

**RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE**



PROJET DE FIN D'ETUDE

**PRÉSENTÉ PAR
Melle DELILECHE HADJAR**

THÈME

**LE VIEILLISSEMENT DE LA FERRITE
DANS LES SOUDURES D'ACIER INOXYDABLE
DUPLEX 2205**

SOUTENU LE 23 JUIN 2009, DEVANT LE JURY COMPOSÉ DE :

**Mr DJEGHLAL. M
Mr. ABADLI. K
Mr. SALHI. E
Mr. DELLALI. A**

**Président
Promoteur
Examineur
Examineur**

Promotion 2009

ملخص

إن حديد الصلب الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة (أستينوفيرتي) يتأثر بظاهرة الإزمان الناتجة عن ترسبات غنية بالمواد المضافة لحديد الصلب المزدوج البنية (كروم،موليبدان)، ناتجة عن عوامل عدة أهمها الإزمان خلال فترة الخدمة.

من هنا، تأتي دراستنا للإتمام الأعمال المنجزة سابقا . سنتطرق لدراسة تأثير ترسبات الطور ألف بريم' α و الاستنيت الثانوي γ_2 على الخواص الميكانيكية لحديد الصلب مزدوج البنية (22 % كروم, 05% موليبدان) الملحوم . حيث نقوم باخضاع عدد من عينات هذا الحديد إلى معالجة الإزمان عند درجات الحرارة 475° م و 350° م لفترات زمنية مختلفة .

إن كمية الترسيبات ستؤثر على مرونة الحديد و متانته .

الكلمات المفتاحية

حديد الصلب الغير قابل للأكسدة ذو البنية المزدوجة الملحوم ، الطور ألف بريم ، الاستنيت الثانوي ، صلابة ، معالجة الإزمان.

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.

Delà, vient notre étude pour compléter les travaux déjà faits. On abordera l'effet de la phase alpha prime et l'austénite secondaire sur les propriétés mécaniques des aciers inoxydables duplex 2205 soudés.

On effectuera un traitement de vieillissement à 475 et 350°C pendant différents temps de maintien. La précipitation de ces phases a un effet néfaste sur la ténacité et la résilience du matériau.

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).

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.

Je remercie aussi tout le personnel du Centre de Recherche Scientifique et Techniques en Soudage et Contrôle (CSC) et plus particulièrement **Mr Hakem Mamar** et **Mr Allou Djileli** pour leur gentillesse et aide précieuse.

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

Mes remerciements vont aux membres de jury **Mr SALHI** et **Mr 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.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

- ❖ À mes très chers et tendres parents, que Dieu les protège.
- ❖ À mes chères soeurs : Choubaila, Fatima Zohra et Keltoum.
- ❖ À mes chers frères : Abderrahmane ,Chouaib, Younes et mon adoré Ayoub.
- ❖ À mon neveu Abdelmelek.
- ❖ À ma chère famille.
- ❖ À mes meilleurs amies que j'aime beaucoup : Amina et Yamina.
- ❖ À ma promotion d'ingénieur en Métallurgie 2009.

Sommaire

Introduction générale.....01

Chapitre I : Les aciers inoxydables duplex..... 03

I.1 Généralités sur les aciers inoxydables.....	03
I.1.1 Introduction et historique.....	03
I.1.2 Influences des éléments d'alliage.....	03
I.1.2.1 Action du chrome, système Fe-Cr.....	04
I.1.2.2 Action du carbone, système Fe-Cr-C.....	05
I.1.2.3 Action du nickel, système Fe-Cr-Ni.....	06
I.1.3 Principaux constituants des aciers inoxydables	07
I.1.3.1 Matrice	07
I.1.3.2 Phases interstitielles.....	07
I.1.3.3 Phases intermétalliques	07
I.1.4 Les familles d'aciers inoxydables	08
I.1.4.1 Les aciers inoxydables ferritiques	08
I.1.4.2 Les aciers inoxydables martensitiques	08
I.1.4.3 Les aciers inoxydables austénitiques	09
I.1.4.4 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques	09
I.2 Propriétés des aciers inoxydables duplex.....	10
I.2.1 Composition chimique	10
I.2.2 Structure métallurgique.....	10
I.2.3 Evolution structurale.....	13
I.2.4 Traitements thermiques et transformations structurales.....	14
I.2.4.1 Transformation structurales au dessus de 1050 °C.....	14
I.2.4.2 Transformations à température comprise entre 1050 et 600°C	15
I.2.4.3 Transformation aux températures inférieures à 600 °C.....	18
I.2.5 Propriétés physiques et mécaniques	19
I.2.5.1 Propriétés physiques.....	19
I.2.5.2 Propriétés mécaniques	19
I.2.6 Résistance à la corrosion	21
I.2.6.1 Corrosion intergranulaire.....	21
I.2.6.2 Résistance aux corrosions par piqûres et crevasses	22
I.2.7 Soudabilité des aciers inoxydables austéno-ferritique (duplex)	22
I.2.7.1 Cycle thermique de soudage	22
I.2.7.2 Solidification et structure des soudures duplex.....	25
I.2.7.3 Taux de ferrite.....	26
I.2.7.4 Transformations de phases durant le soudage des duplex.....	26
I.2.7.5 Traitements thermiques sur soudures duplex.....	27
I.2.7.6 Propriétés d'une soudure duplex	27

