texture of pure nickel, nickel-iron and nickel cobalt alloys. *Acta metal. Mater.* Vol 43, N° 10, 1995, pp 3861-3872.
- [162] D. Raabe, K. Lucke. Texture and microstructure of hot rolled steel. *Scripta Metallurgica et Materialia* Vol.26, pp.1221-1226, 1992.
- [163] S. G. Chowdhury, S. Das, B. Ravikumar, and P. K. De. Twinning-Induced sluggish evolution of texture during recrystallization in AISI 316L stainless steel after cold rolling. *Metallurgical and Materials Transactions A*.Vol.37A, 2006, 2349-2359.
- [164] P. Cizek, B.P Wynne. A mechanism of ferrite softening in a duplex stainless steel deformed in hot torsion. *Materials Science and Engineering*. A230 (1997) 88-94.
- [165] E.Cotrina, A.Iza-Mendia,B.lopez and I.Gutierrez.Study of the ferrite grain coarsening behind the transformation front by electron backscattered diffraction techniques. *Metallurgical and materials transactions* 35A(2004)93-101.
- [166] E.Novillo, D.Hernandez, I.Gutierrez,B.Lopez.Analysis of ferrite grain growth mechanisms during transformation in a niobium alloyed steel using EBSD. *Materials Science and engineering A* 385(2004)82-90.
- [167] S. Y. Lee, Y. B Chun, J. W. Han, S. K. Hwang. Effect of thermomechanical processing on grain boundary characteristics in two-phase brass. *Materials Science and engineering A*363 (2003)307-325.
- [168] E. F. Monlevade and I. G. S Falleiros. Orientation relationships associated with austenite formation from Ferrite in a Coarse-Grained duplex stainless steel. *Metallurgical and materials Transactions*, 37A (2006) 939-949.
- [169] C. Cabus, H. Réglé, B. Bacroix. Orientation relationship between austenite and bainite in a multiphased steel. *Materials Characterization* 58 (2007)332-338.
- [170] V. Multhupandi P. Bala Srinivasan, S. K Seshadri, S. Sundaresan. Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds. *Mater. Sci. Eng.* A358 (2003) 9-16.
- [171] N. A. McPherson, Y. Li, T. N. Baker. Microstructure and properties of as welded duplex stainless steel. *Sci. and techol. of welding and joining*. 5 4 (2000) 235-244.

Textures Cristallographiques

A.1. Généralités

La texture cristallographique d'un métal ou d'un alliage (produite après solidification, déformation, ou développée au cours de la recristallisation) est constituée d'une ou plusieurs orientations, définies par les indices de Miller selon une famille de plans $\{hkl\}$ et une famille de directions $\langle uvw \rangle$. La représentation d'une texture est généralement donnée par l'orientation des cristallites par rapport à un référentiel connu. Dans le cas des matériaux déformés par laminage, les directions DL, DT, et DN constituent les axes de ce référentiel tel que :

- DL est la direction de laminage de la tôle
- DT, la direction transverse.
- DN, la direction normale au plan de laminage (DL, DT), voir figure A1

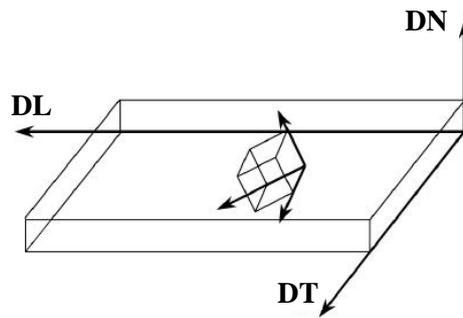


Figure A1 représentation schématique d'un repère macroscopique lié à une tôle laminée

Pour un matériau donné, une texture cristallographique peut être représentée par différentes méthodes :

A.2. Les figures de pôles :

Une figure de pôle $\{hkl\}$, est mesurée pour mettre en évidence l'anisotropie de répartition des orientations cristallographiques dans un matériau. Elle représente la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon de la distribution de densité de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon. Celles-ci sont données par l'ensemble des couples (χ, φ) , où χ et φ sont les angles repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport aux axes du référentiel échantillon : $\chi \in [0, 90^\circ]$, $\varphi \in [0, 360^\circ]$ (exemple de la figure A.2). Pour un élément cristallin de volume unité donné, on suppose qu'il existe un plan cristallographique $\{hkl\}$ passant par le centre d'une sphère imaginaire (Σ) ; la normale au plan diffractant (hkl) perce la demi sphère de référence en P1. Le point P2 intersection de SP1

avec le plan π est le pôle du plan réticulaire étudié. Si l'on recommence avec tous les éléments de volume du matériau, on obtient la figure de pôles $\{hkl\}$ qui est rapportée à des axes liés à l'échantillon. Pour une tôle laminée, le plan π est le plan de laminage.

