

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

*Ecole Nationale Polytechnique*



*Département de Métallurgie*

**Mémoire de fin d'étude**  
**pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en**  
**Métallurgie**

---

*Effets du vieillissement de la ferrite dans une soudure en*  
*acier inoxydable duplex 2205*

---

Proposé et encadré par :  
**Mr ABADLI Kamel**

Etudié par :  
**RAHIL Mohamed**

Promotion: juin 2010

ENP. Avenue Hacen Badi 16200 El-harrach, Alger

## ملخص

إن حديد الصلب الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة (أستينوفيريتي) يتأثر بظاهرة الأزمان الناتجة عن ترسبات غنية بالمواد المضافة لحديد الصلب المزدوج البنية (كروم، موليبدان)، الناتجة عن عوامل عدة أهمها الأزمان خلال فترة العمل. من هنا، تأتي دراستنا للإتمام الأعمال المنجزة سابقا. سننظر في دراسة تأثير ترسبات الطور ألفا فنية  $\alpha'$  و الأستينيت الثانوي  $\gamma_2$  على الخواص الميكانيكية لحديد الصلب مزدوج البنية (22%كروم، 05% نيكول) الملح. حيث نقوم باختراع عدد من عينات هذا الحديد إلى معالجة الأزمان عند درجات الحرارة 475 °م و 350 °م لفترات زمنية مختلفة. إن لهذه الترسبات تأثير هام على مرونة الحديد و

مئاته

الكلمات المفتاحية

حديد الصلب الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة الملح ، الطور ألف بريم ، الاستينيت الثانوي ، صلابة معالجة الأزمان

## Résumé :

Les aciers inoxydables duplex sont susceptibles aux phénomènes de vieillissement qui sont engendrés par la précipitation de certaines phases riches en éléments d'alliage. C'est dû à plusieurs facteurs tels que le vieillissement pendant la période de service. Notre travail a pour objectif d'étudier les effets de la précipitation de la phase alpha prime et l'austénite secondaire sur les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex 2205 soudés. Les études du vieillissement ont été faites à 475 et 350 °C jusqu'à 250 heures de maintien. La précipitation a un effet néfaste sur la ténacité et la résilience de la soudure.

**Mots clés :** Acier inoxydable duplex soudé, phase alpha prime, l'austénite secondaire, la ténacité , traitement de vieillissement.

## Abstract:

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

Our study comes to complete previous works. We focused on alpha prime phase and second austenite, their consequences on mechanical proprieties of duplex stainless steels 2205 after welding. We made a temper at 475 and 350°C for a different length .The precipitates have serious effects on toughness.

**Key words:** Duplex stainless steels, alpha prime phase, second austenite, toughness, temper (ageing treatment).

*Je dédie*

*ce travail à mes chers parents, mes frères  
mes chères amis, Nedjmoo, Amine, Nadjib, Riad et  
Brahim ainsi que tous ceux qui  
ont pu m'aider de  
prés ou de  
loin.*

*Rahil Mohamed*

## *Remerciements*

Je remercie Dieu tout Puissant pour m'avoir guidé et illuminé mon parcours.  
J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur Kamel ABADLI qui a dirigé mon travail en m'accordant toute sa confiance, sa gentillesse, sa disponibilité et sa rigueur scientifique.

Plus qu'un Directeur de projet je tiens à lui exprimer  
mon entière gratitude.

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

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

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

# Sommaire

Introduction Générale.....	1
Chapitre I :	
<b>L</b> es aciers inoxydables austénoferritiques (duplex)	
Introduction et historique .....	3
I. 1.Généralité sur aciers inoxydables .....	3
1.1.1 Influence des éléments d'alliage.....	3
1.1.1.1 Système binaire Fer-Chrome.....	3
1.1.1.2 système Fe-Cr-C, action du carbone .....	4
1.1.1.3 Autres éléments d'alliage.....	5
1.1.2 Les principaux constituants des aciers inoxydables.....	7
1.1.2.1. Matrice.....	7
1.1.2.2. Phases interstitielles.....	7
1.1.2.3. Phases intermétalliques.....	7
1.1.3 Les familles des aciers inoxydables.....	7
I.2. Les inoxydables austénoferritiques (duplex).....	8
I.2.1 Définition .....	8
I.2.2 Microstructure des aciers inoxydable austénoferritiques.....	9
I.2.2.1 Microstructure à l'état hypertrempe.....	9
I.2.2.2 Coefficients de partage.....	10
I.2.3 Composition chimique des aciers inoxydables duplex.....	11
I.2.4 Traitements thermiques et transformations structurales.....	12
I.2.4.1 Transformations lors de maintiens entre 600 et 1000°C.....	12
I.2.4.2 Transformations à basse température (< 500°C).....	13
I.2.4.3 Transformations en refroidissement continu.....	14
I.2.5 Propriétés physique et mécanique.....	14
I.5.1 Propriétés physiques.....	14
I.5.2 Propriétés mécaniques .....	15
I.2.6 Résistance à la corrosion.....	18
I.2.6.1 Corrosion intergranulaire.....	18
I.2.6.2 Corrosions par piqûres et crevasses en milieux chlorurés.....	19
I.2.7 Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex.....	19

I.2.7.1 Soudabilité des aciers inoxydables duplex.....	19
I.2.7.2 Cycle thermique de soudage.....	19
I.2.7.3 Évolution de structure dans la ZAT.....	21
I.2.7.4 La ZAT surchauffée.....	21
I.2.7.5 La ZAT recuite.....	21
I.2.7.6 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite.....	22
I.2.7.7 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés.....	23
I.2.7.8 Traitements thermiques sur soudures.....	34
I.2.7.9 Hypertrempe.....	24
I.2.7.10 La variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe.....	24
I.2.8 Applications typiques d'aciers duplex 2205.....	25

Chapitre II :

## **L**e vieillissement de la ferrite dans les aciers inoxydables duplex

II.1. Introduction.....	26
II.2. Généralité sur la Fragilisation des aciers inoxydables par traitement thermique de vieillissement.....	27
II.3. Transformation microstructurales dans la ferrite.....	29
II.3.1. Démixtion de la solution Fe – Cr.....	29
II.3.2. Précipitation de la phase G.....	31
II.3.3. Phénomènes de fragilisation secondaires.....	31
II.4. Mesure du vieillissement.....	32
II.5. Cinétique du vieillissement.....	33
II.6. Influence des paramètres métallurgiques .....	34
II.7. Conséquence du vieillissement sur les propriétés mécaniques.....	35

Chapitre III :

## **M**atériaux et techniques expérimentales

III.1. Matériau étudié .....	37
III.2. Procédures expérimentales.....	39
III.2.1 Réalisation des soudures.....	39
III.2.1.1.Le procédés de soudage.....	39
III.2.1.2 Métal d'apport.....	40
III.2.1.3 Paramètres de soudage.....	41

III.2.2 Soudage des tubes.....	42
III.2.3. Tronçonnage des éprouvettes.....	43
III.2.4. Usinage des éprouvettes.....	44
III.2.5. Traitements thermiques.....	45
III.3. Techniques de caractérisation.....	46
III.3.1. Caractérisation microstructurale.....	46
III.3.1.1. Préparation des échantillons.....	46
III.3.1.2. Attaque métallographique.....	47
III.3.1.3. Observation microscopique.....	47
III.3.1.4. Analyse quantitative .....	48
III.3.2. Caractérisation mécanique.....	49
III.3.2.1. Essai de microdureté.....	49
III.3.2.2. Essai de résilience.....	50
III.3.2.3. Essai de dureté Vickers .....	51

Chapitre VI :

## **R**ésultats et interprétations

Introduction .....	53
VI.1. Effets du vieillissement sur la structure de la soudure.....	53
VI.1.1. Structure à l'état initial.....	53
VI.1.2. Effets du vieillissement sur la structure de la soudure.....	65
IV.1.3 Effets du vieillissement sur la dureté de la ferrite et de l'austénite.....	64
IV.1.4. Effets du vieillissement sur le taux de ferrite.....	65
IV.1.5 Effet du vieillissement à 350 et 475 °C sur la résilience.....	67
IV.1.6 Effet du vieillissement à 350 et 475 °C sur la dureté.....	68
IV.2. Interprétations.....	68
IV.2.1. Identification du vieillissement thermique .....	68
IV.2.1 Evolution microstructurale et morphologique.....	69
IV.2.2 Diminution du taux de ferrite.....	70
IV.2.3 duretés des phases.....	70
IV.2.4. Evolution des propriétés mécaniques .....	71
IV.2.4.1. la résilience.....	72
IV.2.4. 2. La dureté.....	72
IV.2.5. L'effet de la ferrite sur les propriétés mécanique.....	72
Conclusion générale.....	75
Références bibliographiques.....	77

## ● Listes des figures

### Les figures de chapitre I

<b>Figure I.1</b>	Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome .....	4
<b>Figure I.2.</b>	Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C.....	4
<b>Figure I.3</b>	(a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni,(b) effets du carbone.....	5
<b>Figure I.4</b>	Influence du Nickel sur l'extension de la boucle des alliages ternaires Fe-Cr-Ni .....	5
<b>Figure I.5</b>	Microstructure typique des aciers inoxydables duplex (a) structure coulée, (b) structure laminée.....	9
<b>Figure I.6</b>	Variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuances d'aciers inoxydables duplex .....	9
<b>Figure I.7</b>	Microstructure à l'état hypertrempe .....	10
<b>Figure I.8</b>	Précipitations possibles dans les aciers inoxydables duplex.....	12
<b>Figure I.9</b>	Diagramme de refroidissement continu (chauffage à 1080°C) .....	14
<b>Figure I.10</b>	(a) Evolution de la limite élastique proportionnelle et de la résistance à la traction de quelques aciers inoxydables duplex en fonction de la température.....	17
<b>Figure I.11</b>	(a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex ; (b) Effet du taux de ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex.....	18
<b>Figure I.12</b>	(a) Variation de la température en fonction du temps t (b) Variation de la température en fonction de la distance x .....	20
<b>Figure I.13</b>	(a) Les différentes zones d'une soudure [20]. (b) Schéma représentatif d'une structure austéno-ferritique soudée dans les trois zones principales..	21
<b>Figure II.14</b>	Différentes zones d'un joint soudé austéno-ferritique.....	23
<b>Figure I.15</b>	Diagramme d'Espy : constitution des aciers inoxydables à l'état brut de soudage.....	23
<b>Figure I.16</b>	Influence du traitement thermique sur le taux de ferrite dans un acier Austéno-ferritique.....	24



## Les figures de chapitre II

<b>Figure II.1</b>	Précipitation de phase G dans la ferrite dans un acier Austéno-ferritique vieilli à 400°C pendant 4700h .....	28
<b>Figure II.2</b>	Courbes TTT des alliages UR35N et UN45N (a) .....	29
<b>Figure II.3</b>	Limites entre la décomposition spinodale et la germination/croissance en fonction de la température et de la teneur en chrome de la ferrite .....	30
<b>Figure II.4</b>	Représentation schématique de l'évolution des concentrations en chrome dans les zones $\delta$ apparues par germination et croissance (a) ou par décomposition spinodale (b).....	30
<b>Figure II.5</b>	Evolution de la dureté Hv0.05 avec le vieillissement pour différentes températures.....	33
<b>Figure II.6</b>	Schématisation de l'effet du positionnement des atomes de molybdène au sein de $\delta$ . Matériau ne contenant pas de Mo (a) et matériau contenant du Mo (b) .....	34
<b>Figure II.7</b>	Influence du vieillissement sur la résilience du matériau.....	36
<b>Figure II.9</b>	Microstructure austéno-ferritique après vieillissement (a) Effet du vieillissement sur les microduretés des phases austénitiques et ferritiques (b) .....	36
<b>Figure II.8</b>	Microdureté Vickers sous 100 g des phases ferritique et austénitique de l'acier Z3 CND 22 9 M remis en solution à 1 100°C puis vieillis à 475° pendant des durées variant de 1 h à 1 000 h (un point correspond à la moye de 10 mesures).....	36

## Les figures de chapitre III

<b>Figure III.1</b>	Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe.....	38
<b>Figure III.2</b>	Micrographie optique du métal de base.....	38
<b>Figure III.3</b>	principe du procédé de soudage TIG .....	40
<b>Figure III.4</b>	Longueurs des tubes à souder.....	43
<b>Figure III.5</b>	Tronçonnage du tube en deux.....	44
<b>Figure III.6</b>	Schéma du tronçonnage des éprouvettes.....	44
<b>Figure III.7</b>	Localisation des éprouvettes de résilience.....	44
<b>Figure III.8</b>	Le four à résistance utilisé.....	45
<b>Figure III.9</b>	Diagramme TTT pour un acier duplex à 22% Cr (UNS 31803) .....	46
<b>Figure III.10</b>	(a)Schéma illustratif de l'attaque électrolytique. (b)Dispositif de l'attaque électrolytique.....	47

<b>Figure III.11</b> Microscope optique « OLYMPUS BX51M» utilisé pour L'observation microstructurale.....	48
<b>Figure III.12</b> Schéma montrant le prélèvement aléatoire pour le traitement d'images.....	49
<b>Figure III.13</b> Le logiciel de traitement d'images « Image J ».....	49
<b>Figure III.14</b> Les étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image : (a) L'image initiale non traitée ; (b) image rectifier par luminosité et contraste (c) L'image transformée par binarisation.....	49
<b>Figure III.15</b> Schéma illustratif du mouton Charpy.....	51
<b>Figure III.16</b> a) Dimensions et forme de l'éprouvette Charpy en V. b) Position de l'éprouvette au moment de l'impact avec le couteau du pendule.....	51
<b>Figure III.17</b> Principe de l'essai de dureté Vickers.....	52

## **L**es figures de chapitre VI

<b>Figure IV.1.</b> Structure globale des trois zones principales de soudage.....	54
<b>Figure IV.2.</b> Micrographie optique du métal de base.....	54
<b>Figure IV.3.</b> Micrographie optique de la zone fondue.....	55
<b>Figure IV.4.</b> Cartographie de la ZAT a gouache de la zone de liaison.....	56
<b>Figure IV.5.</b> Micrographie optique du métal de base pour 50 h de maintien.....	57
<b>Figure IV.6.</b> Micrographie optique du métal de base pour 100 h de maintien.....	57
<b>Figure IV.7.</b> Micrographie optique du métal de base pour 250 h de maintien.....	57
<b>Figure VI.8.</b> Micrographie optique de la ZAT pour 50 h de maintien. ....	58
<b>Figure VI.9.</b> Micrographie optique de la zone surchauffée pour 100 h de maintien .....	58
<b>Figure VI.10.</b> Micrographie optique de la zone de recuit pour 250 h de maintien .....	58
<b>Figure IV.11.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 50 h de maintien.....	59
<b>Figure IV.12.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 150 h de maintien.....	59
<b>Figure IV.13.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 200 h de maintien.....	59
<b>Figure IV.14.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 250 h de maintien.....	60
<b>Figure IV.15.</b> Micrographie optique du métal de base pour 50 h de maintien.....	60
<b>Figure IV.16.</b> Micrographie optique du métal de base pour 150 h de maintien.....	60
<b>Figure IV.17.</b> Micrographie optique du métal de base pour 200 h de maintien.....	61
<b>Figure IV.18.</b> Micrographie optique du métal de base pour 250 h de maintien.....	61
<b>Figure IV.19.</b> Micrographie optique de la ZAT pour 50 h de maintien. ....	62
<b>Figure IV.20.</b> Micrographie optique de la ZAT pour 150 h de maintien.....	62
<b>Figure IV.21.</b> Micrographie optique de la ZAT pour 250 h de maintien.....	62
<b>Figure IV.22.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 50 h de maintien. ....	63
<b>Figure IV.23.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 100 h de maintien. ....	63
<b>Figure IV.24.</b> Micrographie optique de la zone fondue pour 250 h de maintien. ....	63

<b>Figure IV.25</b> .Microdureté Vickers sous 50 g de l'austénite de la ZAT pour un échantillon vieillis à 475°C pendant des durées variant de 25 h à 250 h...	64
<b>Figure IV.26.</b> Microdureté Vickers sous 50 g de la ferritique de la ZAT pour un échantillon vieillis à 475°C pendant des durées variant de 25 h à 250 h....	65
<b>Figure IV.27.</b> Effet du vieillissement à 350 °C sur le taux de ferrite.....	66
<b>Figure IV. 28.</b> Effet du vieillissement à 475 °C sur le taux de ferrite.....	66
<b>Figure IV. 29.</b> Effet du vieillissement à 350 °C et à 475 °C sur la résilience.....	67
<b>Figure IV.30</b> dureté vickers de la ZAT sous une charge de 50Kgf à 350 °C et à 475 °C..	68
<b>Figure VI.31.</b> Effet de taux de ferrite de la zone fondue à 350 et 475°C sur la résistance au choc.....	73
<b>Figure VI.32.</b> Effet de taux de ferrite de la ZAT à 350 et 475°C sur la dureté.....	74

## Liste des tableaux

### **L**es tableaux de chapitre I

<b>Tableau I.1</b> Les familles des aciers inoxydables .....	8
<b>Tableau I.2</b> Coefficients de partage ( $[C]$ ) / ( $[C]$ ) entre ferrite et austénite .....	10
<b>Tableau I.3</b> la composition chimique des aciers austéno ferritiques.....	11
<b>Tableau I.4</b> propriétés physiques à la température ambiante de nuances austénoferritiques .....	15
<b>Tableau I.5</b> propriétés physiques de nuances duplex aux hautes températures .....	15
<b>Tableau I.6</b> Propriétés mécaniques et teneur en ferrite .....	16
<b>Tableau I.7</b> propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austénoferritiques .....	16

### **T**ableau de chapitre II

<b>Tableau II.1</b> Influence du vieillissement sur les caractéristiques de traction à l'ambiante d'un acier austéno-ferritique moulé .....	35
---	----

### **L**es tableaux de chapitre III

<b>Tableau III.1</b> Composition chimique du métal de base UNS S 31803.....	37
<b>Tableau III.2</b> Composition chimique de l'acier inoxydable duplex UNS S 31803 selon la norme ASTM.....	37
<b>Tableau III.3</b> Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.....	39
<b>Tableau III.4</b> Composition chimique du métal d'apport.....	40
<b>Tableau III.5</b> Paramètres de soudage.....	41

# **I**ntrouduction générale

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques (dit : Duplex) se distinguent par une structure à fractions équivalentes en austénite ( ) et en ferrite( ). 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 avec une électrode non fusible (TIG : *Tungsten Inert Gas* ) est largement utilisé pour tuyauterie d'acier inoxydable. 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.

Cependant, un phénomène de fragilisation aux températures basses dans l'intervalle (280 et 500 °C) suite à la précipitation de la phase alpha prime provoque une chute dramatique de ces propriétés.

Nous nous proposons donc d'étudier les effets de la précipitation de la phase alpha prime sur la structure et les propriétés mécaniques de la soudure en aciers duplex.

L'acier utilisé dans cette étude est l'acier inoxydable duplex SAF 2205 préalablement soudé et ayant subi un traitement de vieillissement à partir de deux températures 350 et 475 °C pendant différents temps de maintien 50h ; 100h ; 150h ; 200h et 250h.

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

Le premier chapitre constitue une présentation des aciers inoxydables, on y aborde entre autres les systèmes Fe-Cr-Ni et Fe-Cr-C, ainsi qu'une description générale des différentes familles d'aciers inoxydables, on s'est intéressé aussi et plus particulièrement aux aciers inoxydables duplex. Le deuxième chapitre est consacré à l'étude de l'origine de la fragilisation des aciers ferritiques riche en chrome à 475°C et leurs mécanismes de durcissement, ainsi que l'évolution microstructurale des aciers duplex au cours de vieillissement.

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

Dans le chapitre matériaux et procédures expérimentales nous exposons la composition chimique du matériau d'étude et ses propriétés mécaniques ainsi que les différentes techniques et investigations expérimentales que nous avons utilisées pour la caractérisation présentes dans la matrice après vieillissement. Dans le chapitre résultats expérimentaux et interprétation nous regroupons les différents résultats obtenus ainsi que nos interprétations.

Une conclusion générale où nous reprendrons l'ensemble de nos constatations terminera cette étude.

# E

tude bibliographique

---

*Chapitre : I*

**L**es aciers inoxydables austéno-ferritiques  
(duplex)

## Introduction et historique

C'est en 1821 que Berthier introduisit le chrome 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<sup>ème</sup> 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 [1.2]. Ce n'est qu'au début du 20<sup>ème</sup> siècle que Goldschmidt développa les premières nuances d'aciers inoxydables à bas carbone [3]. 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 Généralité sur aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer ou plus exactement à base d'acier (alliage : fer-carbone) qui doivent contenir au moins 10,5 % de chrome (selon la norme européenne EN 10088-1) et souvent d'autres éléments d'addition tels que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène [5].

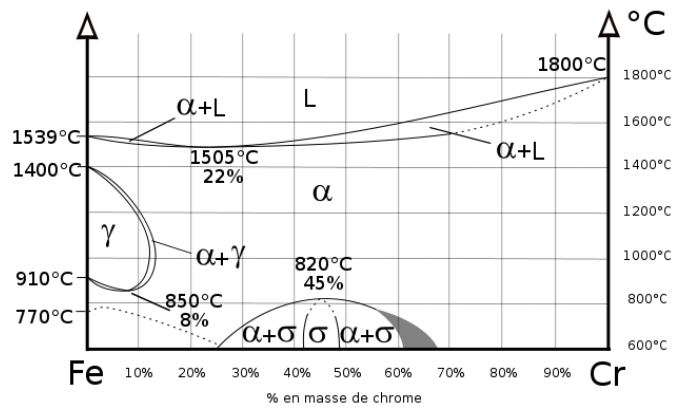
#### I.1.1 Influence des éléments d'alliage

##### I.1.1.1 Système binaire Fer-Chrome

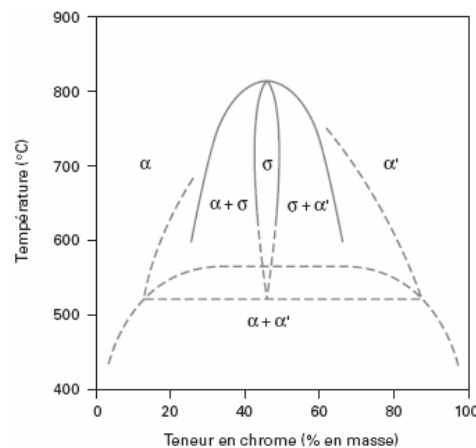
Le chrome est l'élément fondamental des aciers inoxydables. Ses actions sont les suivantes

- ▶ passivation des surfaces de l'acier par création d'un film d'oxyde de chrome stable et insoluble à partir d'une teneur de 12%,
- ▶ stabilisation de la ferrite par extension de son domaine (**Figure I.1**). A partir de 13%, le domaine austénitique disparaît complètement,
- ▶ formation pour des teneurs de l'ordre de 45% d'un composé Fe-Cr appelé phase sigma augmentant la dureté et la fragilité de l'alliage.
- ▶ Une autre transformation peut se produire entre 400°C et 550 °C (**Figure I.2**). Il s'agit d'une démixtion de la phase  $\gamma$  en deux phases ferritiques dont l'une à teneur plus élevée en chrome est connue sous le terme de phase  $\delta$ .





**Figure. I.1.** Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [5].

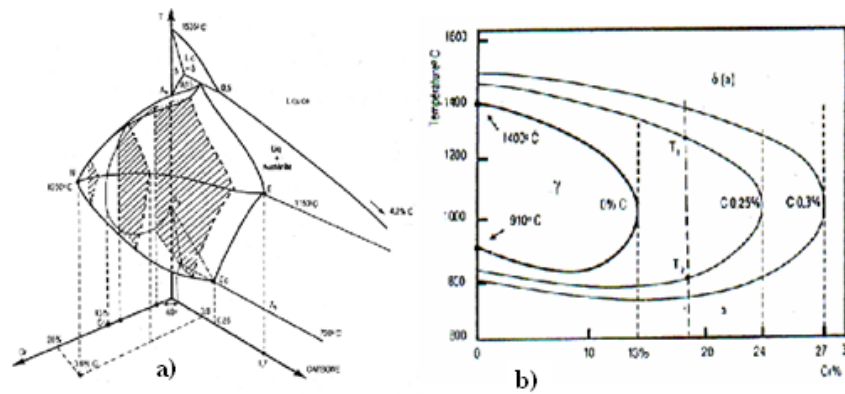


**Figure I.2.** Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C [5]

### I.1.1.2 système Fe-Cr-C, action du carbone

Le carbone possède une action gammagène puissante, il élargit fortement le domaine austénitique. En outre, il peut donner lieu à la précipitation des carbures qui, bien qu'ils aient un pouvoir durcissant peuvent conduire néanmoins à des problèmes de tenue à la corrosion. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse [6.7].

Le fait d'ajouter du carbone à un alliage binaire Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase austénitique ; cela est illustré dans la figure. I.3



**Figure I.3.** (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni, (b) effets du carbone [8]

### I.1.1.3. Système Fe-Cr-Ni

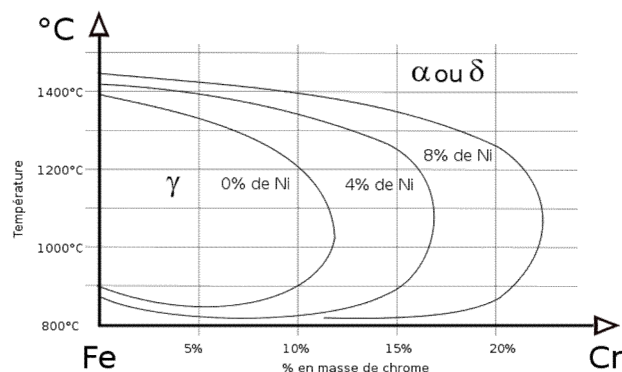
Le nickel étant  $\gamma$ -gène comme le carbone, élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr [9].

L'addition du nickel à des teneurs de quelques pourcent a pour effet de repousser la boucle vers les fortes teneurs en chrome. Mais, il est remarquable qu'il faille une teneur beaucoup plus importante en Ni pour élargir la boucle qu'il n'en faut avec l'addition du carbone.

Le nickel augmente la capacité de trempe des aciers inoxydables en abaissant la vitesse critique de refroidissement [10] (**Figure I.4**).

Pour un alliage contenant 18% de chrome (le plus représentatif des nuances austénitiques), on constate, d'après la **Figure I. 4**, ce qui suit :

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



**Figure I.4.** Influence du Nickel sur l'extension de la boucle des alliages ternaires Fe-Cr-Ni [5]

### I.1.1.3 Autres éléments d'alliage

Les autres éléments d'alliage vont intervenir pour :

- former d'autres phases,
- déplacer les limites de stabilité de l'austénite et de la ferrite.

Ils sont classés en fonction de leur aptitude à stabiliser :

- soit, la ferrite pour les éléments dits "**alphagènes**",
- soit, l'austénite pour les éléments dits "**gammagènes**".

#### 1- Eléments alphagènes

##### ▶ Molybdène

- Il augmente la résistance au fluage et la résistance à la corrosion intergranulaire.

##### ▶ Silicium

- Il favorise la fissuration à chaud et la formation de la phase "sigma".
- Il diminue la ductilité de l'acier.

##### ▶ Niobium

- C'est un élément stabilisateur pour la corrosion intergranulaire.
- Pour une teneur supérieure à 1%, il donne un eutectique fragile.

##### ▶ Aluminium

- Il augmente la résistance à certaines corrosions à chaud.
- C'est un élément de durcissement structural.
- Une teneur trop élevée augmente la sensibilité à la fissuration.

##### ▶ Titane

- C'est un élément stabilisateur pour la corrosion intergranulaire.
- Il augmente la résistance au fluage.

##### ▶ Tungstène

- Il améliore les caractéristiques mécaniques à chaud et à froid.

#### 2- Eléments gammagènes

##### ▶ Manganèse

- Il diminue la sensibilité à la fissuration.
- Il contrebalance l'effet nuisible de l'hydrogène.
- Il facilite le travail à chaud.

##### ▶ Carbone

Le carbone est ajouté au fer pour former l'acier, cette addition permet d'augmenter sa dureté et sa ténacité. La teneur en carbone recommandée pour les aciers inoxydables austéno-ferritiques est limitée à 0.02 ou 0.03% à cause du risque de précipitation des carbures riches en chrome qui peuvent servir comme sites favorables pour la corrosion intergranulaire et par piqûres

##### ▶ Cuivre

- Il augmente la résistance à la corrosion dans les milieux sulfuriques.
- En proportion de 3 à 4%, il améliore l'usinabilité des aciers austénitiques.