Chapitre II: Le vieillissement de la ferrite dans les aciers inoxydables29

Duplex

II.1 Définitions.....	29
II.2 Fragilisation à 475 °C des aciers ferritiques riches en chrome.....	29
II. 2. 1 Origine de la fragilisation.....	29
II. 2 .2 Effets du vieillissement	30
II.2.2 .1 Sur les propriétés mécaniques.....	30
II. 2.2 .2 Sur les mécanismes et de déformation et de rupture.....	30
II. 2 .3 Les mécanismes de durcissement des aciers ferritiques vieillis	30
II.3 Evolution microstructurale des aciers duplex au cours du vieillissement.....	31
II.3 .1 Démixtion de la solution Fe-Cr.....	32
II .3 .2 Précipitation de la phase G.....	34
II .3 .3 Synergie entre la démixtion de la solution solide Fe-Cr et la précipitation.....	35
de la phase G	
II.4 Cinétique de vieillissement.....	36

Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales.....37

III.1 Matériaux utilisés.....	37
III.2 Procédures expérimentales.....	39
III.2.1 Réalisation des soudures	39
III.2.1.1 Choix des procédés de soudage	39
III.2.1.2 Métal d'apport	39
III.2.1.3 Paramètres de soudage.....	40
III.2.1.4 Soudage des tubes	42
III.2.2 Tronçonnage des éprouvettes.....	43
III.2.3 Usinage des éprouvettes.....	44
III.2.4 Traitements thermiques.....	44
III.2.5 Les traitements de vieillissement effectués.....	44
III.2.6 Caractérisation.....	45
III.2.6.1 Caractérisation microstructurale.....	45
III.2.6.1.1 Préparation des échantillons.....	45
III.2.6.1.2 Attaque métallographique.....	45
III.2.6.1.3 Observation microscopique.....	47
III.2 .6.2 Caractérisation mécanique.....	49
III.2.6.2.1 Essai de microdureté.....	49
III.2.6.2.2 Essai de résilience.....	49

Chapitre IV : Résultats et interprétations.....51

IV.1 Présentation des résultats.....	51
IV.1.1 Structure à l'état initial expérimentales.....	51
IV.1.1.1 Métal de base.....	51
IV.1.1.2 La zone affectée thermiquement.....	52

IV.1.1.3 La zone fondue.....	53
IV.1.2 Effet du vieillissement sur la structure de la soudure.....	54
IV.1.2.1 Vieillissement à 350°C	54
IV.1.2.2 Vieillissement à 475°C	59
IV.1.3 Effet du vieillissement sur la dureté de l'austénite et la ferrite.....	65
IV.1.3.1 Effet du vieillissement sur la dureté de l'austénite	65
IV.1.3.2 Effet du vieillissement sur la dureté de la ferrite.....	65
IV.1.4 Effet du vieillissement sur le taux de ferrite	66
IV.1.4.1 Effet du vieillissement à 350°C sur le taux de ferrite	66
IV.1.4.2 Effet du vieillissement à 475°C sur le taux de ferrite	67
IV.1.5 Effet du vieillissement à 350 et 475°C sur la résilience.....	67
IV.2 Interprétations	68
IV.2.1 Evolution microstructurale et morphologique	68
IV.2.2 Diminution du taux de ferrite	69
III.2.3 Duretés des phases.....	69
III.2.4 Diminution de la résilience.....	70
Conclusion générale	71

Références bibliographiques

Introduction générale

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

Aussi, les aciers inoxydables duplex présentent une bonne soudabilité, 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 oeuvre.