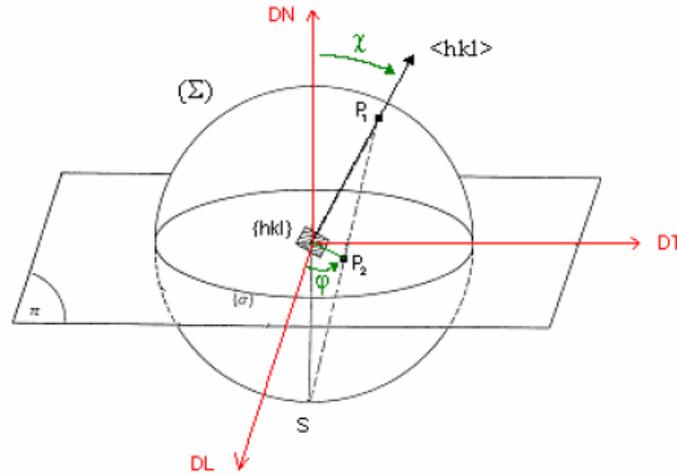


Figure A2. Représentation schématique d'une projection stéréographique

A.3. Représentation par les angles d'Euler

C'est la représentation principale utilisée dans l'étude des fonctions de distribution d'orientations cristallographiques (FDO). L'orientation cristalline du grain est décrite en utilisant seulement les trois angles d'Euler φ_1 , Φ et φ_2 qui décrivent l'ensemble des trois rotations permettant d'amener le repère $\{E\} \equiv (O, DL, DT, DN)$ associé à l'échantillon en coïncidence avec celui associé au cristal $\{C\} \equiv (O, x, y, z)$ (figure A.3). Ces angles sont définis selon la formulation de Bunge par :

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi, \text{ rotation autour de DN, } (O, DL, DT, DN \longrightarrow O, x_1, y_1, z_1)$$

$$0 \leq \Phi \leq \pi, \text{ rotation autour de } Ox_1, (O, x_1, y_1, z_1 \longrightarrow O, x_2, y_2, z_2)$$

$$0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi, \text{ rotation autour de } Oz_2, (O, x_2, y_2, z_2 \longrightarrow O, x, y, z)$$

La transformation qui résulte de ces trois rotations lie les repères $\{C\}$ et $\{E\}$ par la relation :

$$\{C\} = g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) * \{E\}. \quad (\text{A.1})$$

Où g est la matrice de transformation du référentiel échantillon au référentiel cristal, donnée dans le cas des matériaux ayant une symétrie cubique par :

$$g = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{pmatrix}$$

La représentation la plus simple des trois angles (φ_1 , Φ , φ_2) est celle donnée dans le système de coordonnées cartésiennes à la figure A.3

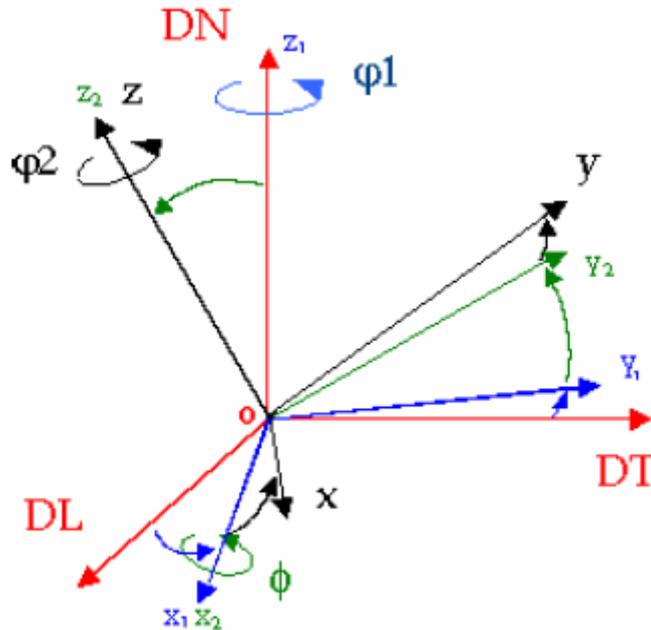


Figure A.3. Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler.

A.4. Les fonctions de distribution d'orientations (FDO)

La fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDO) est la façon la plus complète et statistique permettant la description détaillée de la texture d'un matériau. Soit dV , la totalité des éléments de volume inclus dans le volume V possédant l'orientation g à l'intérieur d'un élément d'orientation dg . La fonction de distribution des orientations cristallines $f(g)$ est alors définie par :

$$\frac{dV}{V} = K \cdot f(g) dg \quad (\text{A. 2})$$

En intégrant cette équation on obtient :

$$K \int f(g) dg = \frac{1}{V} \int_V dV = 1 = K \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \cdot \sin \phi \, d\varphi_1 \, d\phi \, d\varphi_2 \quad (\text{A. 3})$$

Dans le cas d'un échantillon non texturé (isotrope), c'est-à-dire présentant une distribution uniforme d'orientations, $f(g)$ a une valeur constante quelle que soit g . Si l'on prend $f(g) = 1$, il vient $K = 1/8\pi^2$.

Le calcul de la FDO peut être réalisé en utilisant différentes approches comme la méthode harmonique ou les méthodes discrètes. La méthode harmonique utilise un

développement en série sur des bases d'harmoniques. Cette transformation mathématique peut entraîner des erreurs de troncature qui s'ajoutent aux erreurs expérimentales. Pour cette raison, une seconde méthode consistant à associer un point (ou un ensemble de points) de l'espace des pôles à un point de l'espace des orientations après avoir discrétisé ces deux espaces a été proposée. Le choix du mode de discrétisation des espaces a conduit au développement de différentes méthodes discrètes.