##### ▶ Azote

- Il favorise l'affinage des grains ferritiques.
- Il stabilise l'austénite lors de la déformation à froid [4].

## **I.1.2 Les principaux constituants des aciers inoxydables**

On peut diviser les constituants des aciers inoxydables en deux : la matrice et les constituants mineurs eux même partagés en phases interstitielles et phases intermétalliques. En plus de ces éléments principaux, on ajoute les éléments d'addition vus précédemment.

### **I.1.2.1. Matrice**

La structure des aciers inoxydables dépend exclusivement des transformations allotropiques du fer. Ajoutons à cela l'effet stabilisateur des éléments d'addition des phases  $\alpha$  et  $\gamma$ . C'est ainsi que la matrice peut être ferritique ou austénitique tenant compte de ces paramètres.

### **I.1.2.2. Phases interstitielles**

La grande affinité du carbone au chrome fait que cet élément interstitiel forme avec le chrome des carbures, le type de carbure le plus courant est le  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  qui participe au niveau des joints de grains et des dislocations. D'autres éléments interstitiels peuvent se substituer au carbone comme le bore qui peut former avec le chrome un carbo-borure du type  $\text{Cr}_{23}(\text{B}, \text{C})_6$ .

D'autres carbures de chrome du type  $\text{M}_7\text{C}_6$  (Hexagonal ou Orthorhombique) ou  $\text{M}_6\text{C}$  (CFC) peuvent exister ainsi que des nitrures du type  $\text{CrN}$  et  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

### **I.1.2.3. Phases intermétalliques**

On assiste aussi à la précipitation de phases intermétalliques. On distingue notamment les composés suivants :

- ✱ La phase sigma ( $\sigma$ )
- ✱ La phase de Laves (R)
- ✱ Les phases intermétalliques à caractère électronique du type Hume-Rothery telles que la phase chi ( $\chi$ ) [11].

## **I.1.3 Les familles des aciers inoxydables**

Les aciers inoxydables peuvent être classés de diverses manières selon les critères de classification que l'on considère (la composition chimique, les méthodes d'élaboration, la structure du demi-produit final avant utilisation), mais la classification qui de loin est 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. Ces familles apparaissent dans le diagramme de Schaeffer qui se base sur le calcul de l'équivalent en nickel (respectivement en chrome) qui est la somme des teneurs pondérales  $\gamma$ -**gènes** (respectivement  $\alpha$ -**gènes**) affectées de coefficients correcteurs tenant compte du pouvoir  $\gamma$ -**gènes** (respectivement  $\alpha$ -**gènes**) qui diffère d'un élément à autre. Nous avons donc des différentes catégories d'aciers inoxydables qui illustrée dans le **tableau I.1** avec leurs structures cristallines et compositions chimiques [8] :

$$Cr_{eq} = \%Cr + 2\% Mo + 1.5 \% Si + 0.5 \% Nb \quad I.1$$

$$Ni_{eq} = 30 \% C + 0.5 \% Mn + 30 \% N \quad I.2$$

**Tableau I. . Les familles des aciers inoxydables [8]**

Familles	Structure cristalline	Cr (%)	Ni(%)	Mo(%)	C(%)	S(%)	N(%)
<b>Ferritique</b>	Cubique- centré	12 à 24	0 à 2	0 à 0.75	0.1	< 0.03	—
<b>Austénitique</b>	Cubique à faces centrées	18 à 24	8 à 14	0 à 3	< 0.08	< 0.03	—
<b>Super-ferritique</b>	Cubique centrée	26 à 29	0.3 à 4	3 à 4	< 0.02	< 0.01	0.02
<b>Super-austénitique</b>	Cubique à faces centrées	20	18 à 25	6 à 6.5	0.02	< 0.002	0.2
<b>Austéno-ferritique</b>	Cubique à faces centrées + Cubique centrée	22 à 26	6 à 7	4 à 4.5	0.02 à 0.04	0.001 à 0.03	0.2
<b>Martensitique</b>	Tétraгонаle	12 à 18	0 à 2	> 0.75	0.2	0.03	—

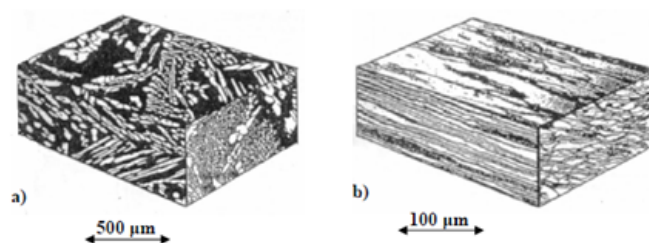
## I.2. Les aciers inoxydables austénoferritiques (duplex)

### I.2.1 Définition :

Les aciers inoxydables austénoferritiques sont constitués d'agrégats de grains austénitiques et de grains ferritiques [11]. Ils ont une composition en chrome, nickel, molybdène et silicium équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite (cubique à faces centrées, paramètre de maille de 3.58 à 3.62 Å) et de ferrite (cubique centrée, paramètre de maille de 2.86 à 2.88 Å). La présence de la ferrite permet d'augmenter la résistance à la traction, la soudabilité et la résistance à la corrosion sous contrainte du matériau. [12]

Dans le cas des matériaux moulés ou laminés à haute température, la ferrite réduit également les risques de fissuration à chaud. **La figure I.5** montre la structure d'un acier inoxydable duplex. Dans le cas de l'acier laminé (**figure I.5.b**) on voit bien que les grains sont orientés dans la direction du laminage.

Les aciers laminés ont, en général, des teneurs en ferrite et en austénite équivalentes. Deux phases se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage. En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques. Il faut en effet souligner que les propriétés intrinsèques des nuances austénoferritiques sont dues pour partie à leur structure biphasée 50 /50 [04,06]. La structure de ces aciers, constituée de deux phases austénite et ferrite en quantité sensiblement égales, conduit à n'avoir pratiquement de joints de grains qu'entre austénite et ferrite [13].



**Figure I. 5.** Microstructure typique des aciers inoxydables duplex (a) structure coulée, (b) structure laminée [4]

## **I.2.2 Microstructure des aciers inoxydable austénoferritiques**

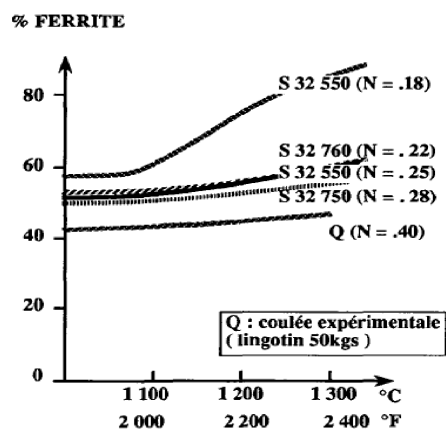
### **I.2.2.1 Microstructure à l'état hypertrempé**

Les aciers duplex se solidifient dans le domaine ferritique et c'est au cours du refroidissement qu'une partie de la ferrite se transforme en austénite.

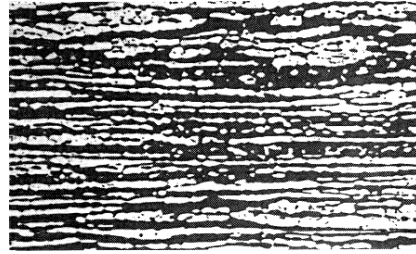
Les aciers duplex produits à l'heure actuelle ont des proportions approximativement équivalentes d'austénite et ferrite, ceci étant obtenu par la maîtrise des conditions de transformations à chaud, du traitement d'hypertrempe et bien sûr de la composition chimique de l'acier.

L'influence de l'azote sur le taux de ferrite de plusieurs aciers inoxydables duplex est illustrée dans la **figure I.6**. Il est toutefois difficile de prédire la microstructure des aciers duplex à partir de simples diagrammes à cause des effets des autres éléments d'alliages. Un exemple de structure obtenue sur tôle à l'état hypertrempé est présenté dans la **figure I.7**.

En pratique, la température de traitement thermique doit être choisie aussi basse que possible, mais suffisante pour remettre en solution toutes les précipitations. Les proportions relatives de ferrite et d'austénite sont alors essentiellement déterminées par la composition chimique de la nuance, particulièrement par l'équilibrage entre éléments stabilisateurs de la ferrite (Cr, Mo, Si ...) et éléments stabilisateurs de l'austénite (Ni, N, C). La qualité et la précision de l'élaboration sont les seules garanties d'un contrôle de la microstructure.



**Figure I.6** Variation du taux de ferrite avec la température pour différentes nuance d'aciers inoxydables duplex [13].



**Figure I.7.** Microstructure à l'état hypertrempé [13].

De plus l'augmentation de la teneur en ferrite avec la température est fortement ralentie par les additions d'azote, cette stabilisation de la structure par l'azote est d'un grand intérêt dans le cas des ZAT de soudage [13].

### 1.2.2.2 Coefficients de partage

La **table I.2** présente les valeurs des coefficients de partage des divers éléments d'alliage entre ferrite et austénite (déterminé par analyse microsonde).

**Tableau I.2.** Coefficients de partage ( $[ ]_{\alpha} / [ ]_{\gamma}$ ) entre ferrite et austénite [13].

NUANCE	T(°C)	Cr	Ni	Mo	N	Si	Cu	Mn	P
UR 35N	960	1,19	0,61	1,65	-	1,16	0,68	0,89	2,38
UR 45N	1050	1,22	0,56	1,66	0,2*	1,22	0,63	0,85	2,31
UR 52N	1040	1,15	0,65	1,6	-	1,19	0,69	0,87	2,9
UR 52N+	1080	1,12	0,66	1,60	0,09**	1,18	0,71	0,87	-

\* %N = 0,05 dans  $\alpha$  , 0,25 dans  $\gamma$       \*\* %N = 0,035 dans  $\alpha$  , 0,40 dans  $\gamma$

Plusieurs points importants sont à souligner :

- La ferrite est enrichie en éléments alphagènes avec dans l'ordre  $P > W > Mo > Cr \sim Si$ .
- L'austénite est enrichie en éléments gammagènes, avec dans l'ordre  $N \gg Ni > Cu > Mn$ .
- Excepté pour l'azote, les coefficients de partage varient très peu d'une nuance à une autre. Ceci s'explique par le fait qu'hormis pour l'azote, dans les domaines de concentrations et températures de traitement concernés, les limites de solubilité pour les autres éléments n'ont pas été atteintes.
- Le coefficient de l'azote semble quant à lui varier fortement avec sa teneur totale dans la nuance. En fait la ferrite est rapidement saturée, et l'excès d'azote passe en solution dans l'austénite. La limite de solubilité de l'azote dans la ferrite est de l'ordre de 0,03 - 0,05 %, ce pour les compositions et températures de traitement thermique étudiées.

En pratique toute augmentation de la teneur en azote de l'acier duplex mènera donc à un enrichissement marqué en cet élément de l'austénite, sans en changer le niveau dans la ferrite ce tant que la température de traitement n'est pas modifiée [13].

### **I.2.3 Composition chimique des aciers inoxydables duplex**

Ils ont une composition chimique en chrome, nickel et molybdène équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite et de ferrite. De nombreuses variantes de composition chimique des austéno-ferritiques ont été mises en œuvre ce qui permet d'adapter leur utilisation vers des applications très particulières [14]. Le **tableau I.3** montre la composition chimique des différentes nuances des aciers duplex

*Tableau I.3. La composition chimique des aciers austéno ferritiques [13].*

NUANCE	UNS	Cr	Ni	Mo	N	Cu	PREN
UR 35N	S39230	23	4	-	0,10	-	25
UR 45N	S39209	22	5,5	3	0,17	-	35
UR 47N	(S39226)	25	6,5	3	0,20	-	38
UR 52N	S39255	25	6,5	3	0,20	1,6	38
UR 52N+	S39255	25	6,5	3,5	0,25	1,6	41

Cette table donne également les valeurs correspondantes d'un indice de résistance à la corrosion par piqûres, le  $PREN = Cr + 3,3 Mo + 16 N$ .

On distingue aujourd'hui trois principaux types de nuances austéno-ferritiques :

- la nuance type 22 % Cr - 5 % Ni - 3 % Mo - 0,17 % N (UNS 39209, UR45N), qui peut être considérée comme la nuance duplex "standard". Sa résistance à la corrosion est intermédiaire entre celle d'un acier austénitique de base type 316 L et celle d'aciers super austénitiques à 5-6 % Mo ;
- les nuances dites "super duplex" caractérisées par un indice de résistance à la piqûre  $PREN > 40$  (UNS 39255 UR52N+) qui contiennent approximativement 25 % Cr - 6,5 % Ni - 3,7 % Mo et 0,25 % N avec ajouts de cuivre ou tungstène. Ces nuances présentent des caractéristiques mécaniques élevées et une résistance à la corrosion dans des environnements extrêmement agressifs (milieux chlorurés acides), leur résistance à la corrosion étant équivalente à celle des aciers super austénitiques contenant 5-6 % Mo ;
- la nuance type 23 % Cr - 4 % Ni - 0,10 % N sans additions de molybdène (UNS 39230, UR35N) qui peut remplacer dans certaines conditions des nuances type 304 et/ou 316 [13].

### **I.2.4 Traitements thermiques et transformations structurales**

De nombreuses transformations microstructurales peuvent affecter les aciers austéno-ferritiques durant les traitements thermiques isothermes ou anisothermes. Beaucoup de ces transformations concernent la phase ferritique, ceci s'expliquant par le fait que les vitesses de diffusion des éléments d'alliage dans cette phase sont de l'ordre de 100 fois plus grande que

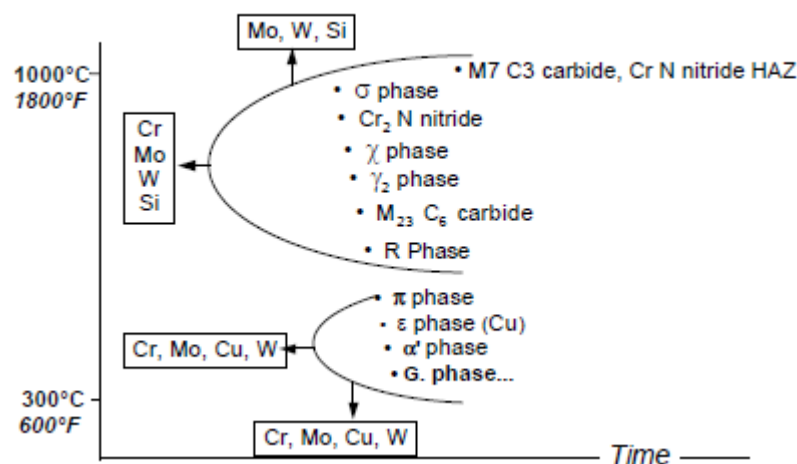


dans l'austénite. Ceci est principalement la conséquence de la structure cubique centrée moins compacte de la ferrite [13].

De plus, la ferrite est enrichie en Cr et Mo qui sont connus pour favoriser les précipitations de phases intermétalliques comme montre la **figure I.8**. Enfin la solubilité dans la ferrite des éléments C, N, W, et Cu chute fortement avec une température décroissante, augmentant la probabilité de précipitations durant les traitements thermiques.

#### I.2.4.1 Transformations lors de maintiens entre 600 et 1000°C

De nombreux changements microstructuraux peuvent apparaître dans les aciers duplex après maintiens entre 600°C et 1000°C. On peut citer les phases intermétalliques  $\sigma$ ,  $\chi$ , R, les carbures et nitrures, l'austénite secondaire [15].



**Figure I.8.** Précipitations possibles dans les aciers inoxydables duplex [16].

##### a) Phases intermétalliques :

La plus communément rencontrée est la phase  $\sigma$  qui est connue pour son effet particulièrement désastreux sur les caractéristiques mécaniques. Sa composition chimique est typiquement proche de Fe, 30%Cr, 4%Ni, 4à7% Mo. Dans la pratique on la confond souvent avec la phase  $\pi$  (Fe, 25 % Cr, 3 % Ni, 14 % Mo).

Ces phases intermétalliques sont plus stables à haute température en présence de W, Mo, Si obligeant la réalisation de traitements d'hypertrempe à températures plus élevées. Leur cinétique de précipitations est également accélérée par des additions croissantes de W, Mo, Cr et Si.

##### b) Carbures et nitrures :

- Les premiers aciers duplex produits (UR50 par exemple) étaient caractérisés par de basses teneurs en azote et des niveaux de carbone de l'ordre de 0,03 %. Les premiers précipités à se former étaient alors des carbures de type  $\text{M}_7\text{C}_3$  aux environs de 900-1050°C et de type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  à des températures plus basses. De par

leurs natures discontinues, de telles précipitations n'affectent pas forcément les propriétés mécaniques ou la résistance à la corrosion. Les nuances duplex à l'heure actuelle ont des teneurs en carbone souvent inférieures à 0,015 % tandis que leur teneur en azote est optimisée en fonction des teneurs en Cr et Mo puisque sa solubilité est augmentée par ces deux éléments.

- Les précipités de type  $Cr_2N$  peuvent apparaître dans le domaine 700-900°C.

Il faut souligner que leur cinétique de précipitation dépend fortement des conditions de traitement thermique. Une température de traitement élevée (1200-1300°C) peut mener à une dissolution plus importante des interstitiels C, N dans la ferrite. En conséquence une précipitation abondante de nitrures peut apparaître durant le refroidissement. Cette précipitation de nitrures peut affecter les propriétés d'usage des aciers austénoferritiques, particulièrement la résistance à la corrosion, à cause de l'appauvrissement local en chrome.

#### **1.2.4.2 Transformations à basse température (< 500°C)**

Comme pour les aciers ferritiques à haute teneur en chrome, la ferrite des aciers duplex peut être durcie par traitement entre 300 et 550°C. Ce durcissement peut être causé par différentes transformations : formation de phase  $\epsilon$ , précipitations de carbures, nitrures, précipités riches en cuivre.

Le durcissement de la ferrite est généralement attribué à la formation de phase  $\epsilon$  par décomposition spinodale. La ferrite se sépare spontanément en zones alternativement enrichies ou appauvries en chrome. A des températures un peu plus élevées, il n'est pas exclu que la transformation se fasse par germination et croissance. La formation de cette phase est facilitée par de hautes teneurs en Cr et en éléments interstitiels et, à un degré moindre, par des additions de titane, aluminium et cuivre. Le rôle du molybdène reste incertain.

Des maintiens prolongés à 400°C peuvent mener également à la formation de carbures et nitrures qui contribuent au durcissement de la ferrite par leur faible taille.

Enfin, pour des nuances contenant du cuivre et/ou du tungstène, d'autres mécanismes de durcissement apparaissent. Dans le cas du cuivre, la sursaturation de la ferrite due à la décroissance de sa solubilité aux basses températures, se traduit par la précipitation de particules extrêmement fines enrichies en cet élément et étend le domaine de durcissement vers les basses températures [13,16].

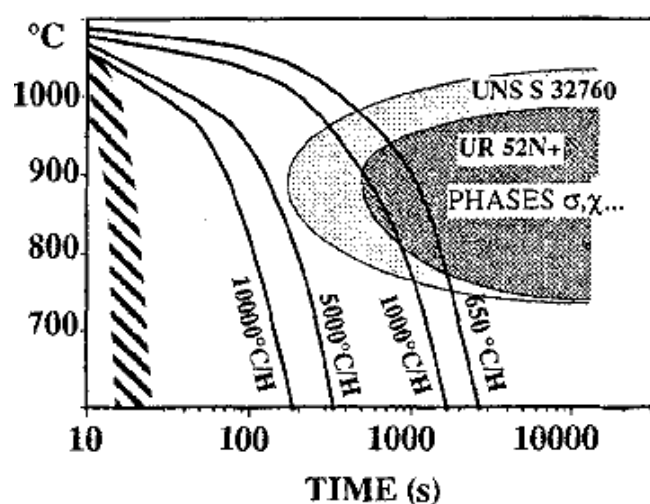
#### **1.2.4.3 Transformations en refroidissement continu**

Pour des traitements industriels, il est important de se souvenir, qu'aux températures élevées proches de la température de remise en solution, la nucléation des précipités est lente et leur croissance est rapide, alors que c'est l'inverse aux plus basses températures au voisinage du nez de précipitations. Il peut être ainsi difficile d'éviter la précipitation de phases durant le réchauffage de produits épais et il est alors nécessaire d'accomplir le traitement

thermique à une température suffisamment haute pour remettre en solution les phases formées lors du chauffage.

Au contraire, durant le refroidissement, la faible vitesse de nucléation à haute température et la lente cinétique de croissance à plus basse température font qu'il est relativement facile d'éviter la formation de phases.

La **Figure I.9** montre l'exemple d'un diagramme de refroidissement continu pour la nuance **UR52N+**. Après hypertrempe à 1080°C, des vitesses aussi lentes que 2000°C/h sont réalisables sans précipitations. Des vitesses de refroidissement plus rapides sont recommandées en cas de traitement à plus hautes températures puisque, comme nous l'avons vu, le risque de précipitation de nitrures est accru.



( // ) Vitesses de refroidissement typiques d'une ZAT

**Figure I.9** Diagramme de refroidissement continu (chauffage à 1080°C) [16]

## **I.2.5 Propriétés physique et mécanique**

### **I.2.5.1 Propriétés physiques**

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles, voisins de ceux des aciers au Carbone [4], ce qui les rend convenables aux conditions de cyclages thermiques. De plus, la conductivité thermique est plus importante que celles des aciers austénitiques. Aussi, comme les aciers inoxydables austéno-ferritiques contiennent environ 50% de ferrite, ils présentent un certain degré de magnétisme. Quelques propriétés physiques des aciers inoxydables duplex sont données dans les **Tableaux I.4 et I.5**.

Tableau I.4: propriétés physiques à la température ambiante de nuances austéno-ferritiques [17].

Désignation	UNS number	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Chaleur spécifique (J/kg°K)	Résistivité électrique (μΩ/m)	Module d'Young (GPa)
2304	S32304	7.75	482	—	200
2205	S31803	7.85	482	0.80	200
255	S32550	7.81	488	0.84	210
2507	S32550	7.79	485	—	200

Tableau I.5 : propriétés physiques de nuances duplex aux hautes températures [17].

Désignation	UNS number	20°C	100°C	200°C	300°C	400°C	500°C
Module Elastique en tension (GPa)							
2304	S32304	200	190	180	170	160	150
2205	S31803	200	190	180	170	160	150
255	S32550	210	200	198	192	182	170
2507	S32750	200	190	180	170	160	150
Coefficient moyen de dilatation thermique température 20°C à T (cm/cm/°C×10 <sup>-6</sup> )							
2304	S32304	12.6	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0
2205	S31803	12.6	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0
255	S32550	11.7	12.1	12.6	13.0	13.3	13.6
2507	S32750	12.6	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0
Conductivité thermique (W/m°C)							
2304	S32304	16.0	17.0	19.0	20.0	21.0	22.0
2205	S31803	16.0	17.0	19.0	20.0	21.0	22.0
255	S32550	13.5	15.1	17.2	19.1	20.9	22.5
2507	S32750	16.0	17.0	19.0	20.0	21.0	22.0

### II.2.5.2 Propriétés mécaniques

Les aciers austéno-ferritiques présentent des propriétés mécaniques très intéressantes. Les limites d'élasticité, en particulier, sont élevées tandis que la ductilité reste satisfaisante. Cet excellent compromis est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est conféré par la phase ferritique alors que l'austénite permet de conserver

ductilité et ténacité. Le **Tableau I.6** illustre la dépendance des propriétés mécaniques avec la teneur en ferrite. L'action durcissant et fragilisant de la ferrite est mise en évidence.

**Tableau I.6.** Propriétés mécaniques et teneur en ferrite [8].

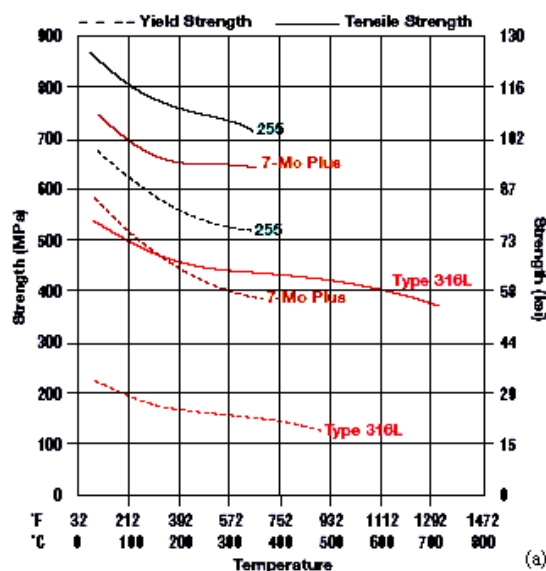
Acier	[ $\alpha$ ] %	R <sub>0,02</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A %	KCU J/cm <sup>2</sup>
Z6 CN 18-10 (AISI 304 L)	0	220	590	50	2200
Z3 CNDU 21-8	65	350	670	35	180
Z5 CNUD 26-6	80	800	850	20	100

Le **Tableau I.7** donne quelques propriétés mécaniques de tôles en aciers inoxydables duplex. L'évolution de quelques propriétés mécaniques de quelques nuances austénoferritiques est illustrée dans la **Figure I.10**. Il faut aussi souligné que les propriétés mécaniques dépendent de la composition chimique de l'acier et des traitements thermiques. Une augmentation des teneurs en Chrome, en Molybdène et en Cuivre provoque un durcissement par solution solide.

Notons enfin que les aciers inoxydables duplex conservent une ténacité appréciable même à des températures assez basses, mais n'atteignent pas les températures pour l'emploi dans les conditions cryogéniques.

**Tableau I.7.** propriétés mécaniques selon les spécifications ASTM pour tôles en aciers inoxydables austénoferritiques [17].

Désignation	Dénomination UNS	Résistance à la traction (minimum)	Limite élastique (minimum)	Elongation (minimum)	Dureté (maximum)	
					Brinell	HRB
2304	S32304	600	400	25.0	290	32
2205	S31803	620	450	25.0	293	31
255	S32550	760	550	15.0	302	32
2507	S32750	795	550	15.0	310	32



**Figure I.10.** (a) Evolution de la limite élastique proportionnelle et de la résistance à la traction de quelques aciers inoxydables duplex en fonction de la température [17] ;

#### a) Dureté

Les duretés Brinell et Rockwell (HRB) de quelques nuances austéno-ferritiques sont données dans le **Tableau I.7**. La dureté est fonction de plusieurs paramètres parmi lesquels on peut citer : la taille des grains, la précipitation de phases durcissantes ainsi que le soudage.

##### a) Résistance au choc (résilience)

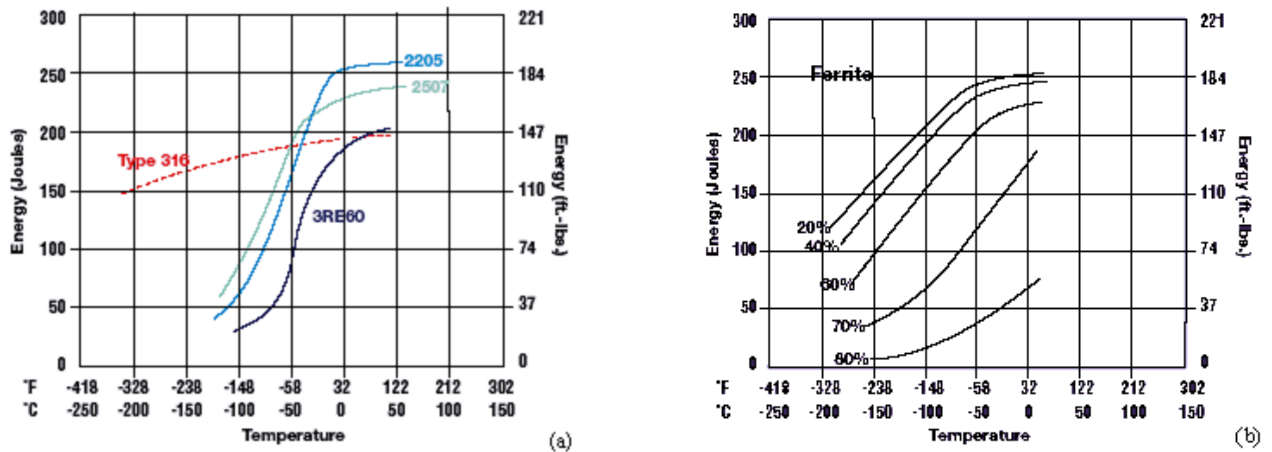
La ténacité dépend de la composition chimique, ainsi que de l'historique thermomécanique de l'acier qui influe sur sa microstructure et sa texture [4] (**Figure I.11**). Aussi, les éléments résiduels jouent un rôle important. En effet, la résilience est améliorée par la réduction de la teneur en Oxygène. Il existe d'autres facteurs qui affectent la ténacité, toute précipitation de phases intermétalliques, telle que la phase sigma, conduit à une diminution très importante de la ténacité. Les résultats de l'essai de résilience à basse température pour quelques aciers inoxydables duplex dont le plan de l'entaille est transversal à la direction du laminage sont illustrés sur la **Figure I.11.a**. Ces aciers présentent une température de transition ductile-fragile bien définie et une bonne ténacité à température inférieure à (-100°C). La ténacité est inversement proportionnelle au taux de ferrite ; une teneur en ferrite élevée réduit la ténacité et la température de transition ductile-fragile, en particulier quand le taux de ferrite est d'environ 80% (**Figure I.11.b**).