Cependant, un phénomène de fragilisation aux hautes températures (700 – 900 °C) suite à la précipitation de la phase sigma et des carbures de Chrome, et aux basses températures (400 – 500 °C) suite à la précipitation de la phase alpha prime provoque une chute dramatique de ces propriétés.

Nous nous proposons donc d'étudier ce phénomène et nous nous intéressons dans cette étude à la précipitation de la phase alpha prime et l'austénite secondaire plus particulièrement et les mécanismes de durcissement et de précipitation. C'est donc une approche qualitative en utilisant la microscopie optique, et quantitative en utilisant le traitement d'image.

L'acier utilisé dans cette étude est l'acier inoxydable duplex 2205 préalablement soudé et ayant subi un traitement de vieillissement à partir de deux températures 350 et 475 °C pendant différents temps de maintien 10h ; 20h ; 30h ; 40h ; 50h ; 80h ; 100h.

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 leur 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.

CHAPITRE I : LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

I.1 Généralités sur les aciers inoxydables

I.1.1. Introduction et historique

Les aciers inoxydables constituent un groupe d'aciers fortement alliés basés sur les systèmes Fe-Cr, Fe-Cr-C et Fe-Cr-Ni. Leur caractéristique d'inoxidabilité est assurée par la teneur en chrome qu'ils doivent contenir et qui est généralement supérieure à 10.5%. Cette teneur en chrome permet la formation d'une couche passive protectrice contre la corrosion.

C'est en 1821 que Berthier introduisit cet élément dans les aciers destinés à l'industrie de coutellerie. Par la suite, il constata que le fer allié au chrome devenait plus résistant aux acides et cette résistance augmentait avec la concentration en chrome. A la fin du 19^{ème} siècle, Brustlein et Boussingault ont, chacun de leur côté, mis en évidence le rôle du chrome sur la résistance à l'oxydation des alliages ferreux [1,2]. Ce n'est qu'au début du 20^{ème} 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.1.2 Influences des éléments d'alliage

Le fer pur existe sous deux variétés cristallographiques dont la nature et le domaine d'existence sont résumés ci-après :

- A température ambiante, la structure est cubique centré, le fer se trouve sous sa forme ferritique α , il est alors magnétique.
- A 910°C, il subit une première transformation allotropique, et jusqu'à 1400°C, il se trouve sous sa forme austénitique γ , de structure cubique à faces centrées, amagnétique.

- Au-de là de 1400°C, il retrouve une structure identique à celle de l'ambiante, c'est la ferrite δ , magnétique.

On voit donc qu'une élévation de température provoque des modifications structurales. Avec l'aide des éléments d'addition judicieusement choisis, il sera possible d'intervenir sur les températures d'existence de ces structures. On pourra ainsi fabriquer une structure en relation avec les propriétés souhaitées.

Les éléments d'alliage se répartissent en deux catégories, ceux qui favorisent le maintien du fer α (éléments alphagènes) et ceux qui favorisent le maintien du fer γ (éléments gammagènes). Ces éléments influencent plus ou moins la structure de l'acier selon leurs natures et quantités.

I.1.2.1 Action du chrome, système Fe-Cr

Le chrome, cristallisant dans le système cubique centré et de caractère carburigène, constitue l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables. Il génère la passivation de l'acier, par la formation d'un film passif que l'on trouve sous forme d'oxyde complexe de type $(Fe, Cr)_2O_3$ et d'hydroxyde $Cr(OH)_3 \cdot nH_2O$ dans le film passif [5]. De plus, le chrome favorise le domaine ferritique et élargit son domaine d'existence, c'est un élément alphagène.

Le diagramme d'équilibre Fe-Cr (figure I.1) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « Boucle γ », cette situation est due à la structure cristallographique du chrome.