##### b) Caractéristiques de traction :

Les caractéristiques minimales de traction des alliages austéno-ferritiques plats sont présentées dans le **tableau I.6**. Les valeurs de  $R_e$  et de  $R_m$  des aciers duplex sont plus élevées que ceux des aciers ferritiques et austénitiques. En effet, la caractéristique majeure des aciers inoxydables duplex est leur résistance mécanique élevée à la température ambiante [3].

c) Ductilité :

Malgré leur haut niveau de résistance mécanique, les aciers inoxydables duplex possèdent une bonne ductilité grâce à la présence de la matrice austénitique, qui conserve aussi une bonne ténacité.



**Figure I.11.** (a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex ; (b) Effet du taux de ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex [17].

## I.2.6 Résistance à la corrosion

Les aciers inoxydables possèdent une excellente résistance aux différents types de corrosion généralisées et localisées, ainsi qu'aux agressions combinées. Les propriétés les plus importantes de ces aciers qui les distinguent nettement des aciers inoxydables austénitiques et ferritiques, sont leur excellente résistance à la corrosion intergranulaire associée à leur bon comportement vis-à-vis de la corrosion sous contrainte et en fatigue-corrosion. Nous passons successivement en revue les divers types de corrosion en dégageant les caractéristiques particulières essentielles des aciers inoxydables austéno-ferritiques.

### I.2.6.1 Corrosion intergranulaire

La résistance à la corrosion intergranulaire a été la propriété la plus anciennement utilisée de ces aciers, à l'époque où les phénomènes de corrosion intergranulaire étaient l'écueil essentiel rencontré dans l'utilisation industrielle des aciers inoxydables. Cette très bonne résistance à la corrosion intergranulaire s'explique en partie, par le niveau encore relativement élevé de la teneur en chrome obtenue, après traitement de sensibilisation dans la zone de précipitation des carbures de chrome en bordures / , les phénomènes de diminution locale de la teneur en chrome (déchromisation), qui sont à la base de cette corrosion intergranulaire dans les aciers austénitiques ou ferritiques, se produisent en général trop faible dans les aciers austéno-ferritiques [14]. La très bonne résistance de ces aciers est donc due à la faible probabilité d'existence de joints de grains homogènes / et / sensibles aux phénomènes qui causent la corrosion intergranulaire.

### **I.2.6.2 Corrosions par piqûres et crevasses en milieux chlorurés**

Les propriétés de résistance à la corrosion par piqûres et crevasses ne dépendent pas de la structure mais de la teneur en éléments d'alliage favorisant cette résistance : chrome, molybdène et azote en ce qui concerne la résistance à l'amorçage de la piqûre et chrome, molybdène, nickel et cuivre en ce qui concerne la résistance à la propagation de ces corrosions localisées. Il faut par ailleurs, tenir compte d'éléments mineurs dont l'influence peut être très importante tels que le soufre, néfaste, ou le titane, favorable et des inclusions non métalliques dont l'effet est déterminant au stade de l'amorçage de la piqûre [15]. Les aciers inoxydables duplex présentent une excellente résistance à la corrosion par piqûres [03].

## **I.2.7 Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex**

### **I.2.7.1 Soudabilité 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.

Les aciers inoxydables duplex ne sont pas aussi facilement soudés que les nuances austénitiques mais la faible dilatation thermique qui les caractérise réduit la distorsion et les contraintes résiduelles qui apparaissent après soudage.

### **I.2.7.2 Cycle thermique de soudage**

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

- Un chauffage très rapide jusqu'à une température comprise entre la température initiale et la température de fusion du métal.
- Un refroidissement qui succède immédiatement au chauffage et dont la cinétique dépend essentiellement des paramètres de soudage [18].

L'intérêt de la connaissance thermique de l'opération de soudage est tout d'abord de permettre l'interprétation aussi quantitative que possible des phénomènes métallurgiques que cette opération engendre et par la suite de prévoir ces phénomènes pour en tenir compte dans le choix des procédés de soudage et des modes opératoires.

L'interprétation métallurgique de tous les phénomènes résultant d'un effet thermique requiert, comme condition nécessaire, la connaissance de la température atteinte. A cette condition de température s'ajoutent une ou plusieurs conditions de temps, qu'il s'agisse de l'échauffement, du séjour à température ou du refroidissement. Pour interpréter les phénomènes qui prennent naissance, durant l'opération de soudage, en un point donné de l'assemblage, il faut donc

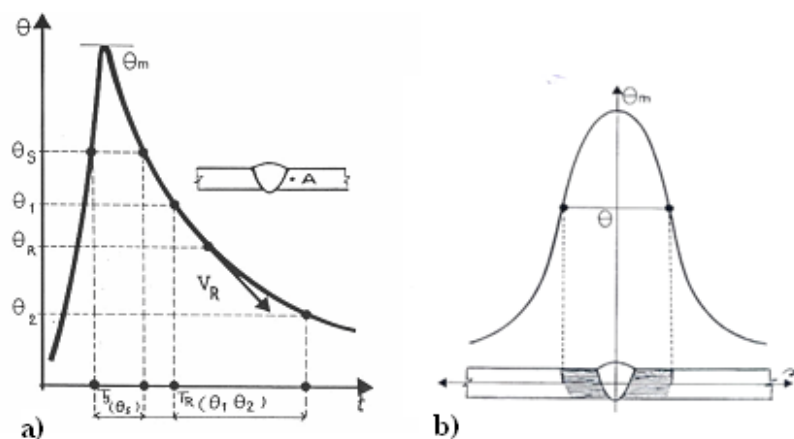


connaître le cycle thermique de soudage, c'est-à-dire la variation de la température en fonction du temps. La courbe correspondante  $\theta = f(t)$ , tracée en un point A voisin d'une soudure est montrée dans la **figure I.12.a**. La courbe  $\theta = f(x)$  de la **figure II.12.a** nous renseigne sur les grandeurs suivantes :

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

Ainsi déterminées, en un point de l'assemblage, les grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent naissance en ce point. Par exemple, la répartition thermique aux alentours d'une soudure.

Cette répartition se détermine par le tracé de la courbe  $\theta_m = f(x)$  (**figure I.12.b**), qui donne la variation de la température maximale  $\theta_m$  atteinte en chaque point en fonction de la distance  $x$ .



**Figure I.12** (a) Variation de la température en fonction du temps  $t$  [4],  
(b) Variation de la température en fonction de la distance  $x$  [19].

Pendant le cycle de soudage, le déplacement du volume thermique provoque, perpendiculairement à la ligne de fusion, des changements microstructuraux dans le métal de base. Ces modifications dépendent de la température maximale atteinte et de la cinétique de refroidissement en ce point. A partir de l'axe du cordon, on distingue successivement les zones suivantes (**figures I.13.a et I.13.b**).

- Métal de base (MB) : métal des pièces à assembler.
- La zone affectée thermiquement (ZAT) : partie du métal de base qui n'a pas été fondue, mais dont les propriétés mécaniques ou la microstructure ont été modifiées à un degré quelconque par la chaleur du soudage.
- La zone de liaison (ZL) : zone marquant la frontière entre la zone fondue et la zone affectée thermiquement.

- La zone fondue (ZF) : c'est le volume qu'occupe le métal fondu après solidification dans les soudures par fusion.

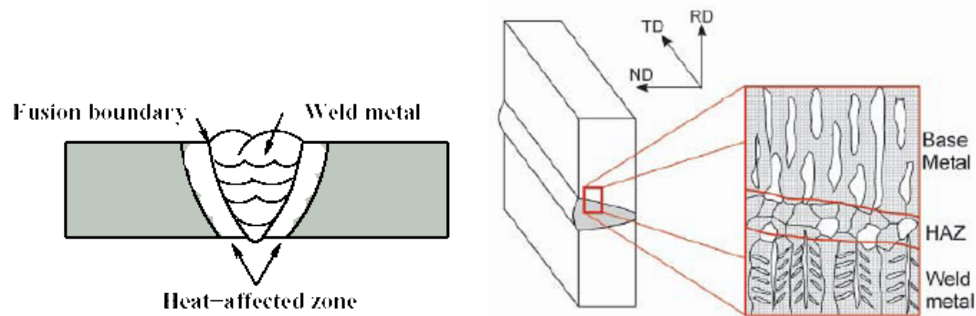


Figure I.13: (a) Les différentes zones d'une soudure [20]. (b) Schéma représentatif d'une structure austénoferritique soudée dans les trois zones principales [18]

### I.2.7.3 Évolution de structure dans la ZAT

La ZAT surchauffée est définie comme étant la zone adjacente à la zone fondue, sa température est voisine du point de fusion de l'acier soudée et sa structure est entièrement ferritique au chauffage, alors que la ZAT recuite est la zone où les fractions volumiques de l'austénite et de la ferrite demeurent inchangées. Diverses transformations ont lieu entre ces deux zones et la complexité de ces transformations est d'autant plus importante que le nombre de passes est élevé.

### I.2.7.4 La ZAT surchauffée

Les transformations microstructurales qui ont lieu dans la ZAT surchauffée sont essentiellement contrôlées par le procédé de soudage et par la composition chimique. Pour une composition chimique donnée, la microstructure dans la ZAT surchauffée dépend de l'historique thermique imposé. Ainsi, l'énergie de soudage, l'épaisseur de la pièce à souder, le préchauffage et la température d'interpassage sont autant de paramètres qui affectent la microstructure de la ZAT surchauffée.

Plus particulièrement, c'est la température maximale du cycle thermique et la durée de séjour dans le domaine ferritique qui contrôlent la dissolution de l'austénite et la taille du grain ferritique. La reformation de l'austénite implique la redistribution de l'azote à lieu dans les joints de grains ferritiques, elle peut aussi apparaître dans les sites intergranulaires. Une taille de grain de ferrite élevée retarde la formation de l'austénite.

### I.2.7.5 La ZAT recuite

Cette zone se situe loin de la zone fondue et présente un historique thermique qui peut provoquer la formation de phases intermétalliques qui, en fait, dépend de la composition chimique, des traitements thermiques ultérieurs et de la durée totale de séjour aux hautes températures (cycle thermique total). Ainsi, les ZAT des soudures austénoferritiques peuvent subir deux types de modifications structurales :

1. Un refroidissement de la teneur en ferrite consécutive au cycle thermique de soudage dont la vitesse de refroidissement est trop rapide pour une transformation complète en austénite de la ferrite formée au chauffage. Et c'est pour cette raison qu'il faut que l'énergie de soudage soit assez élevée.

2. Une transformation partielle de la ferrite en phases intermétalliques éventuellement accompagnée de la précipitation de carbures et/ou nitrures, en particulier en présence de réaffectation thermiques. Pour éviter ces précipitations, il est donc recommandé de ne pas utiliser des énergies de soudage trop élevées. Ceci dit, un contrôle des transformations dans la ZAT s'impose, et ce en contrôlant les paramètres de soudage pour assurer des conditions de refroidissement assez lentes pour permettre la reformation de l'austénite, et assez élevées pour éviter la précipitation de phases intermétalliques. Pour cela, il faut prendre en considération l'énergie de soudage et les températures d'interpasse, on maintiendra l'énergie de soudage dans l'intervalle 10 à 20 kJ/cm tout en garantissant une température d'interpasse inférieure à 150°C. Cependant, cette approche ne définit pas complètement le cycle thermique approprié pour obtenir des propriétés optimales. On a donc recours au temps de refroidissement entre 1200 et 800°C  $t_{12/8}$  qui est recommandée pour les aciers inoxydables duplex, car il couvre l'intervalle de températures dans lequel la formation de l'austénite a lieu. Le temps de refroidissement  $t_{12/8}$  se situe entre 4 et 15s [4].

### I.2.7.6 Solidification de la zone fondue et formation de l'austénite

Dans le métal fondu, la solidification et la croissance de la ferrite se font suivant le mode épitaxie selon lequel les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lequel ils reposent, la croissance des premières dendrites est orientée selon le gradient thermique [21]. La taille du grain ferritiques, l'orientation des grains, le taux de ferrite et la morphologie influencent les propriétés du métal fondu. Aussi, le partage des éléments à l'état solide entre l'austénite et la ferrite peut sérieusement affecter les propriétés de la zone fondue.

La formation de l'austénite débute initialement sur des sites intergranulaires, s'ensuit alors la formation de l'austénite type Widmanstätten ou sur des sites intergranulaires. Étant donné que la formation de l'austénite a lieu dans les joints de grains, une petite taille des grains de ferrite favorise des taux d'austénite élevés. En général, le taux de ferrite dans le métal fondu est compris entre 30 et 70% selon la composition chimique et les vitesses de refroidissement.

La **Figure. I.14** récapitule les différentes zones dans un joint soudé austéno-ferritiques. L'étendue des différentes zones représentées dépend fortement des paramètres de soudage et du procédé utilisé.

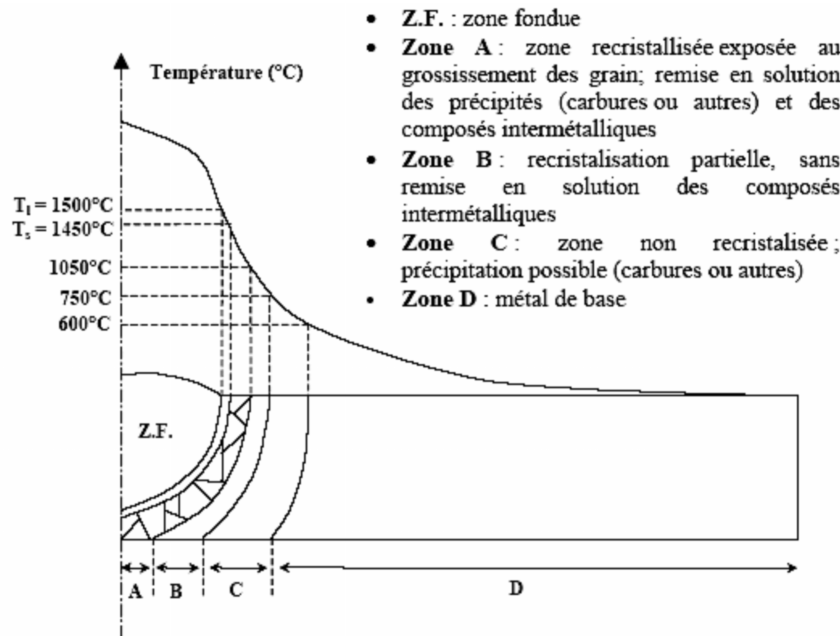


Figure II.14. Différentes zones d'un joint soudé austéno-ferritique [22].

### I.2.7.7 Contrôle de la ferrite dans les joints soudés

Le problème essentiel est le contrôle de la teneur en ferrite du joint soudé (ZF et ZAT) qui est d'une importance particulière. La prédétermination de la teneur en ferrite dans la ZF n'est plus possible à partir du diagramme de Schaeffler (influence de l'azote non prise en compte) [23].

Le diagramme présentant le meilleur compromis est celui d'Espy (Figure I. 15)

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1.5 (\%Si) + 0.5(\%Nb) + 5(\%V) + 3(\%Al)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30(\%C) + 0.87 + 0.33(\%Cu) + (\%N \cdot 0.045) \cdot X$$

Avec :

a = 20 pour r 0.26 %N 0.35

a = 22 pour 0.21 %N 0.25

a = 30 pour %N 0.20

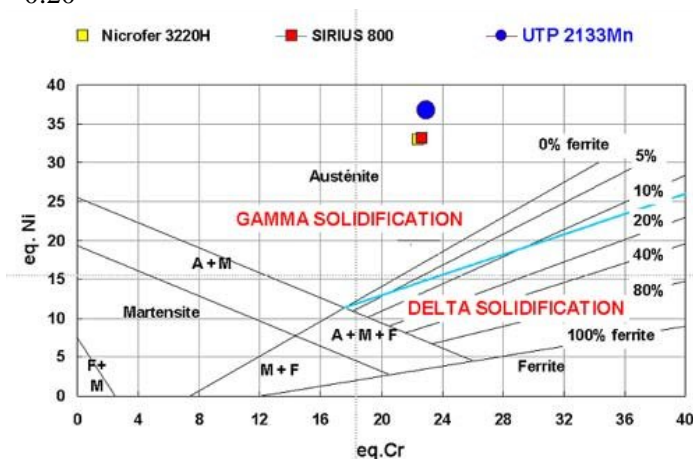


Figure I.15. Diagramme d'Espy pour les constitutions des aciers inoxydables à l'état brut de soudage [5]

### I.2.7.8 Traitements thermiques sur soudures

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ne sont pas sensibles à la corrosion intergranulaire et, de ce point de vue, ne nécessitent aucun traitement thermique après soudage.

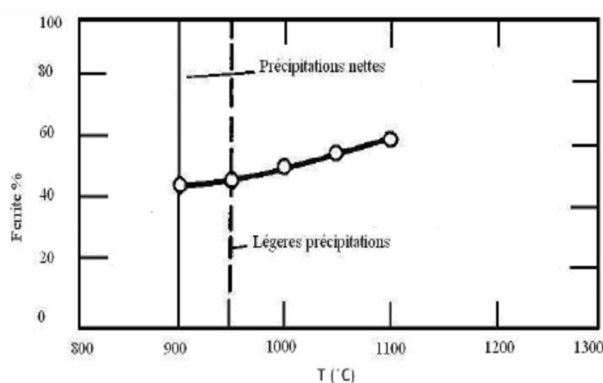
Il est conseillé de ne pratiquer ni préchauffage ni poste-chauffage sur les nuances austéno-ferritiques afin d'éviter toute transformation de la ferrite. Par contre, l'opération de soudage peut détruire l'équilibre ferrite/austénite dans un joint soudé. Pour rétablir cet équilibre, on pratiquera un traitement d'hypertrempe [5].

### I.2.7.9 Hypertrempe

Il s'agit d'un traitement thermique dont le but est d'obtenir, à la température ambiante, une structure composée de 50 % d'austénite et 50 % de ferrite, sans phases intermétalliques et/ou précipités. La ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques étant sensible au phénomène de fragilisation à 475°C et à la formation de phase entre 700 et 950 °C, voire 1050 °C pour les nuances contenant du molybdène, il faut passer rapidement sur ces températures au cours du refroidissement. La température d'hypertrempe sera de l'ordre de 1050 °C pour les nuances sans molybdène et de 1100 °C pour les nuances avec molybdène. L'ajustement final de la température se fera en fonction de l'équilibre ferrite/austénite que l'on veut obtenir.

### I.2.7.10 La variation de la teneur en ferrite en fonction de la température d'hypertrempe

La teneur en ferrite d'un acier austéno-ferritique entre 900°C et 1200°C, est une fonction croissante de la température [24], cette évolution est illustrée dans la **Figure I.16**.



**Figure I.16** .Influence du traitement thermique sur le taux de ferrite dans un acier Austéno-ferritiques [24].

Toutefois, les nuances à fort azote présentent une meilleure stabilité de la teneur en ferrite en fonction de la température. Lors d'une opération de soudage, cela peut éviter une ferritisation inopportune de la zone affectée thermiquement [25] (la ferritisation est également minimisée par une faible énergie de soudage limitant la vitesse de refroidissement en ZAT).

La teneur de la ferrite d'un acier austéno-ferritique en éléments alphagènes (Cr, Mo, Si), qui aggravent la cinétique de fragilisation de la phase, est supérieure à la teneur nominale de l'acier en ces éléments, car les éléments alphagènes tendent à ségréger dans la ferrite. Ainsi, le rapport entre la teneur de la ferrite et la teneur de l'austénite en l'élément considéré, appelé coefficient de partition peut aller de 1.1 à 1.2 pour le chrome et le silicium, et de 1.3 à 1.8 pour le molybdène [13].

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases et s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des phases. On constate une réduction des coefficients de partage entre phases après hypertrempe à température plus élevée. La ferrite en particulier, en fraction volumique supérieure après traitement à 1200°C, contient proportionnellement moins de molybdène et de chrome tandis que probablement simultanément l'austénite s'enrichit en azote [8].

### **I.2.8 Applications typiques d'aciers duplex 2205**

La bonne résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques respectables de ces aciers en font des produits de choix pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire, la teinturerie, la tannerie et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder [26].

On cite Quelques exemples typiques pour l'application des aciers inoxydables duplex 2205 :

- Supports, poteaux d'appui, fixations etc. dans la construction
- Constructions générales aux exigences élevées en termes de statique et de résistance à la corrosion
- Construction de citernes, construction de réservoirs sous pression
- Chauffes-eau, échangeurs thermiques
- Pontage, construction de tunnels
- Epuration des gaz de fumée
- Industries du bois et du papier
- Usines de dessalement, systèmes d'eau de mer
- Réservoirs et tuyauteries de navires citerne pour produits chimiques
- Pales, mélangeurs et arbres de l'industrie chimique
- Portes coupe-feu, parois coupe-feu et coupe-vent pour plateformes pétrolières [27].

## *Chapitre : II*

**L**e vieillissement de la ferrite dans les aciers  
inoxydables austéno-ferritique (duplex)

## **II.1 Introduction**

La structure biphasée des aciers inoxydables austénoferritiques leur confère plusieurs avantages. La présence de la ferrite assure une bonne résistance mécanique et l'austénite améliore la ductilité du matériau. Cette structure présente aussi des inconvénients de limiter de façon importante les températures d'utilisation, leur emploi est limité dans la zone de (-50 à 320°C). Au dessus on risque des précipitations et l'apparition des nouvelles phases qui entraînent des modifications structurales affectant profondément leur comportement. Ce phénomène appelé « vieillissement thermique », se caractérise par des transformations microstructurales principalement dans la phase ferritique. Ces transformations provoquent une augmentation de dureté de la ferrite et, par conséquent, la chute de la résilience du matériau. Quelques transformations microstructurales peuvent intervenir dans la phase austénitique mais elles sont sans conséquence sur les propriétés mécaniques.

Dans ce chapitre on veut étudier ces transformations et leurs conséquences sur les propriétés du matériau au cours de vieillissement aux températures inférieures à 500°C



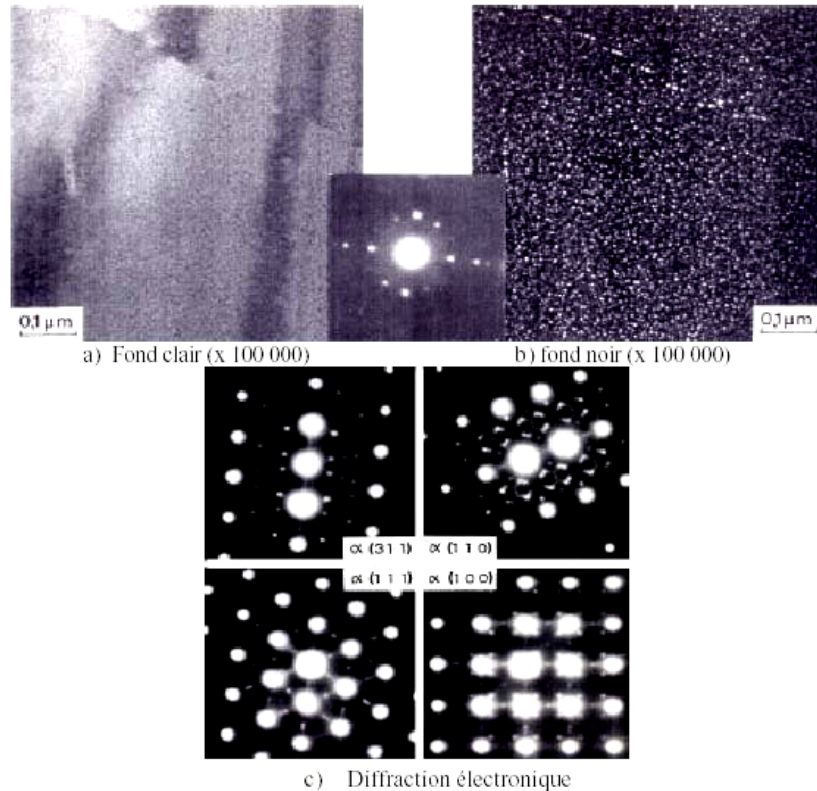
## **II.2.Généralité sur la Fragilisation des aciers inoxydables par traitement thermique de vieillissement**

Le vieillissement thermique des aciers austénoferritiques à température inférieure à 600°C se caractérise par des transformations microstructurales principalement dans la phase ferritique. Ces transformations provoquent une augmentation de la dureté de la ferrite et, par conséquent, la chute de la résilience du matériau. Les transformations dans la ferrite sont principalement la démixtion / et la précipitation d'une phase intermétallique riche en Ni, Si et Mo, la phase **G** [28, 29,20] (**Figure II.1**). Les particules **G** sont de structure CFC et de taille très petite (entre 1 et 10 nm généralement et de 50 nm occasionnellement) et elles précipitent, plus ou moins uniformément, dans les grains ferritiques, dépendant de la composition chimique de l'acier. Les particules les plus grosses se forment préférentiellement dans les défauts, les autres se forment dans les interfaces / . Leur composition dépend non seulement de la composition chimique de l'acier mais également des conditions de vieillissement.

Des phénomènes de fragilisation secondaires, lors du vieillissement de très longue durée, comme la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  et la précipitation d'austénite de réversion  $\gamma_2$  au sein de la ferrite peuvent également apparaître. Quelques transformations microstructurales peuvent intervenir dans la phase austénitique mais elles sont sans conséquences sur les propriétés mécaniques.

La démixtion de la ferrite (en  $\alpha$  pauvre en chrome et en  $\beta$  riche en chrome) peut selon la teneur en chrome et la température se former selon deux mécanismes différents (**Figure II.2**)

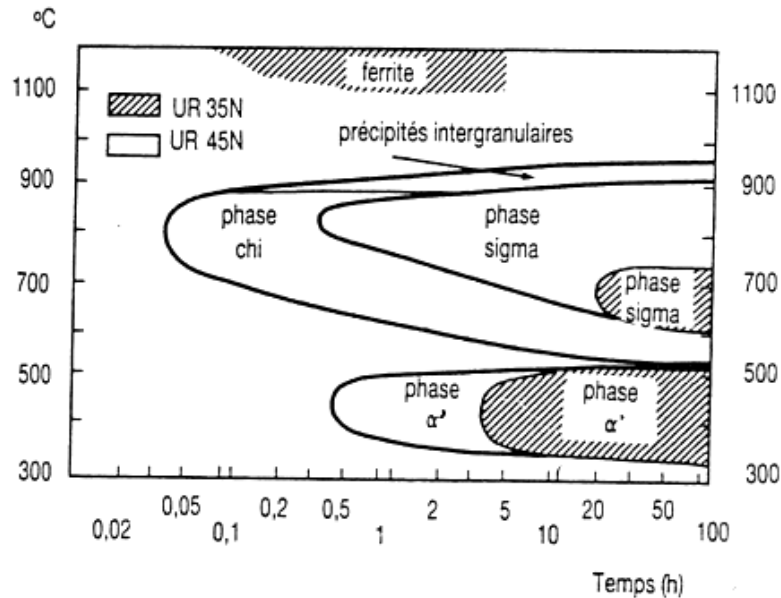
- ▶ par décomposition spinodale (280 <math>T < 475^\circ\text{C}</math>)
- ▶ par germination et croissance (souvent à 500°C) [31].



**Figure II.1.** *Précipitation de phase G dans la ferrite dans un acier Austéno-ferritique vieilli à 400°C pendant 4700h [32].*

Un réseau continûment interconnecté de  $\delta$  de pas variant de 5 à 10 nm et pouvant contenir jusqu'à 80% de chrome se forme.  $\delta$  est de structure CC avec un paramètre de maille très proche de celui de  $\alpha$  (entre celui du fer et celui du chrome).

Le rôle de la phase **G** dans le durcissement et la fragilisation de la ferrite reste très controversé dans la littérature. Le durcissement est attribué principalement à la phase  $\delta$  [33,34]. En effet, les écarts de cohérence entre les réseaux cristallins de  $\delta$  et  $\alpha$  introduisent des contraintes internes qui réduisent la mobilité des dislocations. De plus,  $\delta$  et  $\alpha$  possèdent des modules d'élasticité différents, ce qui modifie l'énergie nécessaire au mouvement d'une dislocation.



**Figure II.2.** Courbes TTT des alliages UR35N et UR45N [31].

- Les compositions chimiques de chaque alliage (UR35N et UR45N) sont mentionnées dans le **tableau I.2**

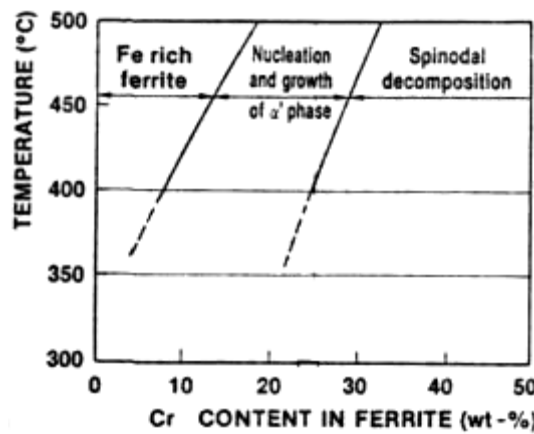
### **II.3. Transformation microstructurales dans la ferrite**

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

Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion  $\alpha/\alpha'$  et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase  $\sigma$ . Des phénomènes de fragilisation secondaires comme la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  et la précipitation d'austénite de réversion au sein de la ferrite peuvent également apparaître.

#### **II.3.1. Démixtion de la solution Fe - Cr**

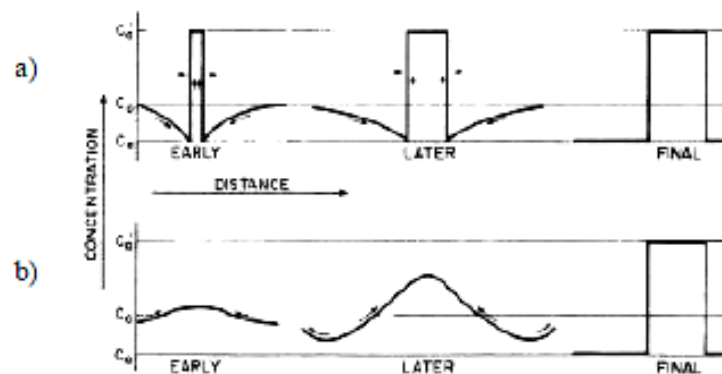
Aux températures comprises entre 250°C et 516°C, la ferrite, solution fer-chrome instable, se décompose en une phase riche en fer,  $\alpha'$ , et une autre riche en chrome,  $\alpha$ , selon deux mécanismes variant en fonction de la température de vieillissement et de la composition de la ferrite (**Figure II.3**).



**Figure II.3.** Limites entre la décomposition spinodale et la germination/croissance en fonction de la température et de la teneur en chrome de la ferrite [35].

Dans le cas de la germination et croissance, les précipités possèdent, dès leur apparition, la composition finale (**Figure II.4.a**). Dans le cas de la décomposition spinodale, les phases ont une composition qui évolue avec le temps vers une composition d'équilibre (**Figure II.4.b**). La différenciation entre les phases apparues par décomposition spinodale et celles apparues par germination et croissance se fait en observant leur formation. Il est possible par exemple de suivre, grâce à la spectroscopie Mössbauer, le spectre d'un pic correspondant à  $\alpha'$  et de comparer son apparition avec la simultanéité ou non de la formation d'une nouvelle phase [36].

S'il y a simultanéité, il s'agit de germination, sinon, il s'agit de décomposition spinodale. Aux températures de service et vieillissements accélérés à 400°C et pour les compositions très proche a nos aciers (26% Cr), la démixtion  $\alpha/\alpha'$  se fait à la fois par décomposition spinodale et par germination et croissance. Dans la littérature, la décomposition spinodale est cependant la plus fréquemment citée. Nous supposons donc par la suite que c'est ce mécanisme qui est responsable de la démixtion. Un réseau continûment interconnecté de  $\alpha'$  de pas variant de 5 à 10 nm et pouvant contenir jusqu'à 80% de chrome se forme.  $\alpha'$  est de structure cubique centrée avec un paramètre de maille compris entre celui du fer et celui du chrome.



**Figure II.4.** Représentation schématique de l'évolution des concentrations en chrome dans les zones  $\alpha'$  apparues par germination et croissance (a) ou par décomposition spinodale (b) [37].

### II.3.2. Précipitation de la phase G

Alors que dans les aciers purement ferritiques, la phase G ne précipite pas au cours du vieillissement, elle apparaît dans la ferrite des aciers duplex. Cette phase, de structure cubique à faces centrées, a pour formule  $\text{Ni}_{16}\text{Ti}_6\text{Si}_7$ , Ni et Ti pouvant être substitués par Cr, Fe, Mo, Mn, V, Nb, Ta, Hf ou Zr. Les plus grosses particules se développent sur les dislocations, les autres se forment aux interfaces / ' car le nickel et le silicium sont rejetés des zones riches en chrome et en fer. La précipitation de la phase G est donc pilotée par la décomposition spinodale. Sa cinétique de précipitation en fonction du vieillissement est caractérisée par la taille des particules, leur densité et leur fraction volumique [38].

La participation de la phase G à la fragilisation de la ferrite est très controversée. Cependant, il semble difficile d'admettre qu'une précipitation aussi intense de petites particules soit sans effet. Afin de mettre en évidence plus facilement le rôle propre de la phase G dans le processus de fragilisation des aciers duplex, un traitement thermique de restauration partielle a été effectué par Danoix et al. [39]. Ce traitement thermique de 30 minutes à 600°C permet de supprimer la décomposition spinodale mais pas la phase G dans des matériaux préalablement vieillis 30 000 h à 350°C et 400°C. Les mesures de résilience et de dureté ont permis de montrer que la restauration des propriétés mécaniques est intégrale pour les matériaux préalablement vieillis à 350°C. En revanche, pour les matériaux vieillis à 400°C, il subsiste une dureté résiduelle dans la ferrite. Les auteurs n'expliquent cependant pas cette différence. Elle vient peut-être de la variation du mécanisme d'apparition de la phase '.

### II.3.3. Phénomènes de fragilisation secondaires

Les phénomènes de fragilisation secondaires dépendent de la composition du matériau, de la durée et de la température du vieillissement. Les deux types de précipitation les plus fréquemment cités sont les carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  et l'austénite de réversion 2. Il existe d'autres phénomènes plus anecdotiques comme la formation de nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$ , de carbures de niobium ou la décomposition spinodale dans l'austénite. Ce paragraphe fait une synthèse des observations rapportées par Chung et Leax [40].

#### a) Carbures $\text{M}_{23}\text{C}_6$

Les carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , d'une taille d'environ quelques micromètres, se forment aux interfaces ferrite/austénite dans les aciers contenant plus de 0,05% de carbone. Dans ce cas, ils risquent de provoquer la fragilisation des interfaces. Ils peuvent également se former dans la ferrite si la teneur en carbone est élevée. Les aciers inoxydables de type CF8M sont moins sensibles à leur formation car ces matériaux contiennent du molybdène qui piège le carbone et l'empêche de diffuser aux interfaces ferrite/austénite. Les carbures  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  précipitent lors de la trempe à l'eau si le refroidissement est trop lent ou lors de maintiens à des températures suffisamment élevées.

### **b) Austénite de réversion $\gamma_2$**

De l'austénite peut précipiter au sein de la ferrite soit sous forme de fines lattes non visibles en microscopie optique pour des vieillissements à des températures inférieures à 400°C, soit sous forme d'ellipses ou de lentilles de 2 à 10  $\mu\text{m}$  pour des vieillissements à des températures supérieures à 500°C.

### **c) Nitrures $\text{Cr}_2\text{N}$**

Des nitrures de chrome se forment aux interfaces ferrite/austénite des aciers de type CF8M contenant au minimum 0.1% d'azote. Ces précipités peuvent provoquer des décohésions d'interfaces. Cependant, notre matériau contenant plus de 0.1% d'azote (0,2% N, l'acier inoxydable duplex 2205), il y a possibilité de formation des nitrures de chrome ne.

### **d) Carbures de niobium**

Les carbures de niobium provoquent une fragilisation rapide des aciers CF8M contenant plus de 0.2% de niobium. Ils se trouvent soit dans la ferrite, soit aux interfaces ferrite/austénite. Dans le premier cas, ils ont une taille de 200 à 300 nm, dans le second cas, une taille d'environ 1  $\mu\text{m}$ . Cependant notre matériau contenant moins de 0.2% de niobium, donc ce type de carbures ne précipite pas.

### **e) Décomposition spinodale dans l'austénite**

Dans des aciers de type CF8 ou CF8M et pour de grandes durées de vieillissement (au delà de 10000 h à 400°C), une décomposition spinodale concernant le fer et le nickel peut apparaître dans l'austénite. Contrairement à la décomposition spinodale dans la ferrite qui est très fine (2 à 5 nm), la décomposition spinodale dans l'austénite est plus grossière (plusieurs centaines de nanomètres).

Cependant cette transformation microstructurale de l'austénite n'a pas d'influence sur la fragilisation globale du matériau car sa cinétique est beaucoup plus lente que celle qui opère dans la ferrite.

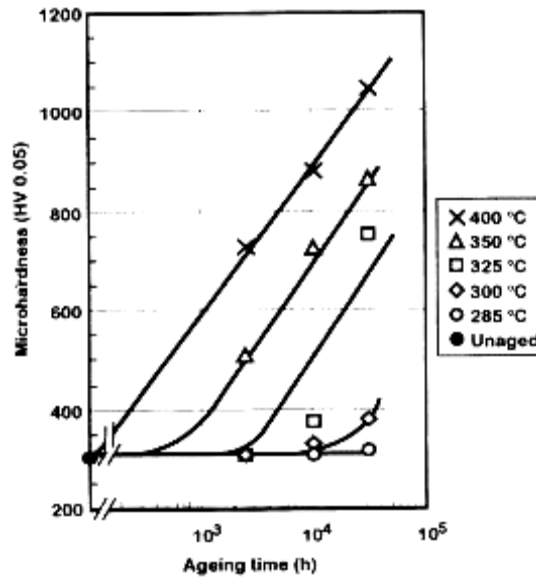
## **II.4.Mesure du vieillissement**

Si les évolutions microstructurales liées au vieillissement ne peuvent être étudiées que par **microscopie électronique en transmission, microsonde atomique ou microscopie Mössbauer**, le vieillissement peut, quant à lui, être directement mesuré de manière plus simple par trois techniques suffisamment sensibles et reproductibles : la **DNPA**, le **PTE** ou la **microdureté [41]**.

La microdureté sous une charge de 50g augmente continûment dans la ferrite en fonction de la température et de la durée du vieillissement. Elle peut évoluer de 300  $\text{Hv}_{0.05}$  à l'état initial jusqu'à 1000  $\text{Hv}_{0.05}$ , valeur plateau pour un vieillissement de 30 000 h à 400°C (**Figure II.5**). Cette technique est sensible à la phase  $\alpha'$  et à la phase G. La mesure est souvent entachée de dispersion en raison des perturbations liées à l'austénite environnante.

Afin de s'affranchir de la perturbation de l'austénite, la technique de la microdureté instrumentée sous une charge de 2g peut être utilisée [42]. La charge est dans ce cas suffisamment faible pour que la dureté soit représentative de chaque phase. La comparaison avec les résultats obtenus sous une charge 50g a montré une bonne corrélation.

L'avantage supplémentaire de la microdureté instrumentée est que le résultat est alors indépendant de l'opérateur, autre source de dispersion non négligeable en microdureté.



*Figure II.5. Evolution de la dureté Hv0.05 avec le vieillissement pour différentes températures [41].*

### II.5. Cinétique du vieillissement

La cinétique de vieillissement obéit à une loi du type Arrhenius (**Relation (1)**) dont l'énergie d'activation diminue lorsque la température de vieillissement augmente. Un paramètre de vieillissement donnant l'équivalence entre le temps et la température de vieillissement est alors déterminé

$$t = t_0 \exp\left(\frac{U}{RT}\right) \dots\dots\dots (1)$$

**t** = temps de maintien (heure) pour obtenir un niveau de fragilisation

**t<sub>0</sub>** = constante de la réaction (heure)

**U** = énergie d'activation (kJ/mol)

**R** = constante des gaz parfaits (J/mol)

**T** = température de maintien (K)

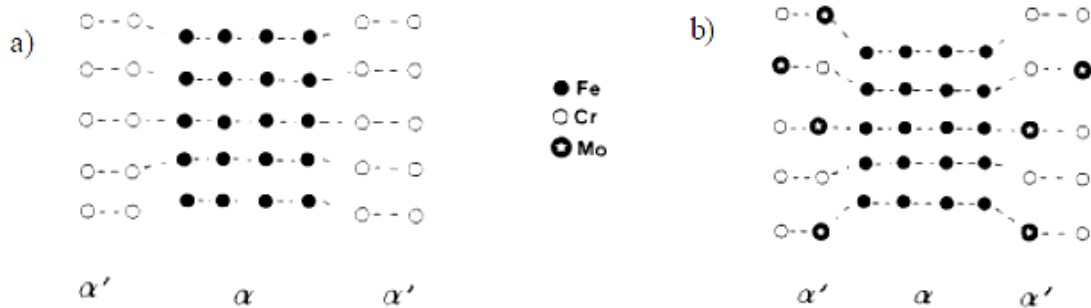
L'énergie d'activation déterminée par Grobner est celle de la diffusion du chrome dans le réseau ferritique, soit  $U = 230$  kJ/mol.

## II.6. Influence des paramètres métallurgiques

L'intensité du vieillissement varie avec les conditions d'exposition (durée et température) mais aussi avec la composition chimique, la proportion et la morphologie de la ferrite ainsi qu'avec la structure de solidification (équiaxe ou basaltique). C'est pourquoi les paramètres métallurgiques et de fabrication jouent un rôle important, rendant le problème du vieillissement plus complexe encore.

Les principaux paramètres métallurgiques intervenant sur la sensibilité du matériau au vieillissement sont les concentrations en molybdène, en nickel, en silicium et en chrome.

Le molybdène agit à la fois sur la démixtion  $\alpha/\alpha'$  et sur la formation de la phase G. Les atomes de molybdène se plaçant plutôt dans la phase  $\alpha'$  que dans la phase  $\alpha$  (**Figure II.6**), ils créent des contraintes élastiques supplémentaires entre  $\alpha$  et  $\alpha'$  et donc un durcissement supplémentaire [38]. En l'absence de molybdène, la phase G ne précipite pas. En revanche, l'augmentation de la teneur en molybdène dans la ferrite provoque une augmentation de la densité de phase G. En effet, la présence de molybdène provoque une diminution de solubilité du nickel dans la ferrite et donc une sursaturation en nickel et en silicium qui favorise la formation de phase G [43]. Le molybdène a donc un effet durcissant sur le matériau vieilli comme le montrent les courbes de résilience de la **Figure II.7**



**Figure II.6.** Schématisation de l'effet du positionnement des atomes de molybdène au sein de  $\alpha'$ . Matériau ne contenant pas de Mo (a) et matériau contenant du Mo (b) [38].

► La présence de **nickel** provoque une accélération de la cinétique de décomposition spinodale quand une teneur seuil est atteinte et que la température de traitement thermique est supérieure à 300°C. Le nickel migre vers  $\alpha'$  et le silicium vers  $\alpha$ . Il y a donc sursaturation en nickel dans la phase  $\alpha'$ , ce qui facilite la germination et croissance de la phase G aux interfaces  $\alpha/\alpha'$ . Le nickel a donc également un effet durcissant [44].

► Le **chrome** a un rôle évident dans le durcissement de la ferrite par décomposition spinodale. En effet, lorsque la teneur en chrome du matériau augmente, la décomposition de la ferrite est amplifiée et donc la dureté de celle-ci augmente [45]



La fragilisation des aciers austéno-ferritiques peut être reliée au paramètre métallurgique  $Cr^*$  telle que ( $Cr^* = Cr+Mo+Si$ ) [38]. En effet,  $Cr^*$  est un bon indicateur en ce qui concerne les teneurs en éléments métallurgiques qui peuvent provoquer le durcissement de la ferrite. De plus, il permet de tenir compte à la fois de la proportion de ferrite présente dans le matériau et de la morphologie des lattes d'austénite et de ferrite. Ces deux derniers paramètres, qui dépendent des teneurs en chrome, molybdène et silicium du matériau, influent directement sur la résilience du matériau

## **II.7 Conséquence du vieillissement sur les propriétés mécaniques**

Le vieillissement de la ferrite provoque une diminution de la ductilité et de la résilience du matériau. Il n'a en revanche pas d'influence sur la limite d'élasticité.

Sous sollicitation de traction, les aciers austéno-ferritiques présentent une faible limite d'élasticité de l'ordre de 350 MPa et un fort écrouissage. La présence de la phase ferritique provoque une augmentation de la limite d'élasticité et de l'écrouissage du matériau par rapport à un acier austénitique. En revanche, la ductilité du matériau diminue. Ces phénomènes sont amplifiés lorsque la phase ferritique est vieillie. Le vieillissement du matériau provoque une faible augmentation de la limite d'élasticité, une augmentation de l'écrouissage mais surtout une diminution de la ductilité.

### **II.7.1. Traction**

Le vieillissement provoque : une faible variation de la limite d'élasticité, une augmentation de la résistance maximale et de l'écrouissage ainsi que la chute de la ductilité (**Tableau II.1**).

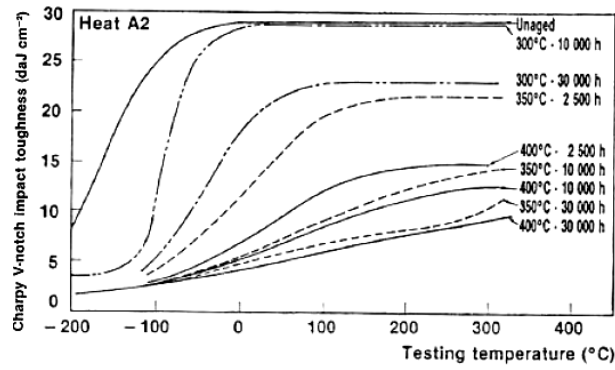
**Tableau II.1.** *Influence du vieillissement sur les caractéristiques de traction à l'ambiante d'un acier austéno-ferritique moulé [46].*

	caractéristiques de traction			
	$R_{p0.2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	Z (%)
non vieilli	371	682	36	66
vieilli 8 000 h à 350°C	399	780	6	8

La phase ferritique provoque une augmentation de la limite d'élasticité et une diminution importante de la ductilité du matériau, cette tendance étant accentuée lorsque la ferrite est vieillie

### **II.7.2. Résilience**

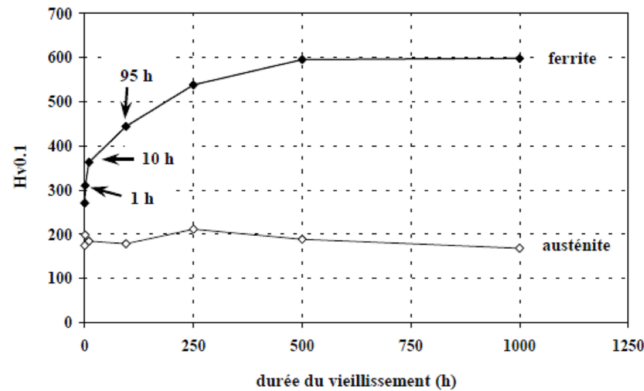
La résilience ou résistance à la fissuration, subit une chute importante au cours des maintiens entre 250 et 500 °C. L'acier subit une fragilisation importante qui se traduit par une mauvaise résistance mécanique (**Figure II.7**). La résistance à la corrosion et à l'oxydation est aussi très affaiblie.



**Figure II.7.** Influence du vieillissement sur la résilience du matériau [47].

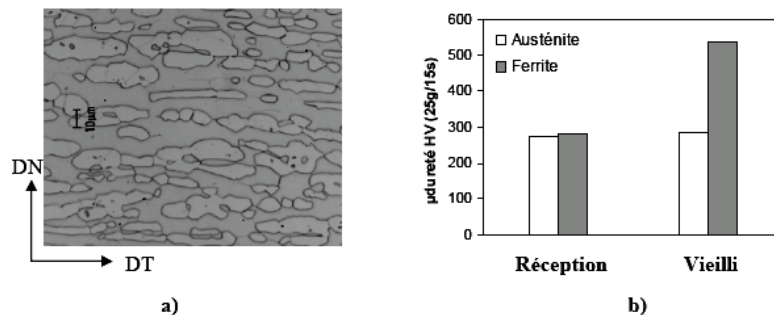
### II.7.3. La dureté

La ferrite subit un durcissement très marqué, au cours des maintiens pendant 100 heures, aux températures de 350 et 475 °C (**Figure II.8**). Les variations sont plus importantes à 475 °C. Ce durcissement débute après 20 heures [48].



**Figure II.8.** Microdureté Vickers sous 100 g des phases ferritique et austénitique de l'acier Z3 CND 22 9 M remis en solution à 1 100°C puis vieillis à 475°C pendant des durées variant de 1 h à 1 000 h (un point correspond à la moyenne de 10 mesures)[49].

La microdureté de la ferrite a pratiquement doublé après un maintien de 1000h à 400°C. Le traitement semble sans conséquences sur les propriétés mécaniques de l'austénite, du moins pour ce qui est de la microdureté (**Figure II.9**) [50].



**Figure II.9.** Microstructure austéno-ferritique après vieillissement (a) Effet du vieillissement sur les microduretés des phases austénitiques et ferritiques (b) [50].

*Chapitre : III*

**M** Matériaux et Techniques Expérimentales

### **III.1. Matériau étudié :**

Le matériau utilisé, pour la réalisation de ce travail, est un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance 2205 contenant environ 50% d'austénite, de structure cubique à faces centrées, et 50% de ferrite de structure cubique centrée (Figure III.1). Ces alliages sont obtenus par coulée continue, puis laminage à chaud de tôles jusqu'à 15mm d'épaisseur. Ils sont fournis à l'état hyperefflué (1050°C), afin d'éviter la précipitation de phases secondaires le prélèvement des échantillons a été fait à partir d'un tube de 8 pouces (17.92 cm) de diamètre et de 9.7 mm d'épaisseur, fourni par l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (ENGTP) de Réghaia. Cet acier est très utilisé dans la fabrication des pipelines, des échangeurs thermiques et des réservoirs de navires. Ce choix est expliqué par les bonnes qualités de soudabilité et de résistance à la corrosion.

L'analyse chimique a été effectuée au Centre de Recherche Nucléaire Draria (CRND), par la méthode de spectrométrie de fluorescence des rayons X. Cette analyse a été effectuée sur un échantillon prélevé par découpage, et ayant subi un usinage au moyen d'une fraiseuse afin d'obtenir une surface plane de dimensions 40x40 mm<sup>2</sup>. Le tableau III.1 résume la composition obtenue.

**Tableau III.1.** *Composition chimique du métal de base UNS S 31803.*

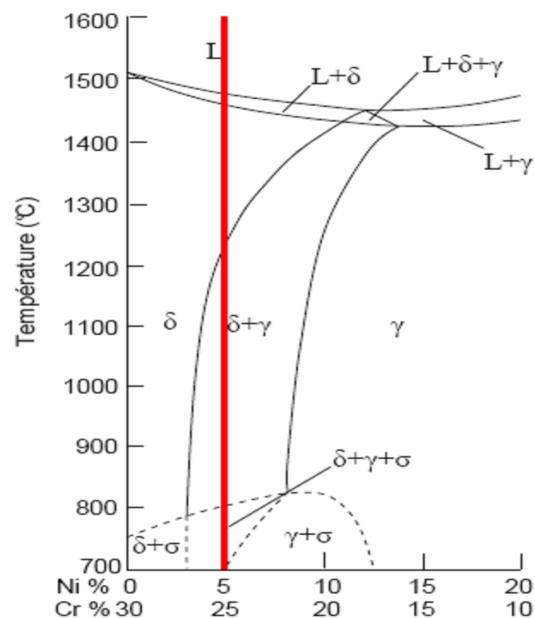
Eléments	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	N	Cu
%	0.04	0.74	0.024	0.019	0.36	5.7	21.8	2.76	0.144	0.060

Cette composition est conforme à la norme ASTM qui définit la composition de cet acier selon le tableau III.2.

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

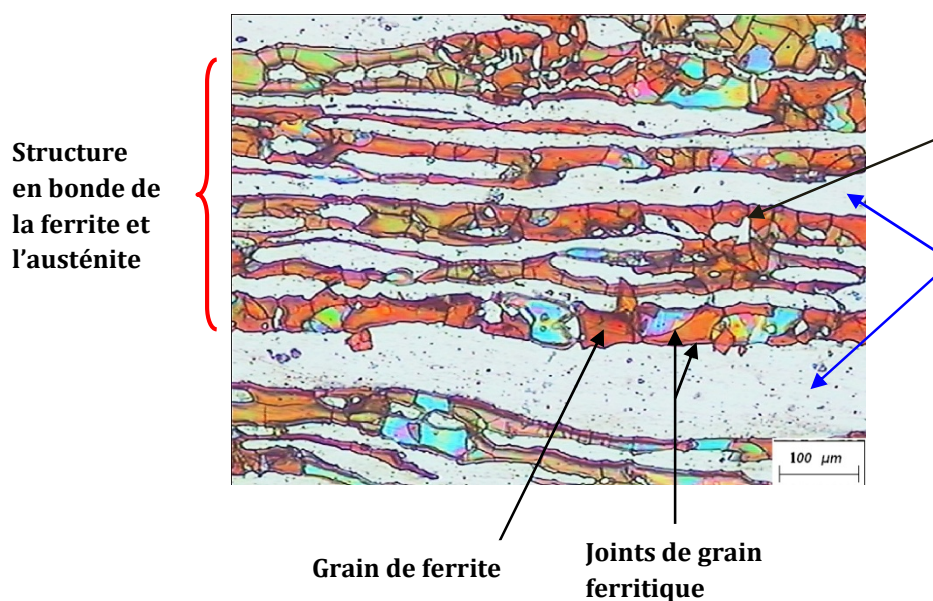
Eléments	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	N
%	0.03	2.00	0.03	0.02	1.00	4.5-6.5	21-23	2.5-3.5	0.08-0.2

La structure de l'acier obtenue, selon la cinétique de refroidissement, est bien déterminée par le diagramme pseudo-binaire présenté dans la figure III.1. D'après ce diagramme, pour un refroidissement lent, la structure est biphasée et équilibrée (50% ferrite et 50% austénite). Dans le cas des refroidissements rapides, le taux de ferrite devient plus important car la transformation est interrompue.



**Figure III.1.** Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe [8].

L'état initial du matériau étudié est caractérisé par la présence d'une structure biphasée dite en bande, constituée de deux phases, l'austénite (apparaît en gris clair) de structure CFC et la ferrite (apparaît en couleurs) de structure CC. Dans cet état, les proportions des deux phases sont respectivement de 49.68% et 50.32%. Un examen au microscope optique de l'état initial de l'acier a permis d'obtenir la micrographie présentée dans la figure III.2.