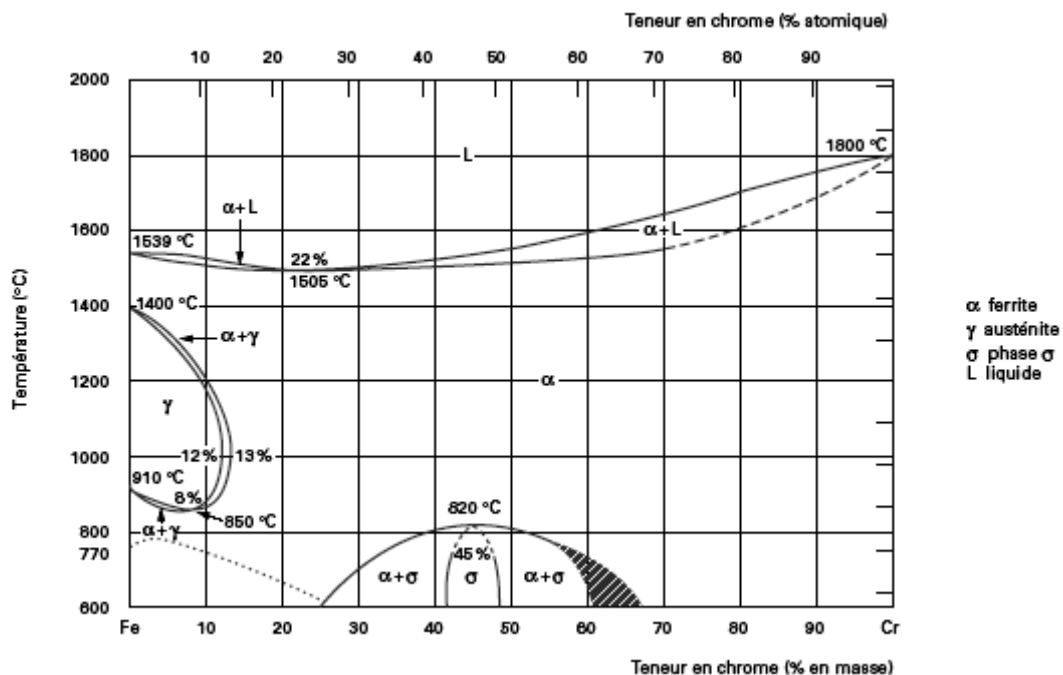


Figure I.1: Diagramme d'équilibre Fe-Cr [6].

On peut délimiter deux régions de teneurs en chrome [07]:

- Pourcentage de Cr < 13% : ces alliages ont la possibilité d'être austénétisés totalement ou partiellement et peuvent donc subir la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ par chauffage ou par refroidissement.
- Pourcentage de Cr > 13% : ces alliages sont ferritiques à toutes températures et ne peuvent pas donc subir de trempe martensitique. Cependant, pour des teneurs suffisantes en chrome, il y a possibilité d'apparition d'une phase intermétallique, dure et fragile, dite phase sigma (σ).

Cette phase sigma peut apparaître autour de la composition 50/50 (entre 45 et 55%), et elle peut précipiter aux joints de grains ferritiques α en rendant fragile l'alliage dans le cas de fortes teneurs en chrome ou pour des traitements de revenu prolongés [8].

I.1.2.2 Action du carbone, système Fe-Cr-C

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 [7,9]. 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 γ . Cela est illustré dans la figure I.2.

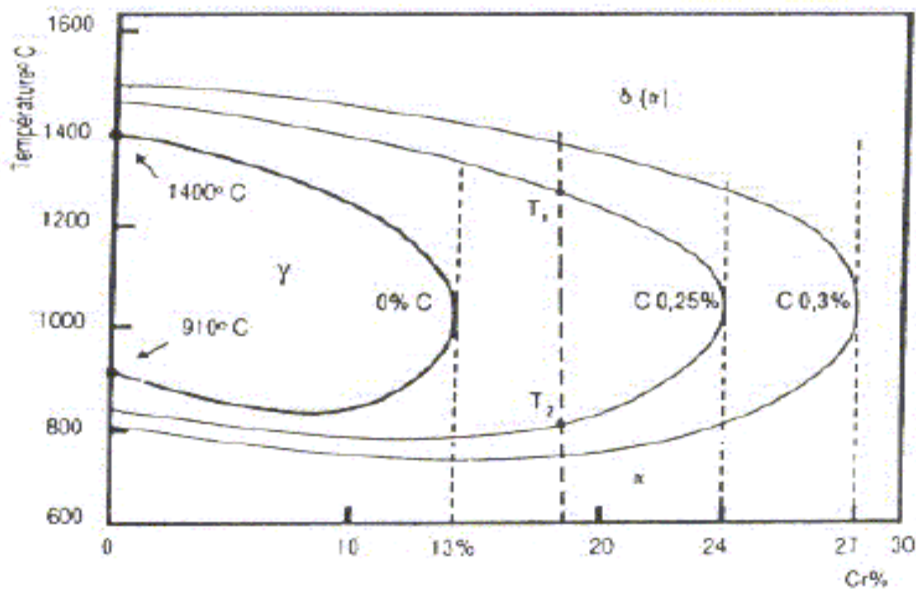


Figure I.2 : Projection sur le plan température/teneur en chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en carbone [8].