**Figure III.2.** Micrographie optique du métal de base.

Pour les caractéristiques mécaniques de cet acier (UNS S 31803), elles sont rassemblées dans le tableau III.3

**Tableau III.3.** *Propriétés mécaniques du métal de base UNS S 31803.*

Désignation	Re <sub>0.002</sub> (MPa)	Rm(MPa)	A%	KCV daJ/cm <sup>2</sup>	HRC
31803	523	677	36	22.5	23

## **III.2. Procédures expérimentales**

L'étude du vieillissement de la ferrite dans les soudures d'acier inoxydable duplex UNS S 31803, en condition isotherme a été faite sur des éprouvettes de résilience, toutes les opérations de préparation des éprouvettes (soudage, tronçonnage, usinage) ont été réalisées au sein de l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers..

### **III.2.1 Réalisation des soudures**

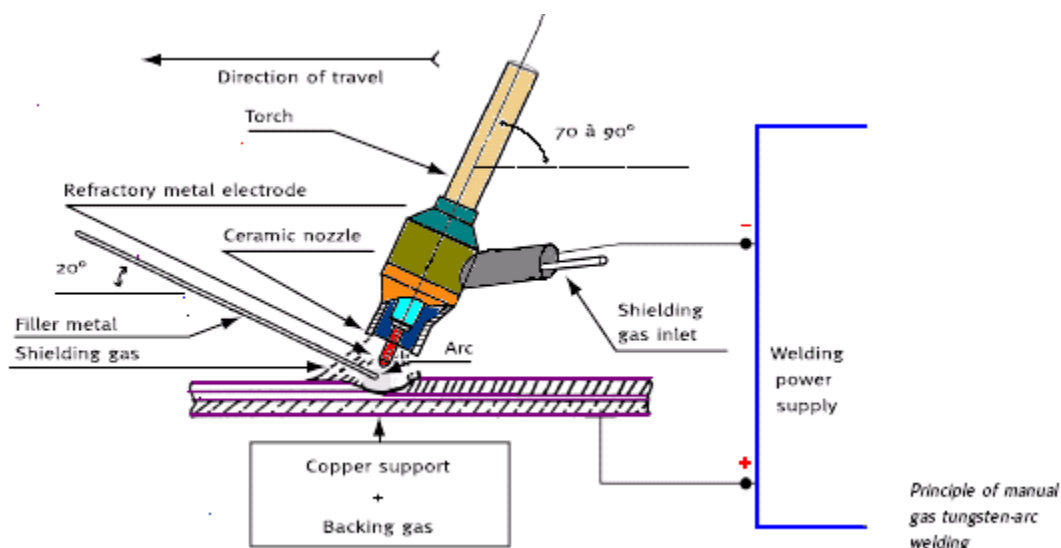
#### **III.2.1.1.Le procédés de soudage**

L'opération de soudage a été réalisée en trois passes avec métal d'apport : la première passe (pénétration) avec le procédé TIG manuel. La deuxième passe (bourrage) et la troisième passe ( finition) avec l'électrode enrobée à cause de l'épaisseur importante de tube soudé. Ce choix est justifié par la haute qualité des soudures obtenues.

Le procédé GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), également connu sous le nom de procédé TIG (Tungstène Inerte Gaz) est illustré dans la **Figure III.3**. L'énergie nécessaire pour fondre le métal à assembler est assurée par un arc électrique amorcé et maintenu entre une électrode réfractaire en Tungstène ou alliage de tungstène et la pièce à souder en mode DCEN (Direct Current Electrode Negative) ou DCSP ( Direct Current Straight Polarity).

En ces conditions, c'est la pièce à souder qui est soumise au bombardement électronique, alors que l'électrode réfractaire s'use peu à peu. L'atmosphère inerte ou légèrement réductrice protège l'arc électrique de l'air ambiant et permet de le maintenir stable. Selon le métal de base, les gaz de protection consistent principalement en des mélanges d'argon (Ar), d'Hélium (He) et d'hydrogène (H<sub>2</sub>). Dans le cas du soudage des nuances austénoferritiques, la présence de l'hydrogène dans le gaz protecteur peut provoquer une fragilisation à froid du joint soudé. Si le soudage s'effectue sans métal

d'apport, un mélange Argon-Azote est utilisé afin de maintenir la structure biphasée ferrite-austénite dans le joint soudé, l'Azote ayant un pouvoir  $\gamma$ -gène important.



**Figure III. 3.** principe du procédé de soudage TIG [20]

### III.2.1.2 Métal d'apport

Le métal d'apport utilisé est selon la norme ASME SECTION IX 2000 : ER2209 pour le procédé TIG sous forme de baguette et le E2209 pour le procédé à l'arc électrique avec électrode enrobée. La composition chimique du métal d'apport utilisé est présentée dans le **tableau III.4**:

**Tableau III.4.** Composition chimique du métal d'apport.

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

En comparant les deux compositions on remarque que la teneur en carbone dans le métal d'apport (0.015%) est inférieure à celle du métal de base (0.03%) pour diminuer le risque de précipitation des carbures de chrome. Par contre, le taux de nickel dans le métal d'apport est plus élevé que dans le métal de base, et ceci dans le but de stabiliser le taux de l'austénite et de la ferrite dans la zone fondue ; Cette zone est soumise à un refroidissement rapide qui engendre un taux de ferrite important. Pour obtenir une structure proche de celle du métal de base on utilise un métal d'apport plus riche en nickel qui favorise la formation de l'austénite.





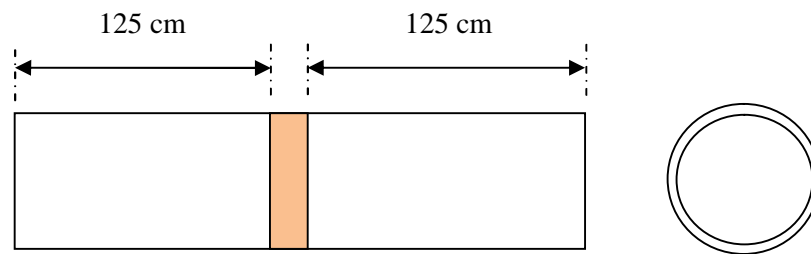
GTP	Welding Procedure Specification	Page 2/2																																												
<b>Welding position :</b> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Passes</th> <th>Root</th> <th>Fill</th> <th>Cap</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>ASME Position</td> <td>All</td> <td>All</td> <td>All</td> </tr> <tr> <td>Rotation or fix</td> <td>Fix</td> <td>Fix</td> <td>Fix</td> </tr> <tr> <td>Welding process</td> <td>Up Hill</td> <td>Up Hill</td> <td>Up Hill</td> </tr> </tbody> </table> <b>Rotation direction :</b>  <b>Other :</b>		Passes	Root	Fill	Cap	ASME Position	All	All	All	Rotation or fix	Fix	Fix	Fix	Welding process	Up Hill	Up Hill	Up Hill	<b>Preheat :</b> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Base metal</th> <th colspan="3">Wall thickness</th> </tr> <tr> <th>/</th> <th></th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> </tbody> </table> <b>Method :</b> <b>Control :</b> <b>Other :</b>	Base metal	Wall thickness			/																							
Passes	Root	Fill	Cap																																											
ASME Position	All	All	All																																											
Rotation or fix	Fix	Fix	Fix																																											
Welding process	Up Hill	Up Hill	Up Hill																																											
Base metal	Wall thickness																																													
	/																																													
<b>Electrical characteristics &amp; Technique</b> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Passes</th> <th>Root</th> <th>Fill</th> <th>Cap</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Welding Processes</td> <td>GTAW</td> <td>SMAW</td> <td>SMAW</td> </tr> <tr> <td>Welding Position</td> <td>All</td> <td>All</td> <td>All</td> </tr> <tr> <td>Current and polarity</td> <td>DC(-)</td> <td>DC (+)</td> <td>DC (+)</td> </tr> <tr> <td>Filer metal</td> <td>ER2209</td> <td>E2209</td> <td>E2209</td> </tr> <tr> <td>Φ Electrode (mm)</td> <td>Tungsten 2.4</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>Φ Rod (mm)</td> <td>2.0-2.4</td> <td>3.25</td> <td>3.25</td> </tr> <tr> <td>Amperage range (A)</td> <td>100-135</td> <td>80-110</td> <td>80-110</td> </tr> <tr> <td>Volt range (V)</td> <td>11-18</td> <td>11-18</td> <td>11-18</td> </tr> <tr> <td>Gas</td> <td>Ar 99.9%</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>Flow Rate (L/min)</td> <td>10-20</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> </tbody> </table> The number of passes in filling and cap depends on the thickness to be welded.  <b>other</b>			Passes	Root	Fill	Cap	Welding Processes	GTAW	SMAW	SMAW	Welding Position	All	All	All	Current and polarity	DC(-)	DC (+)	DC (+)	Filer metal	ER2209	E2209	E2209	Φ Electrode (mm)	Tungsten 2.4	-	-	Φ Rod (mm)	2.0-2.4	3.25	3.25	Amperage range (A)	100-135	80-110	80-110	Volt range (V)	11-18	11-18	11-18	Gas	Ar 99.9%	-	-	Flow Rate (L/min)	10-20	-	-
Passes	Root	Fill	Cap																																											
Welding Processes	GTAW	SMAW	SMAW																																											
Welding Position	All	All	All																																											
Current and polarity	DC(-)	DC (+)	DC (+)																																											
Filer metal	ER2209	E2209	E2209																																											
Φ Electrode (mm)	Tungsten 2.4	-	-																																											
Φ Rod (mm)	2.0-2.4	3.25	3.25																																											
Amperage range (A)	100-135	80-110	80-110																																											
Volt range (V)	11-18	11-18	11-18																																											
Gas	Ar 99.9%	-	-																																											
Flow Rate (L/min)	10-20	-	-																																											
<b>Interpasses temperature</b>  Between the root and the second passes Temperature :150°C  Between other passes : Temperature :150°C  <b>Other</b>		<b>Postweld heat treatment</b>  Heating rate: Holding temperature/time: Duration: Cooling rate: Cooling temperature Controlled until: Material:  <b>Other</b>																																												

### III.2.2 Soudage des tubes

La réalisation du soudage du tube a été faite selon le schéma suivant :

#### 1- Tronçonnage du tube :

Le tube initial a été découpé à froid, à l'aide d'une scie électrique selon les longueurs montrées dans la **figure III.4** :



*Figure III.4. Longueurs des tubes à souder.*

## 2- Préparation des tubes à souder:

Les tubes à souder ont été chanfreinés en V, avec un angle de  $75 \pm 5^\circ$  et un talon de  $1 \pm 0.3\text{mm}$ . Ces chanfreins ont été réalisés à l'aide d'un tour. Les bords ont été nettoyés afin d'éviter toute contamination du bain fondu au cours de l'exécution du soudage. La fixation des bords des tubes à souder a été faite par la réalisation d'un pointage à l'aide de plaquettes distantes et réparties le long du périmètre des tubes. Ce pointage a permis un soudage à position fixe. Les plaquettes seront dessoudées au cours du soudage. Enfin, la protection à l'envers a été réalisée à cause du risque d'oxydation à l'envers du tube. Une fente d'un petit diamètre a été faite pour permettre l'accès du gaz protecteur qui est l'argon à l'intérieur du tube pendant l'opération de soudage.

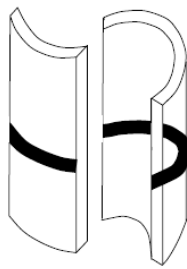
## 3- Réalisation de la soudure :

La première passe (passe de pénétration) a été réalisée par le procédé TIG, avec une baguette de diamètre 2.4mm. Après, que cette passe est terminée la protection à l'envers a été enlevée et le cordon a subi un nettoyage à l'aide d'une brosse métallique en acier inoxydable. La réalisation de la deuxième passe (passe de bourrage) par le procédé de soudage à l'arc électrique avec électrode enrobée, le diamètre de l'électrode est de 3.25mm. Après contrôle de la température d'interpasse, qui est de  $150^\circ\text{C}$ , la troisième passe a été réalisée avec les mêmes conditions que la deuxième passe, sauf qu'avant l'exécution du soudage, le laitier de la deuxième passe a été enlevé par meulage et le cordon a été nettoyé par brossage.

### III.2.3. Tronçonnage des éprouvettes

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

1) chaque tube soudé a été coupé dans le sens longitudinal, à l'aide d'une tronçonneuse pour obtenir deux demi-cylindres, comme montré dans la **figure III.5**.



**Figure III.5.** *Tronçonnage du tube en deux.*

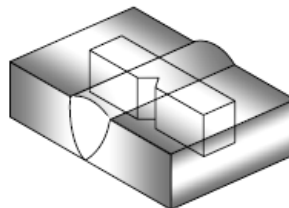
2/ Chaque demi-tube a été tronçonné à froid en plusieurs éprouvettes à l'aide d'une scie électrique, selon le schéma de la **figure III.6**



**Figure III.6.** *Schéma du tronçonnage des éprouvettes*

#### III.2.4. Usinage des éprouvettes

Après l'opération de tronçonnage, les éprouvettes ont été usinées à l'aide d'une fraiseuse afin de réaliser des éprouvettes de résilience dont les entailles ont été réalisées dans les zones fondues. La localisation de ces éprouvettes est montrée dans la **figure III.7**.



**Figure III.7.** *Localisation des éprouvettes de résilience.*

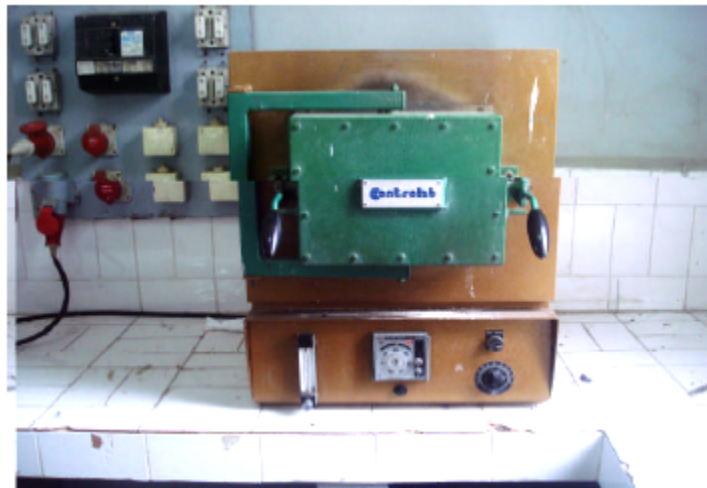
Nous avons poinçonné les éprouvettes, pour pouvoir les distinguer après les traitements de vieillissements et après les essais destructifs.

### III.2.5. Traitements thermiques

Comme les aciers inoxydables duplex ne subissent pas généralement de traitements thermiques après soudage, et comme ils ont une bonne usinabilité, aucun traitement thermique n'a été pratiqué sur les éprouvettes.

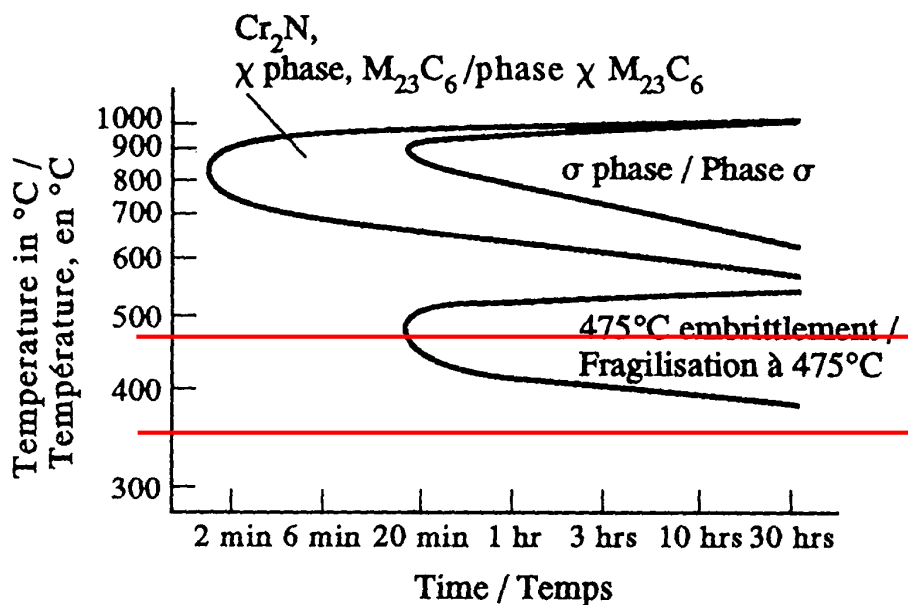
On a réalisé les traitements thermiques de vieillissements à l'aide d'un four électrique à résistance représenté dans la **figure III.8**, au niveau de laboratoire de métallurgie de l'école nationale polytechnique.

Les conditions de vieillissement sont choisies d'après le diagramme TTP des aciers duplex austéno-ferritiques (**Figure III.9**). Le refroidissement est effectué à l'air. Les températures choisies sont 475°C et 350°C. La première température à 475°C représente le nez de la courbe de précipitation qui correspond au temps minimale de l'apparition de la phase alpha prime sur le diagramme TTT. La deuxième température à 350°C a été choisie dans l'intervalle [280 ÷ 475°C] domaine de l'apparition de la phase alpha prime. but de l'étude est de déterminer la cinétique de vieillissement dans les deux températures. Les temps de maintien choisis sont : 50h ,100h ,150h ,200h et 250h pour chaque températures. Ces temps de maintien justifient la précipitation de la phase alpha prime d'après le diagramme TTP.



**Figure III.7.** Le four à résistance utilisé.

La **figure III.9** représente le diagramme TTP d'un acier très proche de l'acier étudié, on montre sur ce diagramme les températures de travail et les différentes transformations qui suivent le maintien isotherme à ces températures.



**Figure III.9.** Diagramme TTT pour un acier duplex à 22% Cr (UNS 31803) de Composition : 0,05% C; 22,0% Cr; 5,0% Ni; 3,0% Mo; 0,16% N [31].

### III.3. Techniques de caractérisation

Deux types de caractérisation sont utilisées, l'une microstructurale c'est à dire une approche qualitative et quantitative des phases présentes et l'autre mécanique qui nous permet de déterminer l'effet de la précipitation de la phase  $\sigma$  et l'austénite secondaire sur quelques propriétés mécaniques de l'acier 2205.

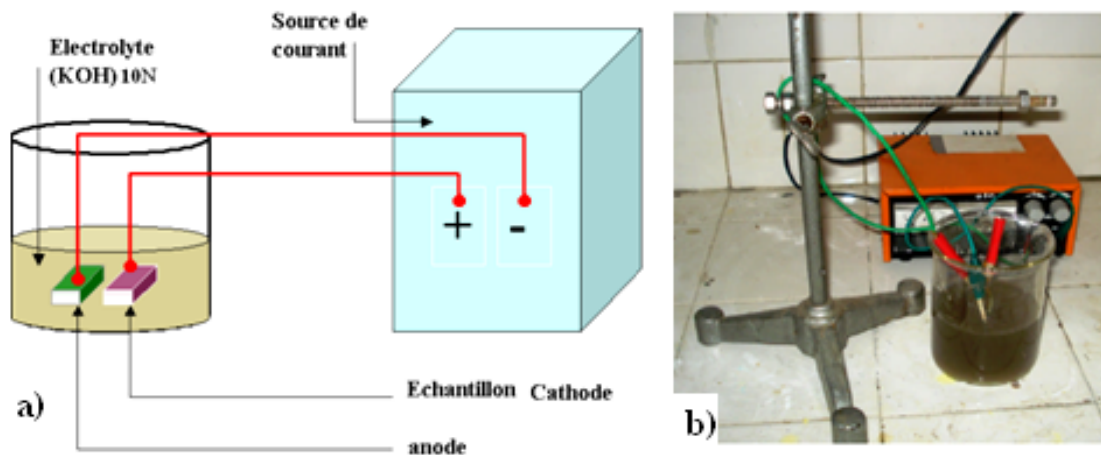
#### III.3.1. Caractérisation microstructurale

##### III.3.1.1. Préparation des échantillons

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle ( $Cr_2O_3$ ) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau à étudier. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie croissante (200, 400, 600, 1000 et 1200) sous lubrification d'eau, la seconde (polissage fin) est effectuée sur papier feutre en utilisant une solution de suspension d'alumine (granulométrie  $5\mu m$ ) avec un lubrifiant. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible taille de grain.

### III.3.1.2. Attaque métallographique

On a attaqué les surfaces à observer pour pouvoir distinguer les joints de grains et les phases présentes. L'attaque utilisée est l'attaque électrolytique au KOH, cette attaque permet de révéler les joints de grains austénitiques et ferritiques, [1]. L'appareillage se compose d'un bûcher contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à quelques centimètres de la cathode en acier inoxydable et une source de courant continu (**figure III.10 a et b**).



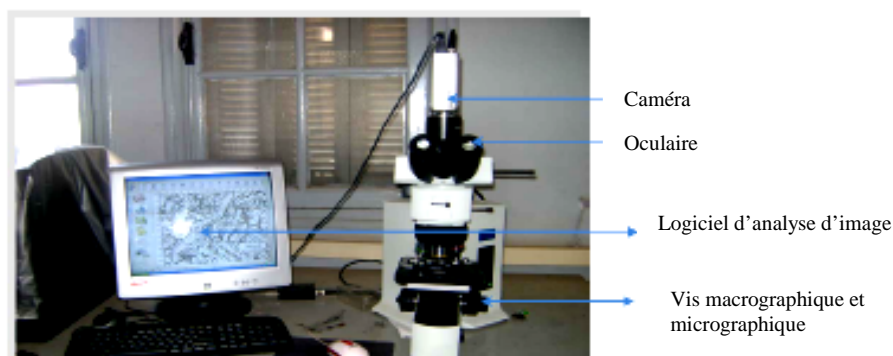
**Figure III.10.** (a) Schéma illustratif de l'attaque électrolytique. (b) Dispositif de l'attaque électrolytique.

L'attaque est faite à température ambiante avec les paramètres suivants :

- Concentration : 10N (56 g de KOH, 100 ml H<sub>2</sub>O)
- Tension : 5 V
- Temps : 50 secondes

### III.3.1.3. Observation microscopique

Le but principal de l'observation microscopique est la mise en évidence de la structure des différents échantillons traités. L'observation des microstructures a été réalisée au niveau du Laboratoire de Métallurgie de l'école nationale polytechnique à l'aide d'un microscope optique de type OLYMPUS BX51M muni d'une caméra numérique avec logiciel (ARCHIMED), ce qui facilite la sauvegarde et le traitement des micrographies obtenues (**figure III.12**)



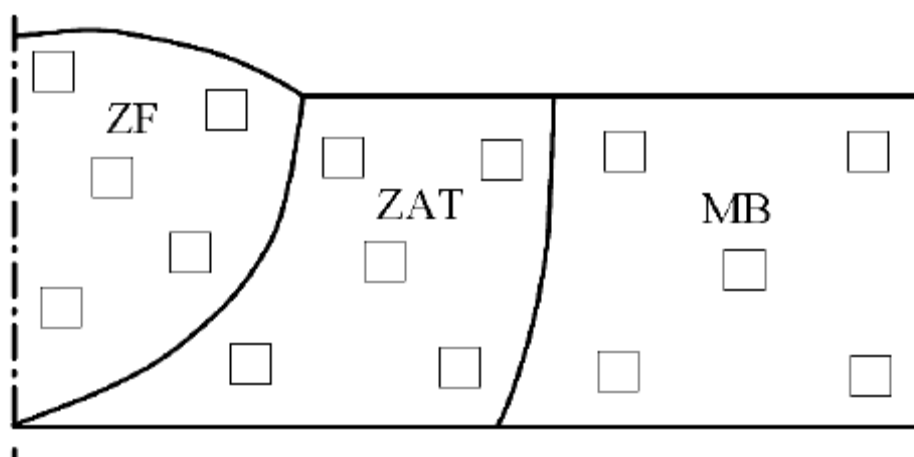
**Figure III.12.** Microscope optique « OLYMPUS BX51M » utilisé pour l'observation microstructurale

#### III.3.1.4. Analyse quantitative :

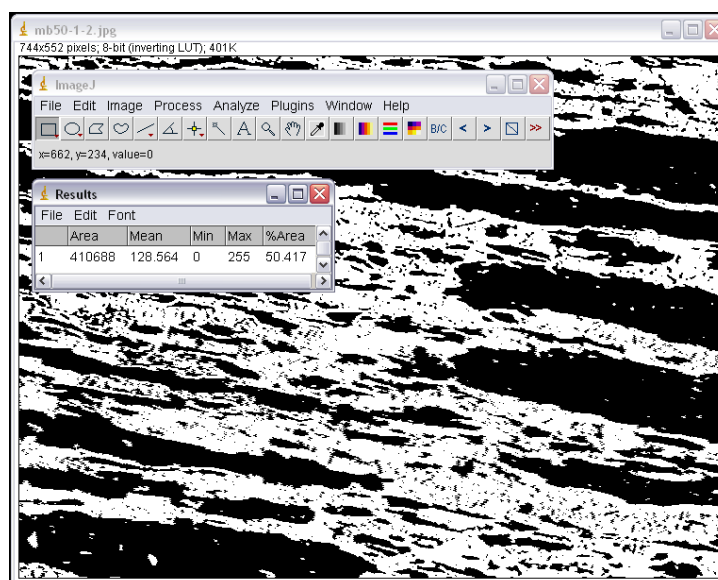
La technique de traitement d'image a pour but de déterminer le taux de la phase ferritique. Pour cela on a choisi aléatoirement cinq micrographies de chaque zone comme illustré sur la **Figure III.13**. Le logiciel utilisé dans notre étude est le logiciel « Image J » (**Figure III.14**). Pour déterminer le taux de ferrite on adopte les étapes suivantes :

- 1- Affiner le contraste de l'image : dans l'image initiale les deux phases ( et ) apparaissent en couleurs différentes (**Figure III.15.a**), en ajustant la luminosité et le contraste de l'image, on obtient une image très claire (**Figure III.15.b**)
- 2- Binarisation on réalise une image binaire où la phase ferritique apparaît en blanc et l'austénite en noir (**Figure III.15.b**).
- 3- Calcul du taux de ferrite :

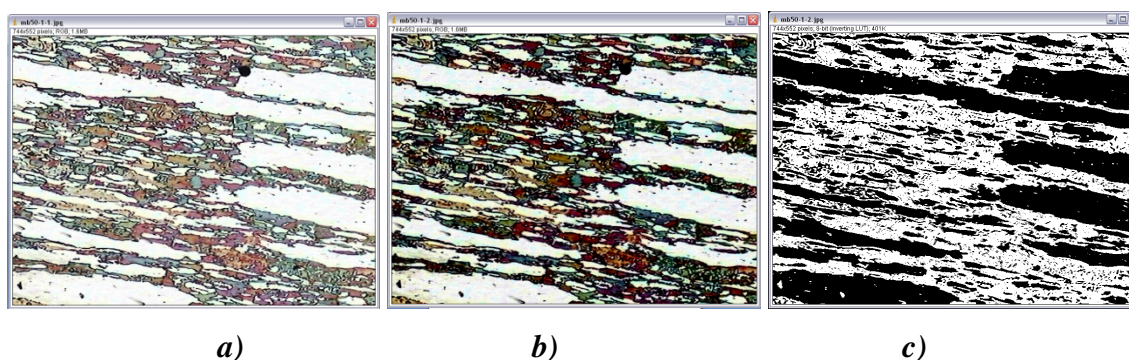
On a calculé le taux de ferrite en fonction de la température de vieillissement et le temps de maintien dans les trois zones de la soudure (MB, ZAT, ZF).



**Figure III.13.** Schéma montrant le prélèvement aléatoire pour le traitement d'images.



**Figure III.14.** Le logiciel de traitement d'images « Image J ».



**Figure III.15.** Les étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image : (a) L'image initiale non traitée ; (b) image rectifier par luminosité et contraste (c) L'image transformée par binarisation

### III.3.2. Caractérisation mécanique

On a réalisé les essais de microdureté dans le Laboratoire de solutions solides à l'USTHB. Les essais de dureté et de résilience ont été réalisés dans le Laboratoire de l'entreprise GTP de Réghaia.