I.1.2.3 Action du nickel, système Fe-Cr-Ni

Le nickel, de structure cubique à faces centrées favorise l'extension du domaine austénitique (figure I.3). Il est avec le chrome un des plus importants éléments d'alliage des aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques.

Le nickel améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension [9]. Par ailleurs, il augmente la capacité de trempe des aciers en abaissant la vitesse critique de refroidissement [7]. Comme le carbone, le nickel élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr. Mais il est remarquable qu'il faut une teneur beaucoup plus importante en nickel pour élargir la boucle γ qu'il en faut avec l'addition du carbone. Ceci démontre que le carbone a un pouvoir gammagène beaucoup plus prononcé que celui du nickel [8]. La figure I.4 présente le diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni.

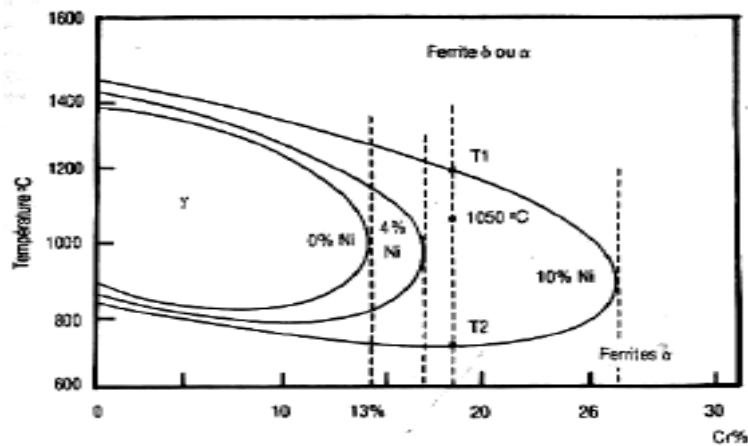


Figure I.3 : Influence du nickel sur la boucle γ des alliages ternaire Fe-Cr-Ni [2].

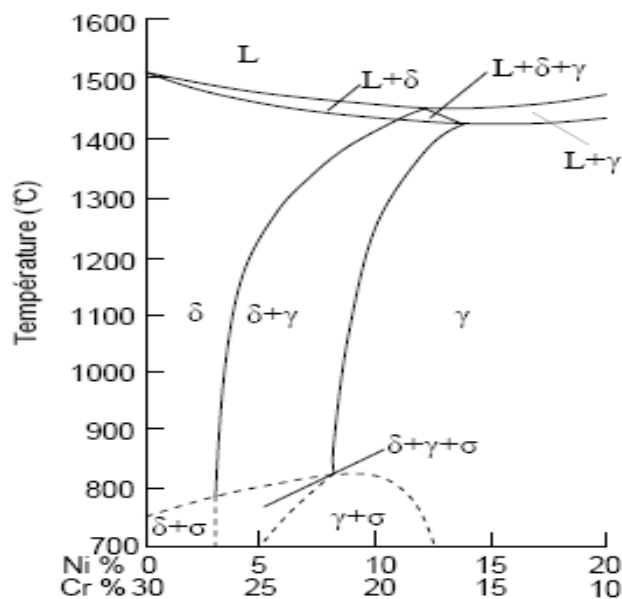


Figure I.4: Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni pour 70% de Fe [8].

I.1.3 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 des éléments principaux constituant les aciers inoxydables, à savoir le Fer, le Chrome et le Nickel, d'autres éléments y sont ajoutés comme éléments d'addition soit en insertion tels que le Carbone ou l'Azote, soit en substitution tel que le Molybdène et la structure des aciers inoxydables en dépend énormément. Ces éléments peuvent être divisés en :

✦ **Eléments α -gènes** : ce sont des éléments qui favorisent la formation de la phase α , c'est le cas du Mo, Nb, V, Ta, Si et Al.

✦ **Eléments γ -gènes** : l'ajout de ces éléments conduit à l'élargissement du domaine austénitique, on peut citer C, N et Co.

I.1.3.1 Matrice

La structure des aciers inoxydables dépend exclusivement des transformations allotropiques du Fer. Ajoutons à cela l'effet stabilisateur des éléments d'additions des phases α ou γ . C'est ainsi que la matrice peut être ferritique ou austénitique tenant compte de ces paramètres.