#### III.3.2.1. Essai de microdureté

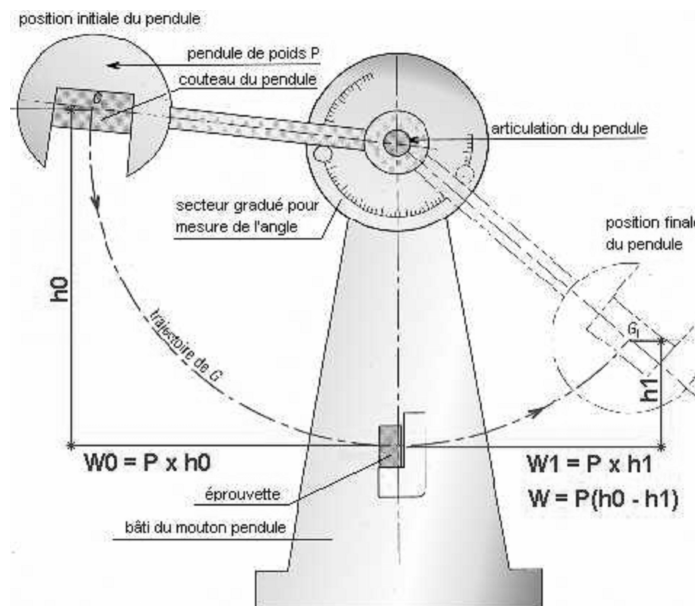
Les duretés des phases ferritique et austénitique ont été mesurées par Indentation Vickers sur des échantillons polis et attaqués pour révéler les phases. Les mesures de microdureté ont été effectuées avec une charge de 50g, correspondent à la moyenne de six mesures par donnée ; avec un microduromètre de marque BUEHLER Micromet. Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l'austénite dans la zone affectée thermiquement



### III.3.2.2. Essai de résilience

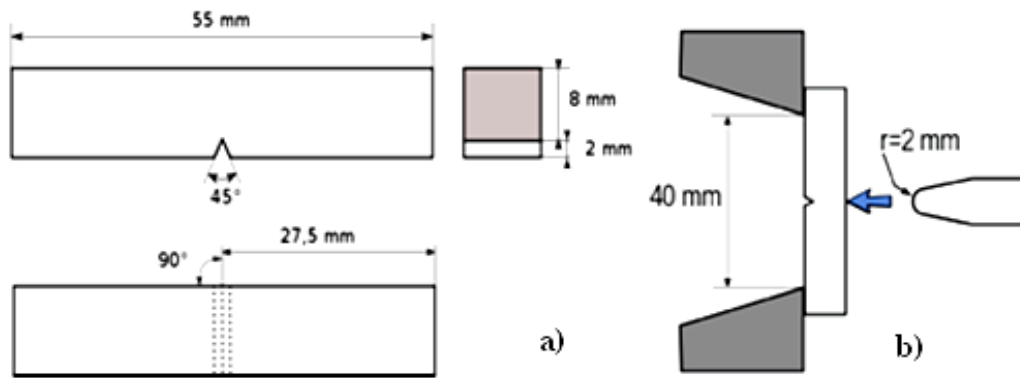
L'essai de résilience a pour but de caractériser la propriété de résistance au choc d'un matériau. Il consiste à rompre d'un seul coup de mouton pendule (Charpy) (**Figure III.16**) une éprouvette entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis. On détermine l'énergie absorbée dont on déduit la résilience. La résilience est l'énergie de rupture rapportée à la section initiale de l'éprouvette et qui s'exprime en  $\text{joules}/\text{cm}^2$ . C'est une mesure de la ténacité, qui est la capacité globale d'un matériau à absorber de l'énergie.

L'essai de résilience est réalisé sur une machine de type INSTRON WOLPERT selon la norme ASME B31.3-2002. Les éprouvettes de cet essai sont ceux définis par la même norme. Ce sont des éprouvettes prélevées transversalement au joint soudé et à entaille en V réalisée dans la zone fondue (**figure III.17**).



**Figure III.16.** Schéma illustratif du mouton Charpy [5].

La figure III.17 montre les dimensions et la forme de l'éprouvette Charpy en V et sa position au moment de l'impact avec le couteau du pendule.



**Figure III.17.** a) Dimensions et forme de l'éprouvette Charpy en V. b) Position de l'éprouvette au moment de l'impact avec le couteau du pendule.

**III.3.2.3. Essai de dureté Vickers**

Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un identeur sous une charge donnée durant 15 secondes. L'indenteur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136°. La charge appliquée est comprise entre 1 et 120 kgf. Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5 mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope [1].

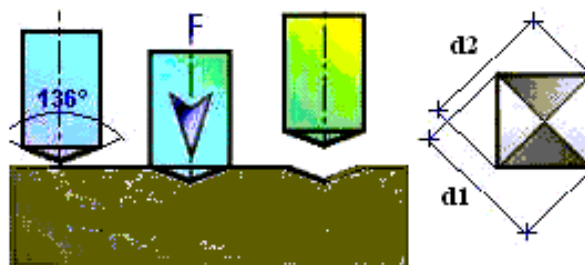
La dureté Vickers (HV) est calculée e à l'aide de la formule (2)

$$HV = \frac{1,854 F}{D^2} \dots\dots\dots(2)$$

Où F est la charge appliquée en kgf

D, la diagonale de l'empreinte en millimètres, telle que  $D = \frac{d1+d2}{2}$  (figure III.18)

La profondeur de pénétration H est ( $H = D / 7$ )



**Figure III.18.** Principe de l'essai de dureté Vickers.

Les mesures de dureté a été fait pour le métal de base sous une charge de 50 Kgf. Une valeur moyenne a été calculée.

*Chapitre : IV*

**R**ésultats et interprétations

## **Introduction :**

De nombreuses transformations microstructurales peuvent affecter les aciers austénoferritiques durant les traitements thermiques isothermes. Beaucoup de ces transformations concernent la phase ferritique, ceci s'expliquant par le fait que les vitesses de diffusion des éléments d'alliage dans cette phase sont de l'ordre de 100 fois plus grande que dans l'austénite. Ceci est principalement la conséquence de la structure cubique centrée moins compacte de la ferrite

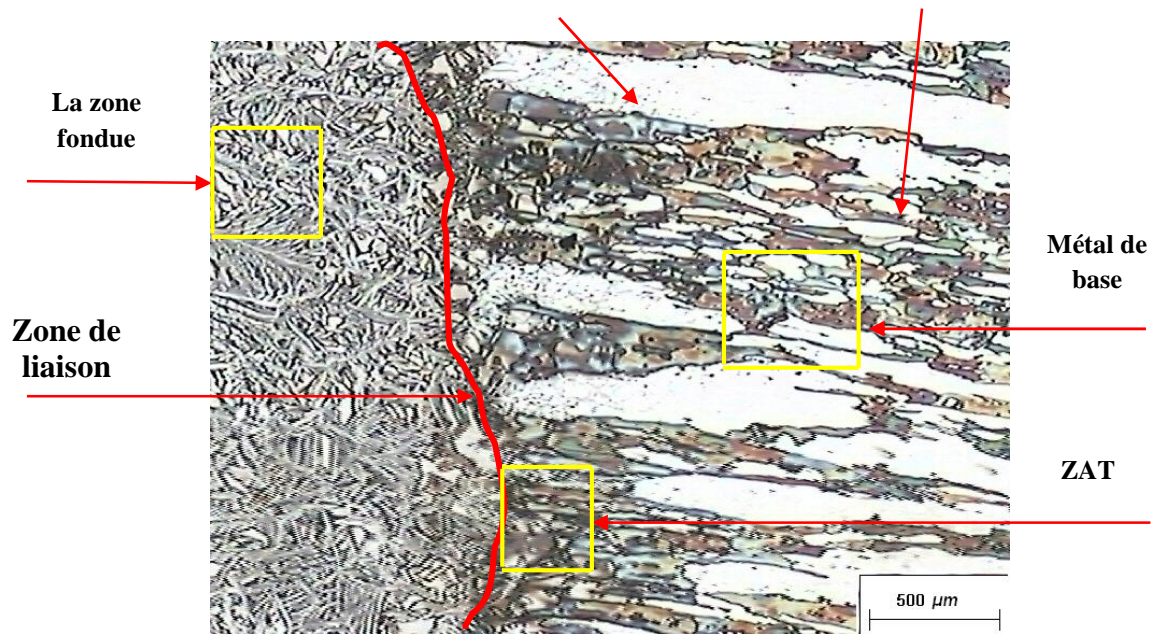
L'étude des effets du vieillissement de la ferrite, par un chauffage des soudures en acier duplex de nuance UNS S 31803 aux températures de 475 et de 350 °C, sur la structure et sur la résistance mécanique montre que la structure micrographique et la résistance mécanique subissent des modifications importantes au cours de 250 heures. Dans notre étude nous nous sommes intéressés aux aspects suivants:

- ▶ Effets du vieillissement sur la structure de la soudure.
- ▶ Effets du vieillissement sur la dureté de la ferrite et de l'austénite.
- ▶ Effets du vieillissement sur le taux de ferrite.
- ▶ Effets du vieillissement sur la dureté et la résilience.
- ▶ Effet du taux de ferrite sur les propriétés mécaniques

## **VI.1. Effets du vieillissement sur la structure de la soudure :**

### **VI.1.1. Structure à l'état initial**

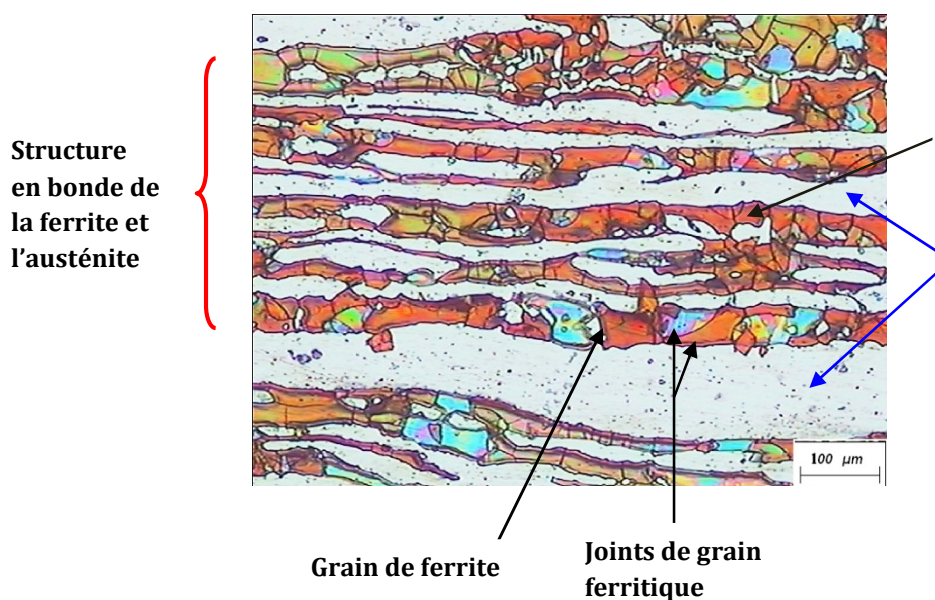
La soudure en acier duplex de nuance 2205 qui n'a pas subi de traitement de vieillissement contient trois zones (Métal de base, Zone affectée thermiquement et Zone fondue) comme le montre la **figure IV.1** Les trois zones ont la même constitution micrographique (austénite-ferrite) et se distinguent entre elles par la morphologie des deux phases inhérentes aux conditions de chauffage et de refroidissement pendant et après le soudage. La figure montre que la zone affectée est très étroite comparée aux deux autres zones.



*Figure IV.1. Structure globale des trois zones principales de soudage*

#### a) Métal de base

Après soudage, le métal de base conserve sa structure initiale, qui est une structure biphasée dite en bande, les deux phases austénitique et ferritique sont sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage. Les fractions volumiques des deux phases sont proches (50%). La dureté du métal de base est de 275 HV. Les grains de l'austénite ont relativement une taille plus importante que celle des grains de ferrite (figure IV.2).



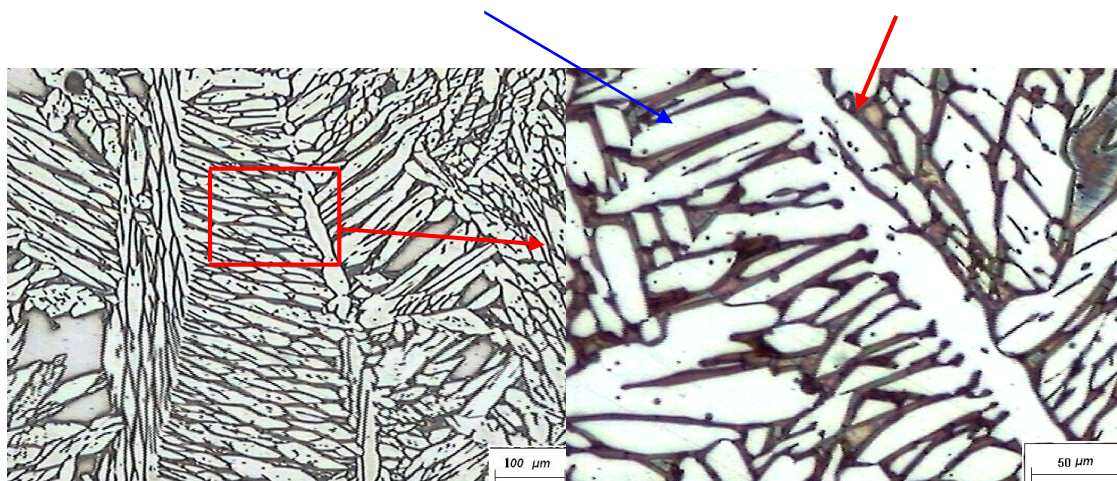
*Figure IV.2. Micrographie optique du métal de base.*

Au cours du soudage, les effets thermiques sont insuffisants dans cette zone pour provoquer des modifications structurales ou morphologiques

### b). La structure dans la zone fondue

La structure du métal fondu est différente de celle du métal 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. Au cours 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. 1.3.

D'après la **figure IV.3**, La zone fondue se distingue par la finesse et la nature dendritique des deux phases. Cette structure est due à un refroidissement rapide de cette zone ce qui n'a pas permis une cristallisation normale des grains. La vitesse de refroidissement élevée est la cause du taux élevé de la ferrite 59 %. La dureté de la zone fondue est 306 HV.



*Figure IV.3. Micrographie optique de la zone fondue.*

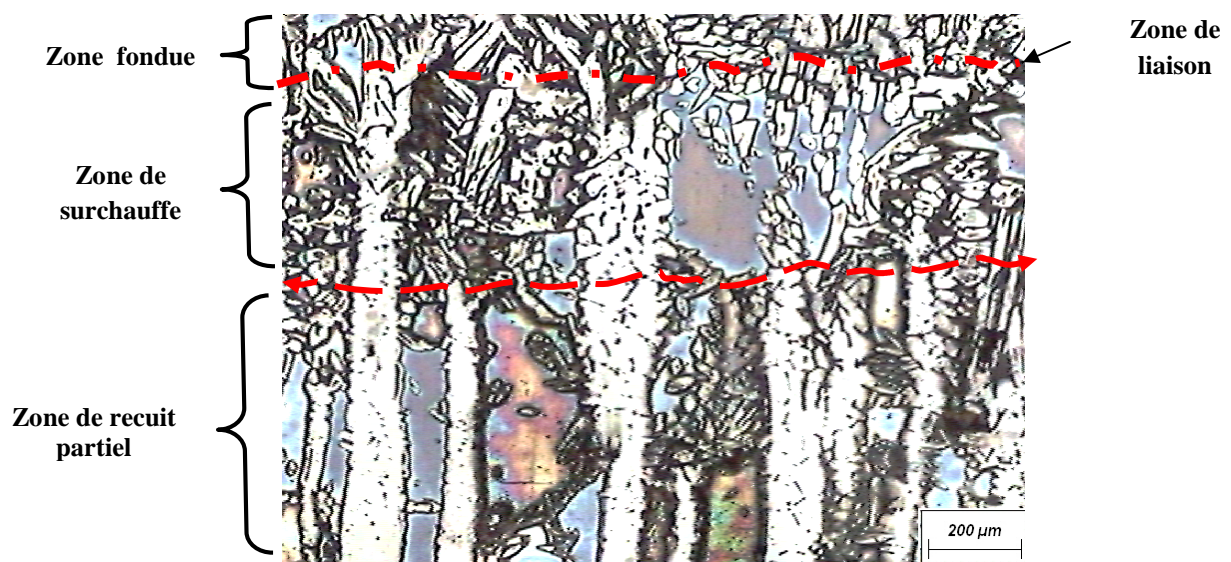
### c) La zone affectée thermiquement

La **figure IV.4** montre la structure de la zone affectée thermiquement, c'est une structure granulaire de recristallisation plus ou moins grossière des deux phases austénitique et ferritique. La structure en bande a disparu, à cause du traitement thermique subit lors de l'opération de soudage. La frontière (zone de liaison) entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue est nettement apparente dans la **figure IV.4**.

Lors de l'opération de soudage, la zone affectée thermiquement 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.

Dans la zone de surchauffe, 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

→ est incomplète, par conséquent on s'attend à obtenir des taux de ferrite élevés dans cette zone. Le taux de ferrite atteint la valeur de 58 %. Des caractérisations et analyses réalisées ont montré l'absence des carbures et de la phase .



*Figure IV.4. Cartographie de la ZAT*

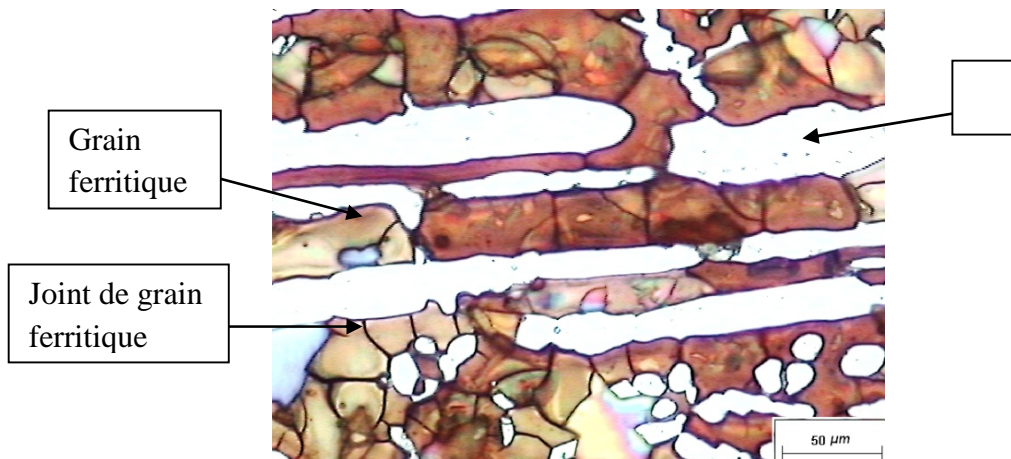
### VI.1.2. Effets du vieillissement sur la structure de la soudure

L'étude des structures après traitements thermiques de vieillissement, montrent que chaque zone de la soudure se transforme progressivement, au cours du temps, sur le plan morphologique vers une forme d'équilibre plus régulière.

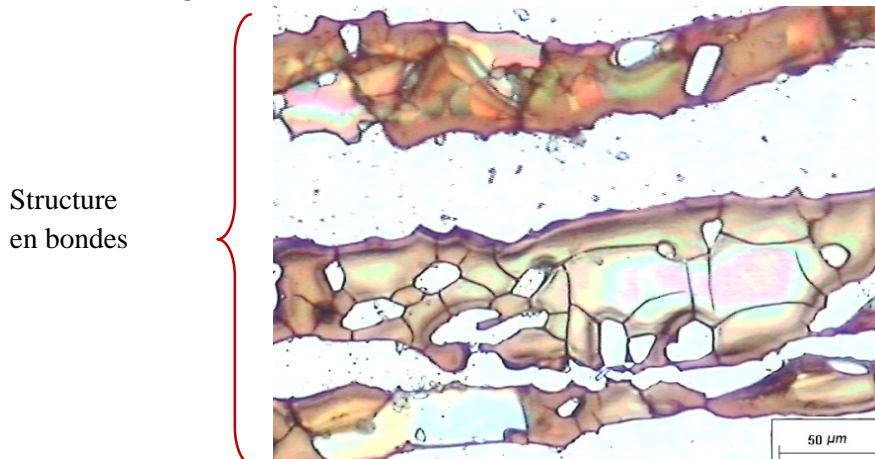
### VI.1 .2.1. Vieillessement à 350 °C

#### a) Métal de base

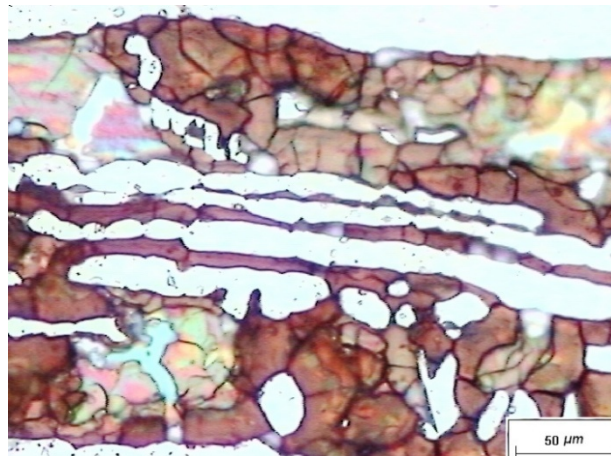
Le vieillissement à 350 °C montre que la structure en bande de laminage est conservée dans le métal de base après 250 heures de maintien. Les figures IV.5, IV.6 et IV.7 présentent la structure du métal de base pour des durées de maintien de 50h, 100h et 250h respectivement.



*Figure IV.5. Micrographie optique du métal de base pour 50 h de maintien*



*Figure IV.6. Micrographie optique du métal de base pour 100 h de maintien*

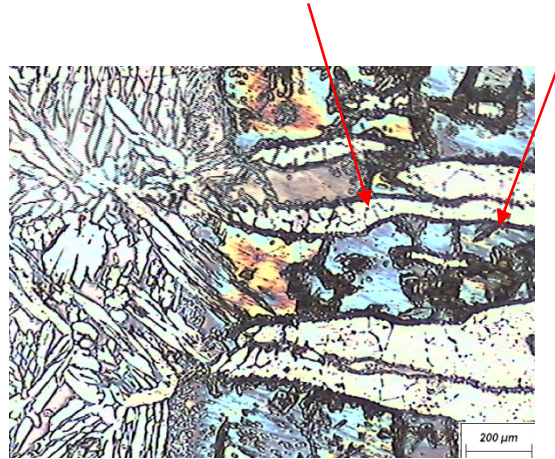


*Figure IV.7. Micrographie optique du métal de base pour 250 h de maintien*

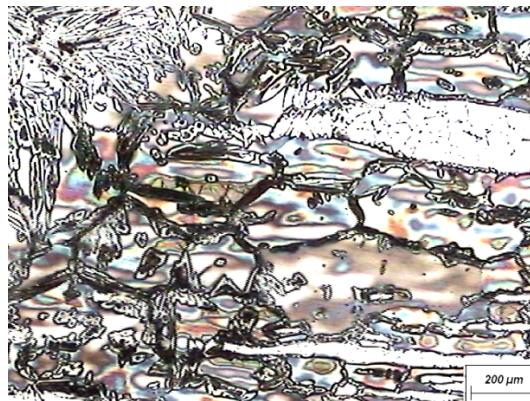


**b) La zone affectée thermiquement**

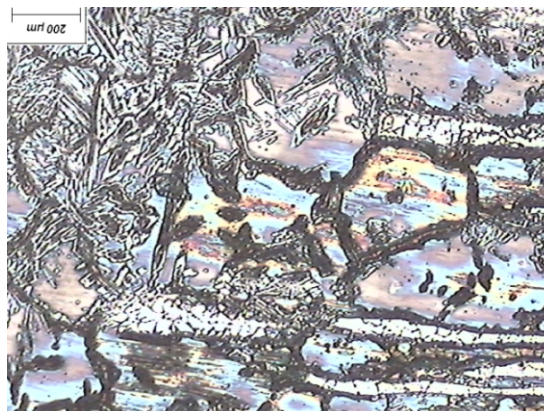
Par l'examen des micrographies optiques des figures VI.8, VI.9, VI.10 pour des durées de maintien de 50h, 150h et 250h respectivement nous avons constaté que la morphologie de cette zone subit une modification importante après 150 heures de maintien. Cette modification se traduit par une croissance des grains de ferrite et d'austénite **figure IV.10**



*Figure VI.8. Micrographie optique de la ZAT pour 50 h de maintien.*



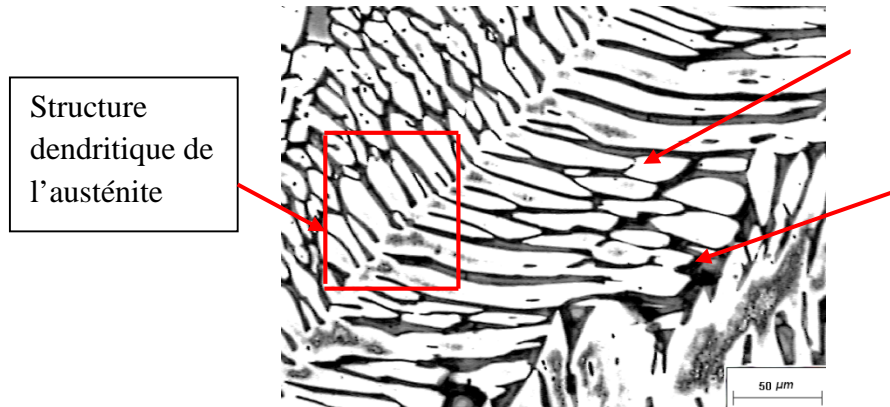
*Figure VI.9. Micrographie optique de la zone surchauffée pour 150 h de maintien*



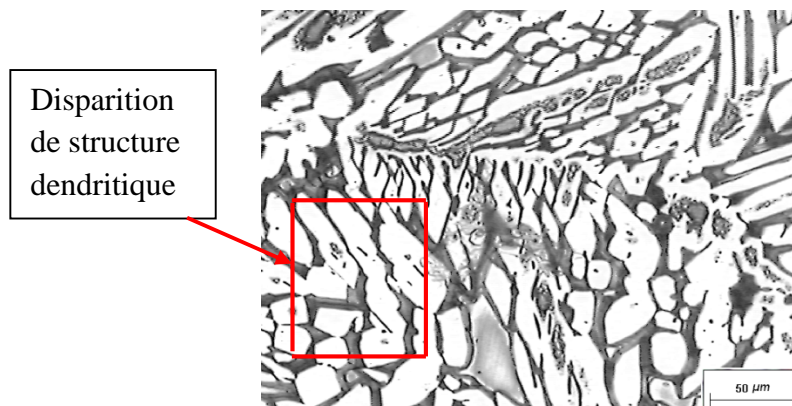
*Figure VI.10. Micrographie optique de la zone de recuit pour 250 h de maintien*

### c) La zone fondue

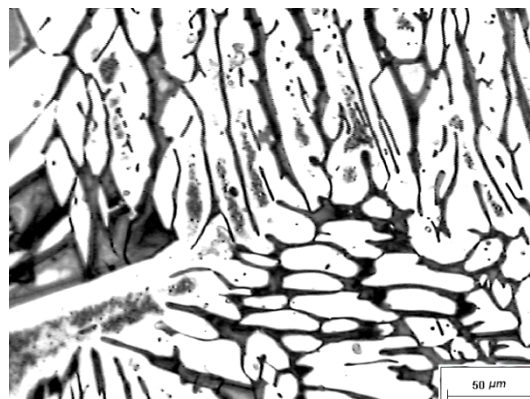
Un changement de morphologie s'est produit au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. Il se traduit par une disparition progressive des dendrites et tendance à la formation d'une nouvelle structure granulaire pour les durées de maintien les plus longues supérieures à 50 heures. Les figures VI.11 ; VI.12 ; VI.13, et VI.14 présentent la structure de cette zone en microscopie optique pour 50h, 150h, 200h, et 250h de maintien respectivement. On peut estimer que la structure dendritique est totalement disparue après 250h de maintien



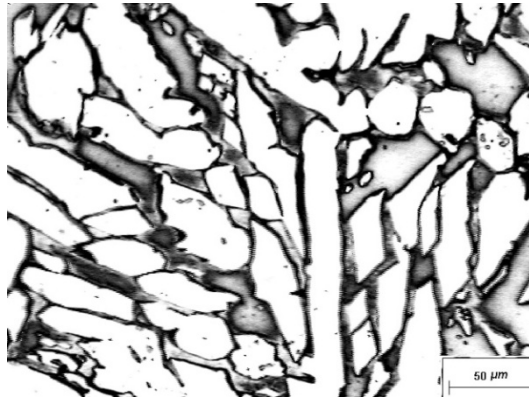
*Figure IV.11. Micrographie optique de la zone fondue pour 50 h de maintien*



*Figure IV.12. Micrographie optique de la zone fondue pour 150 h de maintien.*



*Figure IV.13. Micrographie optique de la zone fondue pour 200 h de maintien*

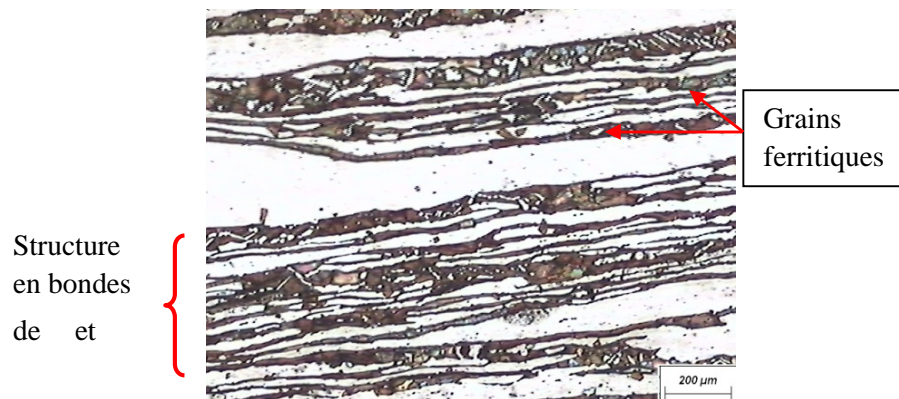


*Figure IV.14. Micrographie optique de la zone fondue pour 250 h de maintien*

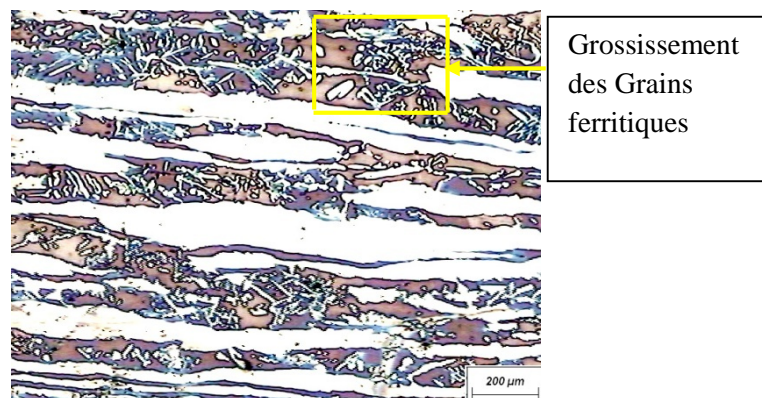
#### IV.1.2 .2 Vieillissement à 475 °C

##### a) Métal de base

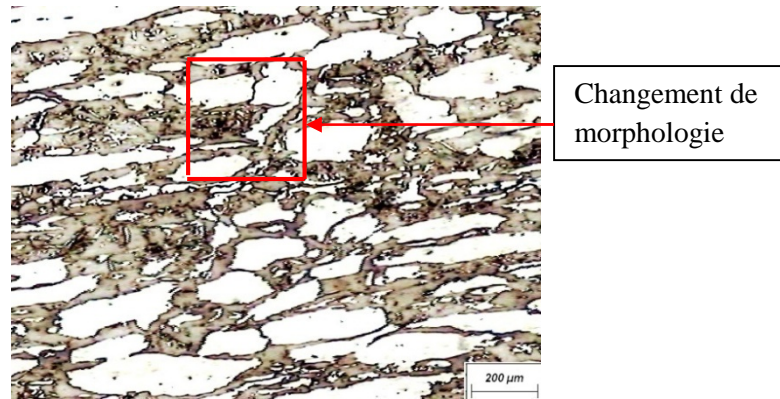
Un changement très marqué, sur le plan morphologique, se produit à 475°C et qui se manifeste par le grossissement des grains ferritiques et austénitiques au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. Une structure recristallisée isotrope apparaît après 150h. Les figures IV.15, IV.16 , IV.17, et IV.18 présentent la structure de métal de base pour 50h, 150h , 200h et 250h de maintien respectivement.



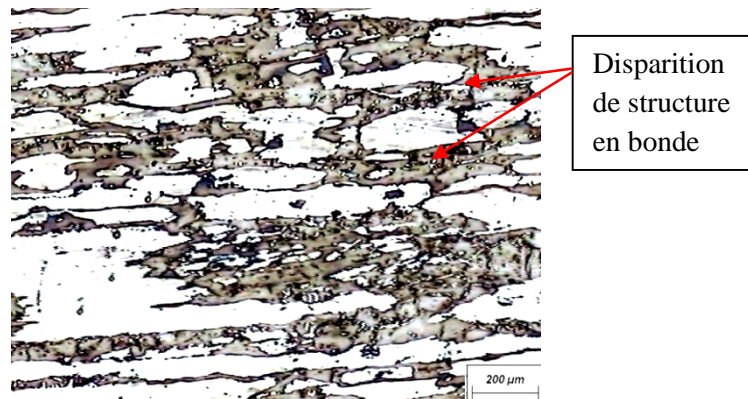
*Figure IV.15. Micrographie optique du métal de base pour 50 h de maintien*



*Figure IV.16. Micrographie optique du métal de base pour 150 h de maintien*



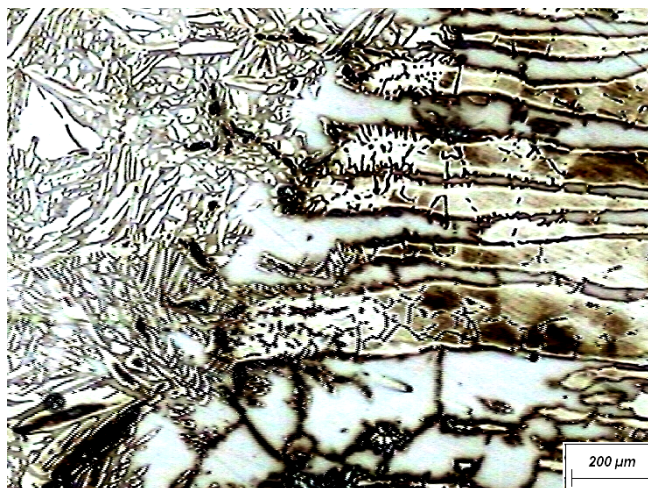
*Figure IV.17. Micrographie optique du métal de base pour 200 h de maintien*



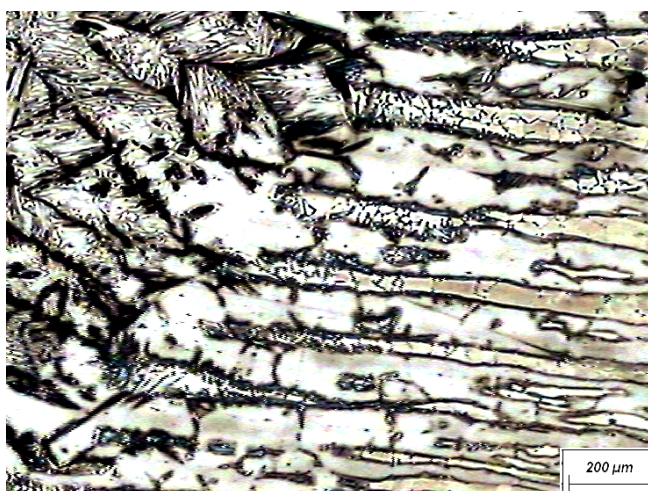
*Figure IV.18. Micrographie optique du métal de base pour 250 h de maintien.*

### **b) La zone affectée thermiquement**

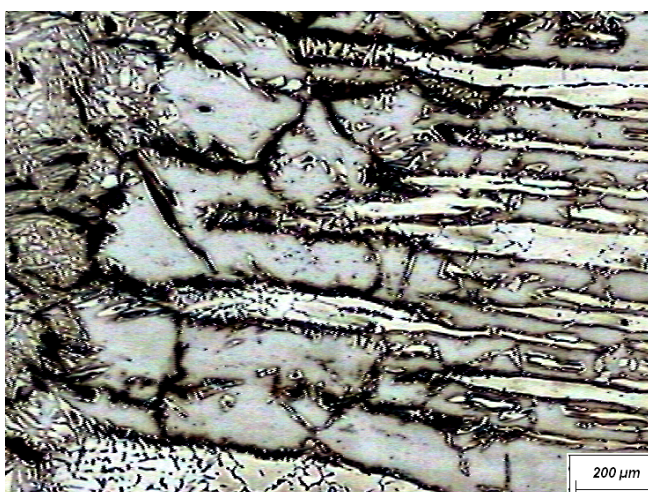
Par l'examen des micrographies optiques des figures IV.19, IV.20 , et IV.21 pour des durées de maintien de 50h, 100h, et 250h respectivement nous avons constaté que la morphologie de cette zone est changée progressivement au cours de vieillissement. La structure subit une croissance de la taille des grains aussi bien de ferrite que d'austénite. Dans certaines régions se produit la coalescence qui provoque la diminution du nombre de grain.



*Figure IV.19. Micrographie optique de la ZAT pour 50 h de maintien.*



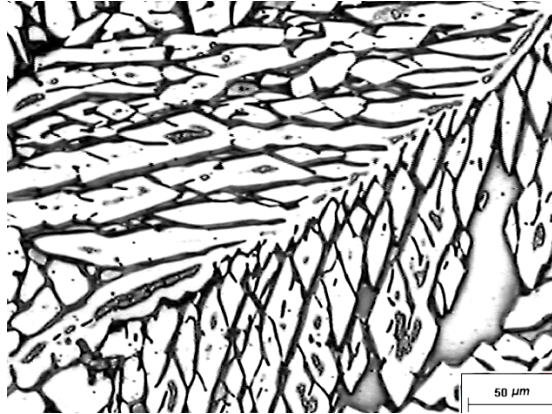
*Figure IV.20. Micrographie optique de la ZAT pour 100 h de maintien.*



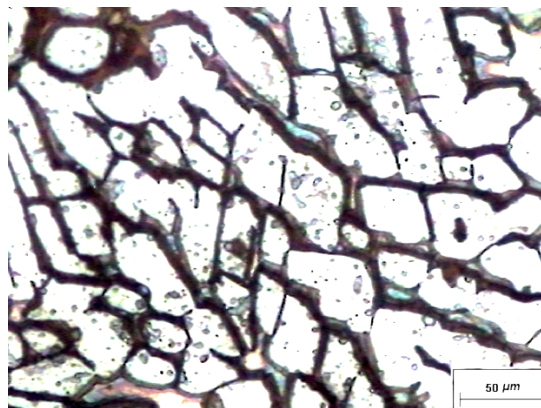
*Figure IV.21. Micrographie optique de la ZAT pour 250 h de maintien.*

**c) La zone fondue**

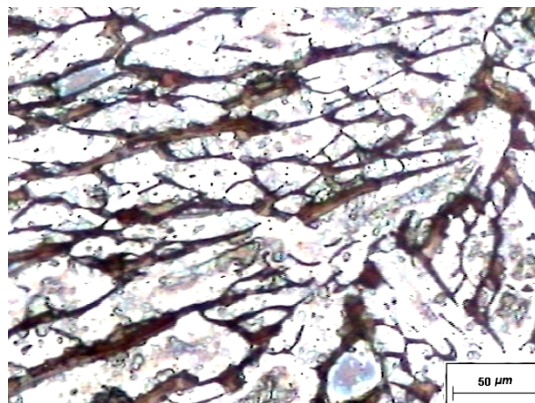
Un changement de morphologie s'est produit au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. Il se traduit par une disparition progressive des dendrites et tendance à la formation d'une nouvelle structure granulaire pour les durées de maintien les plus longues supérieures à 50 heures. Les figures IV.22, IV.23, et IV.24 présentent la structure de cette zone en microscopie optique pour 50h, 100h et 250h de maintien respectivement.



*Figure IV.22. Micrographie optique de la zone fondue pour 50 h de maintien.*



*Figure IV.23. Micrographie optique de la zone fondue pour 100 h de maintien.*



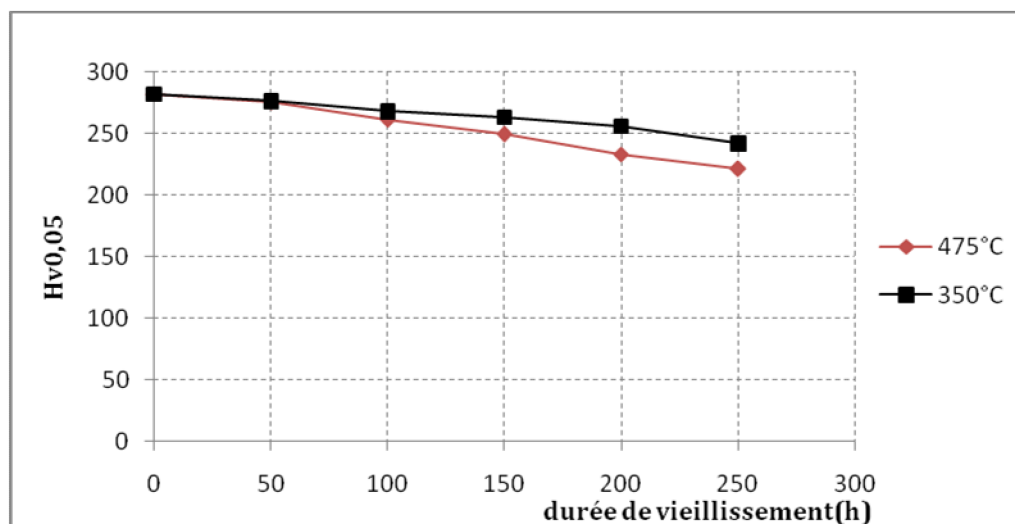
*Figure IV.24. Micrographie optique de la zone fondue pour 250 h de maintien.*

### IV.1.3 Effets du vieillissement sur la dureté de la ferrite et de l'austénite

Afin d'analyser l'effet du traitement thermique sur la dureté des constituants de l'acier étudié, les microduretés dans la ferrite et dans l'austénite ont été mesurées à l'état vieilli et comparées à celles de l'état hypereffé (non vieilli). Les mesures montrent que la ferrite est fortement durcie par le traitement de vieillissement. Par contre, l'austénite subit un faible adoucissement.

#### IV.1.3.1 Effets du vieillissement sur la dureté de l'austénite

L'austénite subit une faible diminution de sa dureté. Au cours des premiers 20 heures, la dureté reste constante. Après un maintien de 250 heures à 475 °C. La chute de la dureté atteint environ 13 %. La chute de la dureté est plus importante au cours du vieillissement à 475 °C. La figure IV.25 montre que le processus a un temps d'incubation d'environ 20 heures.

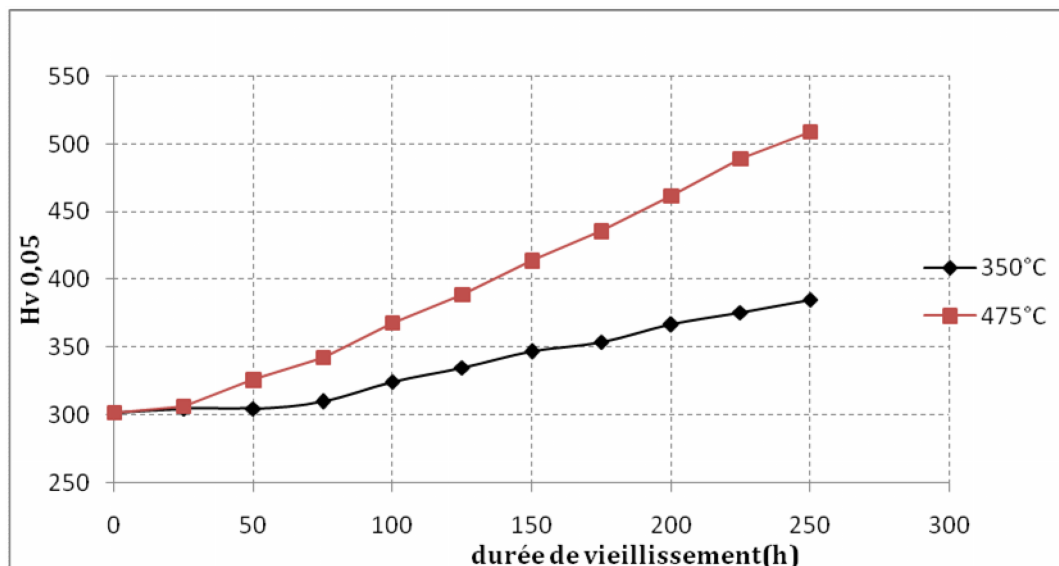


*Figure IV.25 .Microdureté Vickers sous 50 g de l'austénite de la ZAT pour un échantillons vieillis à 475°C pendant des durées variant de 25 h à 250 h*

#### IV.1.3.2 Effets du vieillissement sur la dureté de la ferrite

La ferrite subit un durcissement très marqué aux températures de 350 et 475 °C. (Figure IV.26). Les variations sont plus importantes à 475 °C qu'à 350°C ; la croissance de la dureté atteint après 250 heures le niveau de 510 points (ce qui correspond à une augmentation de 70 %) à la température de 475 °C. A la température de 350 °C la dureté atteint, pour la même durée le niveau de 380 points (ce qui

correspond à une augmentation de 27 %). D'autre part, le durcissement débute après 20 h de maintien à 475 °C et après 50 heures à la température de 350°C (Figure IV.26).



*Figure IV.26 .Microdureté Vickers sous 50 g de la ferritique de la ZAT pour un échantillon vieillis à 475°C pendant des durées variant de 25 h à 250 h*

#### IV.1.4. Effets du vieillissement sur le taux de ferrite

##### IV.1.4. 1 Effets du vieillissement à 350°C sur le taux de ferrite

D'après les résultats obtenus à 350 °C (figure IV.27), nous constatons que les trois zones de la soudure évoluent vers la structure d'équilibre (50 % de ferrite). Le taux de ferrite dans le métal de base n'a pas subi de modification car cette zone n'a pas été affectée par le soudage. La zone affectée thermiquement a subi une augmentation importante du taux de ferrite au cours du soudage (variation de 7 % de ferrite) ; ce taux va diminuer progressivement. Après 250 heures, le taux d'équilibre n'est pas encore atteint. La zone fondue évolue de la même manière que la zone affectée thermiquement. Le taux initial de 58.8 % (dû à la composition du métal d'apport et aux conditions thermiques du soudage) subit une diminution progressive. Après 250 heures il atteint 51.3 %.



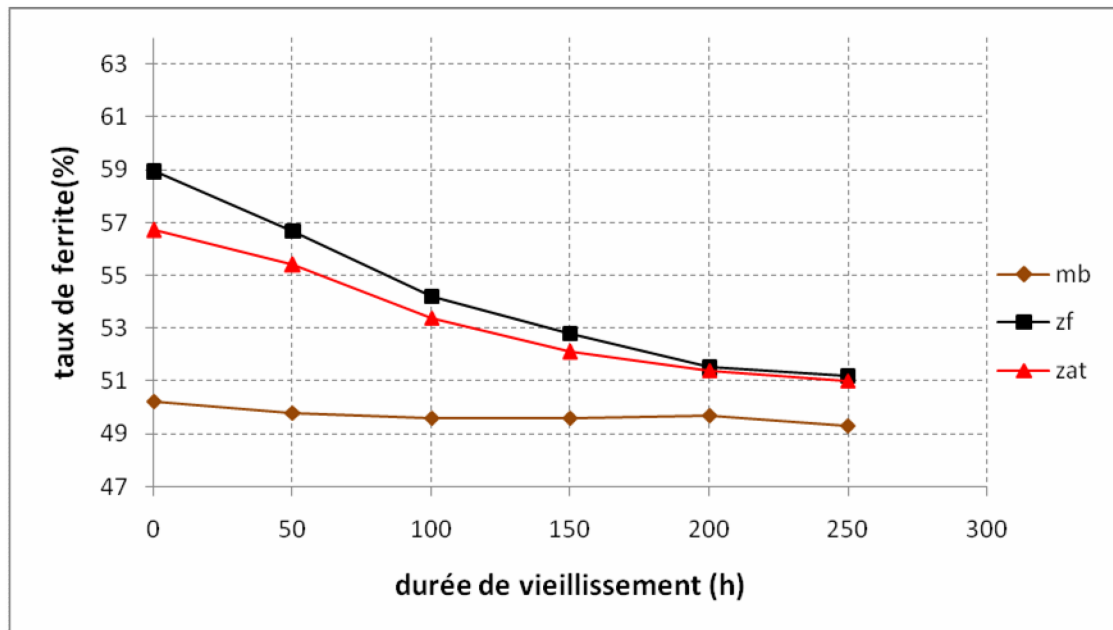


Figure IV.27. Effet du vieillissement à 350 °C sur le taux de ferrite.

#### IV.1.4. 2 Effets du vieillissement à 475 °C sur le taux de ferrite

Au cours du vieillissement à 475 °C, le taux de ferrite évolue de la même manière dans les trois zones de la soudure (**figure IV. 28**). Cependant, la cinétique de l'évolution est plus élevée que celle de 350 °C car après environ 250 heures de séjours, le taux de ferrite atteint 50 % dans la zone affectée et dans la zone fondue.

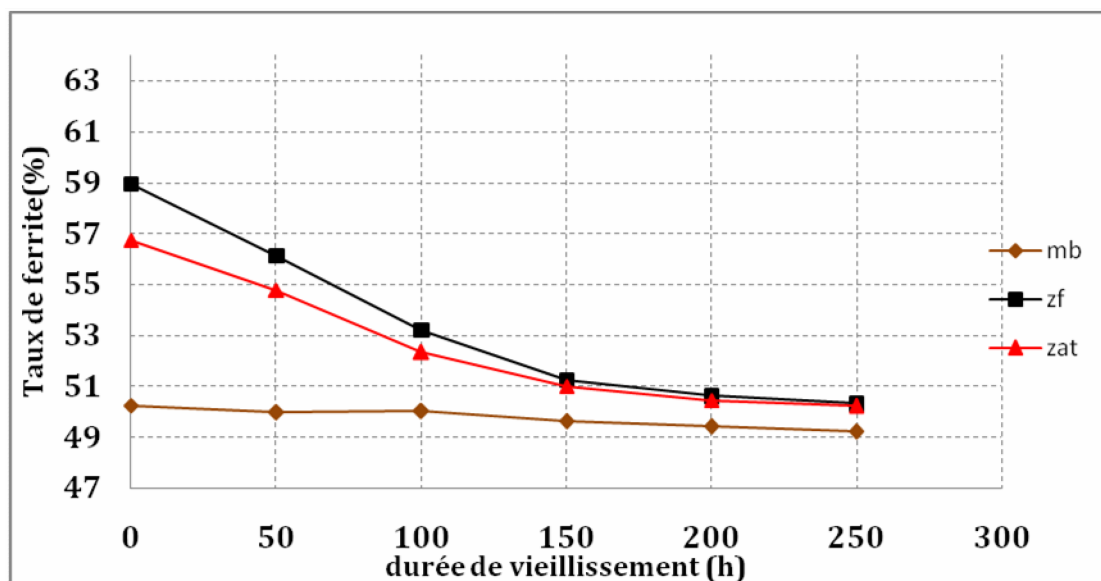
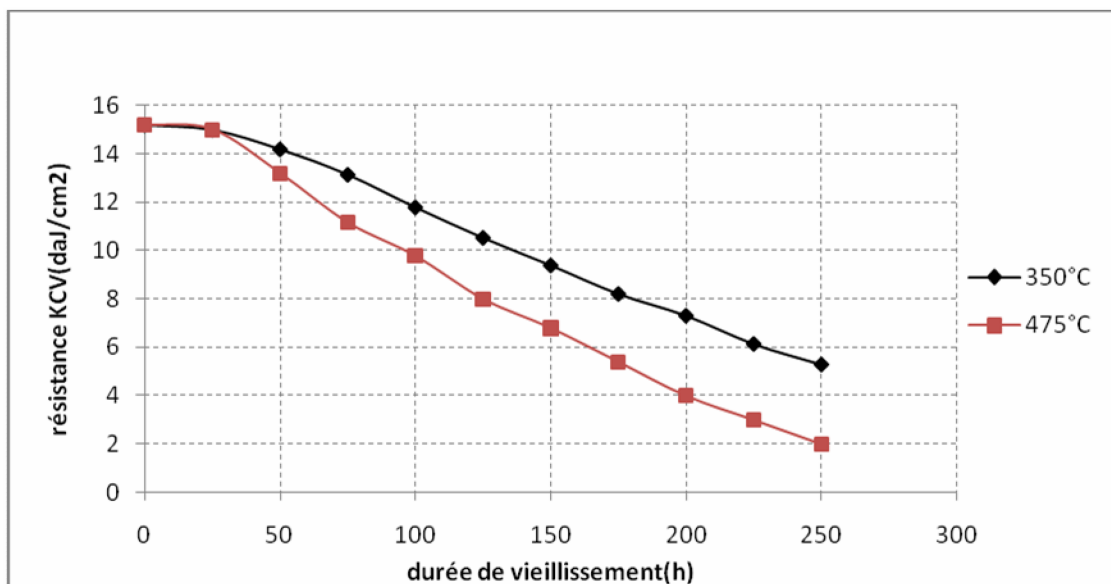


Figure IV. 28. Effet du vieillissement à 475 °C sur le taux de ferrite.

#### IV.1.5. Effet du vieillissement à 350 et 475 °C sur la résilience

La résilience ou la résistance aux chocs subit une diminution importante pendant les 250 heures de vieillissement. La fragilité est plus marquée à 475 °C. D'après la figure. IV.29, on peut constater que l'endommagement de la soudure commence après 150 heures de séjours à 475 °C et qu'il n'a pas été encore atteint qu'après 230 heures lors d'un vieillissement à 350°C. Ceci en considérant qu'une résilience de 6 daJ/cm<sup>2</sup> est acceptable sur le plan technique. La figure montre l'existence d'un temps d'incubation de 25 heures.



*Figure IV. 29. Effet du vieillissement à 350 °C et à 475 °C sur la résilience.*

#### IV.1.6. Effet du vieillissement à 350 et 475 °C sur la dureté

La dureté de la soudure subit une augmentation importante au cours de vieillissement pendant 250h, l'augmentation est plus marquée à la température de 475°C, et atteint la valeur de 286 Hv après 250h de maintien. La figure IV.32 montre l'évolution de dureté au cours de vieillissement à 350°C et 475°C pendant 250h de maintien. L'écart entre le durcissement à 475 °C et à 350 est d'autant plus marqué que la durée de vieillissement est grande.

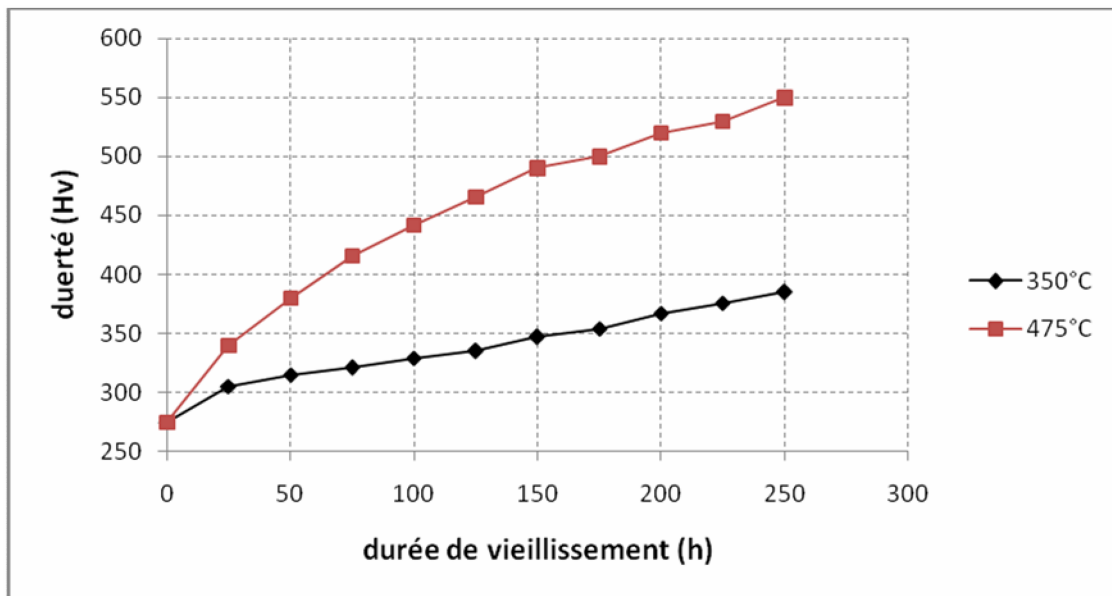


Figure IV.32 dureté Vickers de la ZAT sous une charge de 50Kgf à 350 °C et à 475 °C

### IV.2. Interprétations

Le traitement thermique de vieillissement qui en réalité est un maintien à des températures dans l'intervalle entre 250, 516 °C a un effet direct et important sur la ferrite et donc sur les aciers duplex et leur soudure. Les effets sont :

- 1- Précipitation de la phase  $\gamma'$  et la phase G et l'austénite secondaire  $\gamma_2$  dans la ferrite.
- 2- Diminution du taux de ferrite dans les zones hors équilibre.
- 3- Dégradation des propriétés mécaniques (diminution de la dureté et résilience)
- 4- Modification de la configuration des dislocations et relaxation des contraintes.

#### IV.2.1. Identification du vieillissement thermique

Le traitement de vieillissement thermique choisi dans ce travail vise un domaine de températures relativement basses ( $< 500^\circ\text{C}$ ) pour lequel le mécanisme microstructural obtenu correspond à la démixtion de la ferrite (en ferrite pauvre en chrome et en

ferrite riche en chrome) par le mécanisme de décomposition spinodale [28]. Ce traitement thermique de vieillissement effectué a un effet direct et important sur la ferrite et donc sur les aciers duplex (pour notre cas le SAF 2205) et leur soudure. Les conditions de vieillissement présentées dans le paragraphe III.3.5 sont choisies d'après le diagramme TTP des aciers duplex austéno-ferritiques (Figure III.9). Le refroidissement est effectué à l'air.

#### IV.2.1 Evolution microstructurale et morphologique

Comme les températures du vieillissement sont relativement basses ( $< 500^{\circ}\text{C}$ ) les seules transformations structurales qui peuvent avoir lieu sont la précipitation de la phase  $\delta$  et l'austénite secondaire  $\gamma_2$  au sein de la ferrite. La mise en évidence directe de la phase  $\delta$  par microscopie optique ou par analyse RX n'est pas possible car elle est de taille nanométrique et aussi cohérente avec la ferrite. Comme  $\delta$  est dure elle confère à la ferrite un durcissement important accompagné d'une grande fragilité ce qui permet de la détecter par des mesures des variations de la dureté de la ferrite et même pour la dureté totale et de la résilience de la soudure. Les résultats obtenus montrent, en effet, un durcissement de la ferrite et une chute de la résilience au cours du vieillissement pendant 250 heures. Ces résultats confirment ceux obtenus par Calonne [49] et par Dakhelaoui [50].

Sur le plan morphologique, la forme des deux phases imposée par les conditions de fabrication (laminage) et de soudage se trouve dans un état écroui (sous forme d'une structure en bande) dans le métal de base, dans un état de surchauffe dans la zone affectée et dans un état de solidification rapide dans la zone fondue. Pour des chauffages aux températures de  $350$  et de  $475^{\circ}\text{C}$  la structure subit un recuit de recristallisation qui donne une forme des grains plus isotrope. Dans la zone fondue, la forme aciculaire disparaît progressivement pour donner une forme granulaire et dans le métal de base une disparition progressive de la structure en bande se produit pour atteindre une morphologie plus stable (grains équiaxe). Ces phénomènes étant thermiquement activés, la cinétique est plus rapide à  $475^{\circ}\text{C}$ . D'après les résultats obtenus nous constatons que la durée de 250 heures est suffisante pour une modification totale. Toutes les transformations morphologiques qui se sont produites sont dues à l'instabilité des deux phases.

### IV.2.2 Diminution du taux de ferrite

Le taux de ferrite élevé dans la zone affectée thermiquement et dans la zone fondue rend l'acier métastable par rapport à l'état défini par le diagramme d'équilibre pseudo-binaire (figure III.1). Par chauffage aux températures du vieillissement, les deux zones tendent à revenir à leur état stable défini par un équilibre des taux de ferrite et d'austénite. Le suivi de l'évolution du taux de ferrite au cours des vieillissements effectués montre que ce taux reste pratiquement stable dans le métal de base pour les deux températures à cause de la stabilité de cette zone et subi une diminution de 6 % pour la zone affectée thermiquement et 8 % pour la zone fondue à 350 °C et aussi une diminution de 7 % pour la zone affectée thermiquement et 9 % pour la zone fondue à 475 °C pendant les 250 heures de maintien . Cette diminution s'explique par la précipitation de l'austénite de réversion  $\gamma_2$  au cours du vieillissement thermique. D'après Calonne [16], l'austénite  $\gamma_2$  peut précipiter pour des températures de vieillissement inférieures à 500 °C par ségrégation du fer et du nickel qui provoque un déplacement de la frontière austénite-ferrite vers la ferrite. Ce retour à l'équilibre est plus rapide à 475 °C car le mécanisme est basé sur la diffusion du fer et du nickel cela veut dire que c'est un phénomène thermiquement activé. L'austénite secondaire et l'austénite primaire sont cohérentes ce qui rend leur détection expérimentale par microscopie impossible.

### IV.2.3 duretés des phases

La ferrite subit un durcissement important, du à la précipitation de la phase  $\gamma_2$ . Cette phase possède une structure cubique centrée et un paramètre de maille très proche de celui de la ferrite mais une concentration en chrome très élevée qui lui confère une grande dureté. Ceci explique le durcissement de la ferrite. Ce durcissement augmente avec la durée du vieillissement car il est proportionnel à la fraction apparue de la phase  $\gamma_2$ . Le mécanisme de la précipitation dépend de la température et de la concentration en chrome de la ferrite. Dans le cas de notre alliage (contient 22 %Cr), les travaux de Calonne [49] et Dakhelaoui [50] indiquent que le mécanisme de la précipitation est la décomposition spinodale car même à 475 °C la diffusion reste modérée.

L'acier austéno-ferritique étudié contient du molybdène. Comme il a été mentionné dans le tableau III.3, cet élément d'alliage agit à la fois sur la démixion  $\gamma/\gamma_2$  et sur la formation de la phase G. En effet, le molybdène se place plutôt dans la phase  $\gamma_2$  que

dans la phase lors de la démixion [34]. Ceci crée des contraintes élastiques supplémentaires entre et ' et donc un durcissement supplémentaire. La présence de molybdène dans la ferrite provoque une diminution de la solubilité du nickel et donc une saturation en nickel et en silicium qui favorise la formation de phase G [49]. En plus de la précipitation de la phase G dans les défauts et dans les interfaces / ', qui est pilotée par la décomposition spinodale, d'autres phénomènes de fragilisation dépendant de la composition de l'acier austéno-ferritique et de la durée de la température de vieillissement peuvent apparaître. Les précipités les plus cités dans la littérature pour ces conditions de vieillissement sont les carbures  $M_{23}C_6$ , les nitrures ( $Cr_2N$ , ) et l'austénite de réversion  $\gamma_2$ . Ces précipités influencent considérablement les propriétés mécaniques des aciers duplex austéno-ferritiques [31,50]. L'acier duplex SAF 2205 étudié dans ce travail n'est pas sensible à la formation de carbures car il contient du molybdène qui piège le carbone et l'empêche de diffuser aux interfaces ferrite/austénite. En plus, les carbures  $M_{23}C_6$  précipitent lors de maintiens à des températures suffisamment élevées (  $500^\circ C$ ) (Figure II.2). Les nitrures et l'austénite de réversion apparaissent pour des températures de vieillissement bien supérieures à  $400^\circ C$  [31]. Pour notre acier austéno-ferritique SAF 2205, les mécanismes microstructuraux obtenus, par le traitement de vieillissement choisis, correspondent donc à la décomposition spinodale de la ferrite en et ' accompagné d'une précipitation de la phase G.

L'austénite, ne subit pas des transformations structurales, les variations des propriétés mécaniques et en particulier la dureté, sont dues aux effets du recuit qui provoquent un adoucissement de l'austénite qui se traduit par :

- ▶ la modification de la configuration des dislocations et la diminution de leur densité.
- ▶ La relaxation des contraintes de soudage

L'adoucissement est plus important à  $475^\circ C$  car il est un phénomène thermiquement activé.

#### **IV.2.4. Evolution des propriétés mécaniques :**

Rappelons que Toutes les propriétés mécaniques des aciers duplex sont liées à la phase ferritique au cours de vieillissement, le matériau subit une diminution de la ténacité et la ductilité a cause des modifications concernant la phase ferritique.

#### IV.2.4.1. la résilience

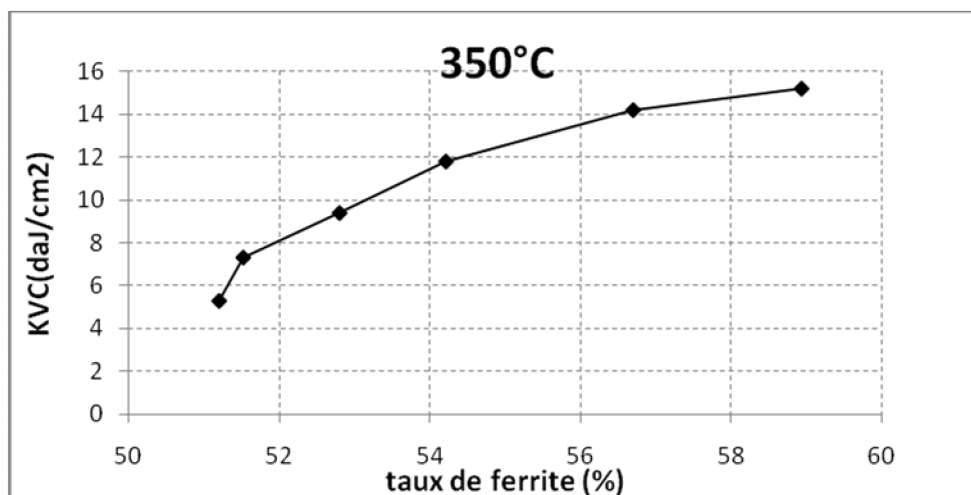
Les résultats montrent que la résilience diminue au cours du vieillissement et que cette diminution est plus accentuée à 475 °C parce que le phénomène de fragilisation est proportionnel à la quantité de la phase alpha prime précipitée. Cette fragilisation est la conséquence du durcissement de la ferrite par précipitation de la phase alpha prime lors du vieillissement thermique.

#### IV.2.4. 2. La dureté

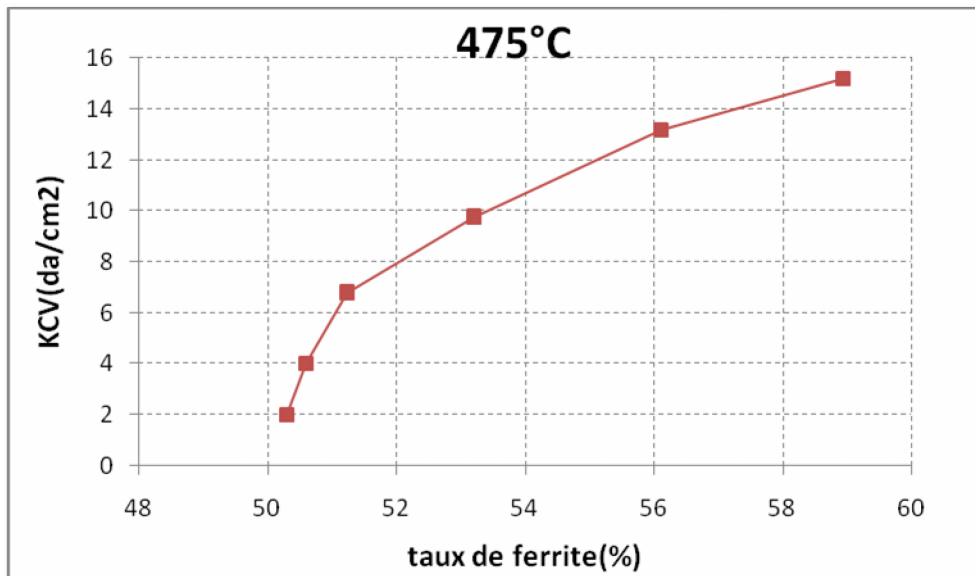
L'augmentation de la dureté de la soudure est liée directement au durcissement de la phase ferritique au cours du maintien aux températures 350 et 475 °C. Ce résultat montre que l'augmentation de la dureté de la ferrite l'emporte nettement sur l'adoucissement de l'austénite.

#### IV.2.5.L'effet de ta ferrite sur les propriétés mécanique

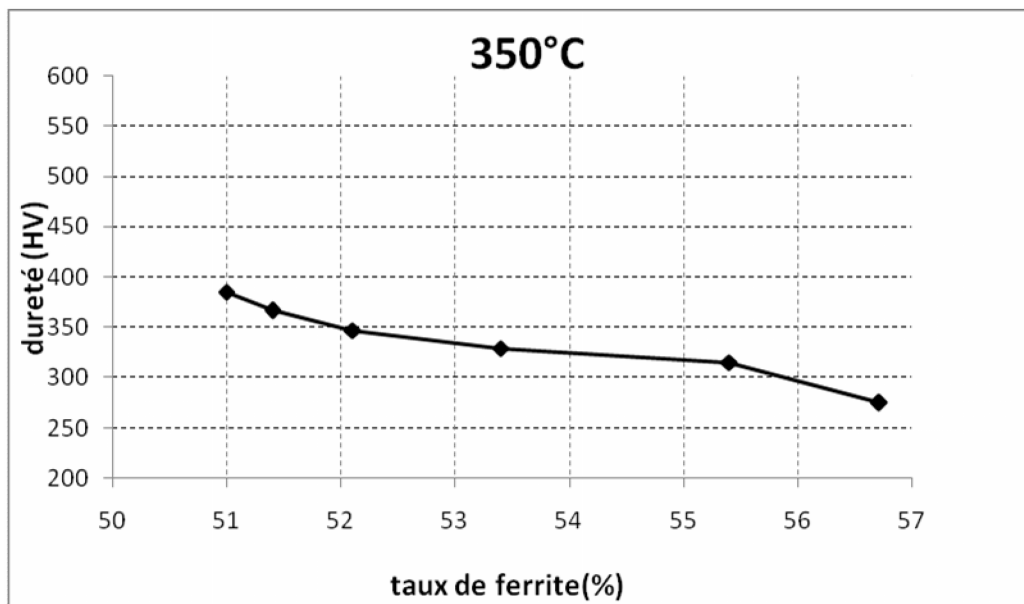
Nous nous sommes intéressé à trouver une relation entre les variations du taux de ferrite au cours du vieillissement et les variations de la résilience et la dureté de la soudure. Les résultats sont présentés par les figures IV.33 et IV.34. Nous constatons qu'une diminution du taux de ferrite engendre une diminution de la dureté et une augmentation de la résilience. En réalité ce n'est pas le taux de ferrite qui a un effet direct sur ces deux caractéristiques mécaniques. C'est la précipitation de la phase ' qui est responsable mais l'abaissement du taux de ferrite, causé par l'effet thermique et pour des considérations thermodynamiques se produit parallèlement à l'augmentation de la dureté et la chute de la résilience.



a) 350°C

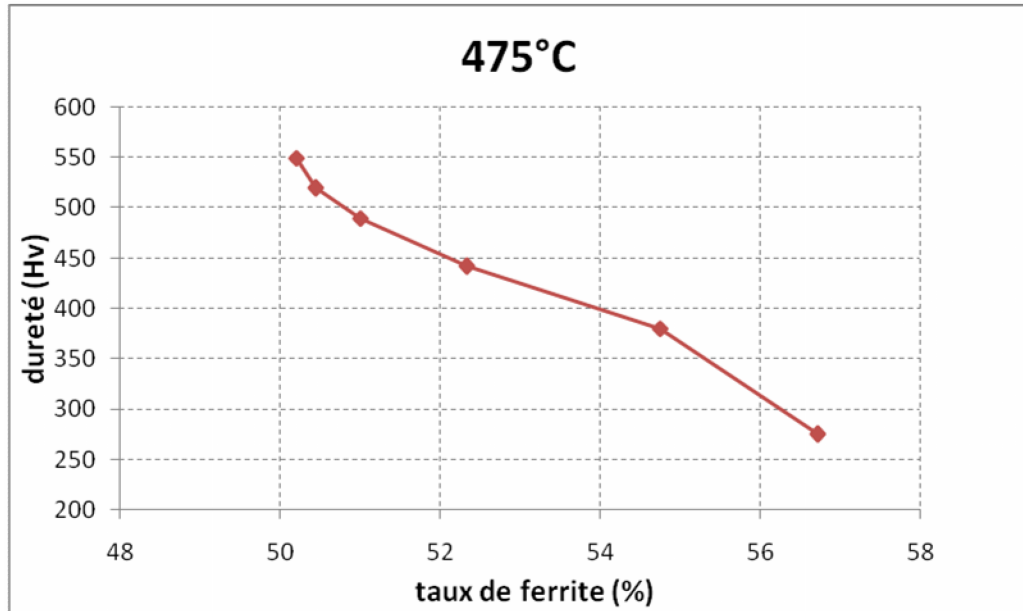


b) 475°C

*Figure IV.33. Effet de taux de ferrite de la zone fondue à 350 et 475°C sur la résistance au choc*

a) 350°C





b) 475°C

*Figure IV.34. Effet de taux de ferrite de la ZAT à 350 et 475°C sur la dureté*

## C Conclusion générale

Le travail présenté dans ce mémoire traite, sous différents aspects, 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'objectif de ce travail est l'étude de vieillissement de la ferrite, par un chauffage des soudures en acier duplex de nuance UNS S 31803 aux températures de 475 et de 350 °C, sur la structure et sur la résistance mécanique,

La résistance mécanique des soudures en acier duplex dépend fortement de la température de fonctionnement. Aux températures supérieures à 300 °C, une dégradation importante par fragilisation a été constatée dans les structures soudées.

Les dégradations les plus importantes des propriétés de la soudure se rencontrent dans la zone affectée thermiquement et la zone fondue. Cette dégradation a été mise en évidence par les variations de la résilience et de la dureté.

Un traitement thermique de vieillissement à 475°C pendant 250h a augmenté la microdureté de la ferrite la zone affectée thermiquement de 200 Hv et doublé la dureté de la soudure ; et une chute de résistance au choc de 13.2 daJ/cm<sup>2</sup>. Ces modifications ont un degré moindre pour une température plus basse car le phénomène est thermiquement activé.

Le taux de ferrite a subi une diminution dans la zone affectée thermiquement et la zone fondue pour atteindre la composition d'équilibre ( 50/50) cela peut être attribué à la précipitation de l'austénite de réversion 2.

La présence de la ferrite assure un bon comportement mécanique sa diminution influence sur les propriétés mécanique de matériau

La cause de ces modifications se caractérise par des transformations microstructurales principalement dans la phase ferritique correspondent la démixtion de la ferrite en  $\alpha$ , riche en fer, et en  $\beta$ , phase cubique centrée riche en chrome. Le mécanisme mis en jeu est

celui de la décomposition spinodale. Ceci crée des contraintes élastiques supplémentaires entre  $\alpha$  et  $\beta$  et donc un durcissement supplémentaire.

Beaucoup de ces transformations concernent la phase ferritique. Quelques transformations microstructurales peuvent intervenir dans la phase austénitique mais elles sont de conséquence moindre sur les propriétés mécaniques comparant de celle de la ferrite.

Les perspectives que nous proposons concernant la poursuite de cette étude sont :

- ✱ Il sera nécessaire de prolonger les temps de maintien des traitements de vieillissement pour mieux quantifier la précipitation de la phase  $\beta$ .
- ✱ Utiliser des techniques de caractérisation avancées pour détecter la phase  $\beta$ , la phase G et  $\delta$  et les contraintes associées à ces phases pour ce la on propose les techniques suivantes : la microscopie électronique à transmission, la sonde atomique et la microscopie Mössbauer
- ✱ Étude des effets du vieillissement de la ferrite en condition de fatigue et de corrosion.

- [1] **J. Barralis, G. Mader**  
*Précis de Métallurgie, élaboration, structures- propriétés et normalisation.*
- [2] **P. Lacombe, B. Baroux.**  
*Conséquence sur les traitements thermiques dans les aciers inoxydables, 1990.*
- [3] **M. Colombié.**  
*"Aciers inoxydables", Techniques de l'Ingénieur, M320, 1991*
- [4] **R. N. Gunn** *Duplex stainless steels, 2000.*
- [5] **P. J. CUNAT.** *Aciers inoxydables : Critères de choix et structure. Techniques de l'Ingénieur ; M4540, page 1-17. Traitée Des Matériaux. 2002.*
- [6] **P.Lefèvre, M.Poupard, L.Primot, Y.Vendeville, A.Vieu**  
*Choix et mise en oeuvre des aciers inoxydables dans les industries agro-alimentaires et connexes, principes généraux (Vol 1), Publications CETIM, 1996.*
- [7] **P.Gympel, N.Arlt**  
*Les aciers inoxydables, Editeur Tec et Doc, Paris, 1990.*
- [8] **P.LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER.** *Les aciers inoxydables. Les éditions de physique. 1990.*
- [9] **P. LACOMBE, G. BERANGER.** « *Conséquences sur les traitements thermiques* », dans *les aciers inoxydables, Editions de physique, les Ulis, 1990.*
- [10] **G. DAVID.** « *Les aciers inoxydables* » : *propriétés, mise en oeuvre, emploi et norme, techniques et documentation. Paris. 1990.*
- [11] **K.L WENG, T.H. CHEN, J.R. YANG.** *The High-Temperature and Low-Temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel. Bulletin of The College of Engineering. NTH, N° 89, page 45-61. October 2003.*
- [12] **J. M.VITEK, S. A. DAVID, S.A DAVID, C. R. HINMAN.** *Improved Ferrite Number Prediction Model that Accounts for Cooling Rate Effects, Part 1. Model Development. Welding Journal. January 2003.*
- [13] **CHARLES J.,** *Super duplex stainless steels : structure and properties, Duplex Stainless Steels'91, Beaune, Proceedings Vol 1 p 3-48.*
- [14] **A. Roos, B. Millet.**  
*Précis de métallurgie appliquée. Technique et documentation-Lavoisier. 1982. physique.1990.*
- [15] **JOSEPHSON B., NISSON J.O., WILSON A,** *phase transformations duplex steels and the relations between continuous cooling and isothermal heat treatment, Duplex Stainless Steels'91, Beaune, Proceedings, Vol. 1 p 67 - 78.*
- [16] **CHARLES J.,** *Super duplex stainless steels : structure and properties. Duplex stainless Steels'91, Beaune, Proceedings, Vol. 1, p 151 -168.*

- [17] **W. Curtis.** Kovach. *High Performance Stainless Steels. Technical marketing Ressources, Inc. Pittsburg. PA. USA.*
- [18] **A.Desestret, R.Mayoud**  
*Les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Nouveaux développements fondés sur 50 ans d'expérience, Revue de Métallurgie - CIT, Avril 1984.*
- [19] **N. Kherrouba**  
*Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d'acier inoxydables duplex 2205, Thèse de Magistère, Ecole National Polytechnique, Alger, 2006.*
- [20] **R. Badji**  
*Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205, Thèse de Doctorat, Ecole National Polytechnique, Alger, 2008.*
- [21] **H. GRONJON.** *Bases Métallurgiques de Soudage. Publication de la Soudure Autogène.*
- [22] **L. DEPRADEUX.** *Simulation numérique du Soudage. Thèse de Doctorat. INSA LYON. Mars 2004.*
- [23] **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. pp. 1319-1330.*
- [24] **P. GUMPEL, G. CHILBEC.** *Thyssen Edest, Tech.Ber. (Vol 11), page 3-8, 1985.*
- [25] **H. SASSOULAS.** *Traitement Thermiques des Aciers Inoxydables, Techniques de l'Ingénieur, M 1155, page 2-21.*
- [26] **LEXAL. SAF.** *Consommables pour le Soudage des Aciers Duplex.*
- [27] **site web:** [www.soudure.com](http://www.soudure.com)
- [28] **Guttmann M.,** *Duplex stainless steel 91, Beaune, France, 1991, 79.*
- [29] **Mateo A., Lianes L., Anglade M., Redjaimia A., Metauer G., J. Mat.Sci., (1997), 4533.**
- [30] **Park C.J., Kwon H.S.,** *Corrosion science, V44 (2002) 177.*
- [31] **Lacombe P, Baroux B, Beranger G,** *Les aciers inoxydables, Les éditions de physique, France, (1990).*
- [32] **Sidhom H.,** *"Etude de l'évolution structurale au cours du vieillissement de deux aciers inoxydables austénitiques, et de son influence sur les propriétés mécaniques et de corrosion intergranulaire" Thèse d'état, Orsay, (1990)*
- [33] **Marcinkowski M. J., Fiischer R.M., Szirmae A.,** *Trans. Metall. Soc. AIME 230, 1964, p. 676.*
- [34] **Lagneborg R.,** *Deformation in an iron-30% chromium alloy aged at 475°C, Acta Metallurgica, V15 (1967) 1737.*

- [35] **Auger P., Danoix F., Menand A., Bonnet S., Bourgoïn J., Guttman M.**, Atom probe and transmission electron microscopy study of aging of cast duplex stainless steels, *Materials Science and Technology*, Vol. 6, 1990, pp. 301-313.
- [36] **De Nys T., Gielen P.M.**, Spinodal decomposition in the Fe-Cr System, *Metallurgical Transactions*, Vol.2, 1971, pp.1423-1428.
- [37] **Cahn J.W.**, Spinodal decomposition, *Transaction of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 242, 1968, pp. 166-180.
- [38] **Massoud J.P., Van Duysen J.C., Zacharie G.**, Thermal ageing of duplex stainless steels, *Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF*, n°93NB00024, 1992.
- [39] **Danoix F., Bas P., Massoud J.P., Guttmann M. et Auger** , *Applied Surf. Science*, 67, 1993, pp. 348.
- [40] **Chung H.M., Leax T.R.**, Embrittlement of laboratory and reactor aged CF3, CF8, and CF8M duplex stainless steels, *Materials Science and Technology*, Vol.6, 1990, pp. 249-262.
- [41] **Grisot O., Massoud J.P.**, Evaluation of the thermal ageing of duplex stainless steels, *ICONE 5*, 1997.
- [42] **Rezakanlou R., Massoud J.P.**, Application of instrumented microhardness method to follow the thermal ageing of cast duplex stainless steel, *Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF*, n°93NB00129, 1993.
- [43] **Danoix F., Chambrelaud S., Massoud J.P., Auger P.**, Évolution microstructurale de la ferrite des aciers austéno-ferritiques lors de vieillissements entre 300 et 400°C, *Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF*, n°92NIB0005, 1991.
- [44] **Danoix F., Chambrelaud S., Massoud J.P., Auger P.**, Influence of Ni, Mo and other elements on the microstructural evaluation of the ferritic phase of duplex stainless steels aged at 300-400°C : an atom probe investigation, *Duplex Stainless steels'91, Les Editions de Physique*, 1991, pp. 111-118.
- [45] **Riedrich G., Loib F.**, Versprödung chromreicher Stähle im Temperaturgebiet von 300 bis 600°, *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, Vol.15, N°4, 1941, pp. 175-182.
- [46] **Duval C.**, Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis, *Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris*, Janvier 1992.
- [47] **Bonnet S., Bourgoïn J., Champredonde J., Guttmann D., Guttmann M.**, Relationship between evolution of mechanical properties of various cast duplex stainless steels and metallurgical and aging parameters: outline of current EDF programmers, *Materials Science and Technology*, Vol. 6, No. 3, 1990, pp. 221-229.
- [48] **DELILECHE H.** le vieillissement de la ferrite dans les soudures D'acier inoxydable DUPLEX 2205 *Thèse PFE, école nationale polytechnique, Alger, 2009*

- [49] **CALONNE**; *v propagation de fissure par fatigue dans les aciers austénoferritiques moules : influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai ; thèse de doctorat, école des mines de paris, juillet 2001*
- [50] **DAKHLAOUI** *analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons x et neutronique, thèse de doctorat, école d'arts et métiers, paris, décembre 2006*