I.1.3.2 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 $Cr_{23}C_6$ qui précipite 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 $Cr_{23}(B, C)_6$. D'autres carbures de Chrome du type M_7C_6 (Hexagonal ou Orthorhombique) ou M_6C (CFC) peuvent exister ainsi que des nitrures du type CrN et Cr_2N .

I.1.3.3 Phases intermétallique

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

✦ La phase sigma (σ)

✦ La phase alpha prime (α')

✦ Les phases intermétalliques à caractère électronique du type Hume-Rothemy [10] telles que la phase chi (χ)

I.1.4 Les familles d'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 Schaeffler qui se base sur le calcul de l'équivalent en Nickel (respectivement en Chrome) qui est la somme des teneurs pondérales γ -gènes (respectivement α -gènes) affectées de coefficients correcteurs compte tenu du pouvoir γ -gène (respectivement α -gène) qui diffère d'un élément à un autre. Nous avons donc [2]:

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

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

I.1.4.1 Les aciers martensitiques

Les aciers martensitiques contiennent en moyenne 12 à 17% de chrome, 0.10 à 1.10% de carbone et parfois des additions de nickel, de molybdène et éventuellement de soufre, en vue d'améliorer l'usinabilité. Ils sont, en règle générale, utilisés à l'état trempé et revenu, état dans lequel ils présentent des caractéristiques mécaniques et une résistance à la corrosion optimale. La trempe de ces aciers est caractérisée par un mécanisme de transformation relativement simple, un chauffage d'austénitisation suivi d'un refroidissement à vitesse appropriée, dans le but de réaliser une transformation martensitique. L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces nuances une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté très élevées [02].

La résistance à la corrosion de ces aciers, bien qu'inférieure à celle des aciers ferritiques et austénitiques, est bonne à l'air, aux solutions salines à caractères oxydant et aux produits alimentaires. Ils sont surtout utilisés en coutellerie et pour les pièces mécaniques fortement sollicitées, soumises à des actions corrosives [06].

I.1.4.2 Les aciers inoxydables ferritiques

Ce sont des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Molybdène dont la teneur en Chrome varie de 11 à 30% [12]. Ces aciers ne contiennent en général pas de Nickel. Ils sont ferromagnétiques et sont caractérisés par le fait que leur structure reste entièrement ferritique dans tout l'intervalle de température. Avec ces aciers, plus la teneur en Chrome est élevée, plus le risque de fragilisation à 475 °C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté par suite d'un maintien durant plusieurs centaines d'heures à des températures comprises entre 400 et 500 °C.

On les utilise sous forme d'enjoliveurs sur les automobiles et comme matériau de construction pour les usines d'acide nitrique synthétique [08].

I.1.4.3 Les aciers austénitiques

Ces aciers ont à l'ambiante une structure austénitique. Cette structure est cubique à faces centrées, non magnétique et se déforme facilement. Ces aciers présentent des teneurs en chrome supérieures ou égales à 17 % et des proportions en nickel et en manganèse suffisantes (en général, au moins 8 % de nickel) pour assurer la stabilité de l'état austénitique à toutes températures. Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une grande stabilité structurale qui rend possible leur utilisation dans un large domaine de température. Ils ne sont pas durcis par la trempe mais par écrouissage [05]. De plus, leur résistance aux différents modes de corrosion est meilleure que celle des aciers des deux classes précédentes. Cette résistance est améliorée par la présence de teneur croissante en molybdène [06].

Les aciers austénitiques offrent une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte. Les valeurs typiques d'allongements à la rupture se situent entre 40 et 50% et sont ainsi pratiquement le double de celles des aciers ferritiques, martensitiques et austéno-ferritiques [05]. Leurs résiliences sont excellentes. Elles ne présentent jamais de caractère de rupture fragile. Le fluage est à prendre en compte à partir de 450°C à 500°C selon les nuances [09]. On utilise les aciers inoxydables austénitiques pour de nombreuses applications, pour l'automobile et différentes unités de construction pour les industries chimiques et alimentaires.

I.1.4.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

L'élaboration de ces aciers comprend une phase de fusion dans un four électrique suivie d'une opération d'affinage de type ASV (Procédé d'affinage sous vide) ou AOD (Argon-Oxygen-Decarburization).

Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en Chrome (22% et plus) et des teneurs relativement basses en Nickel (3,5 à 8%). Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée (austénite + ferrite) à température ambiante, leur teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60% en fonction des nuances. On les nomme également aciers « duplex ». Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique). Ils peuvent également être durcis par écrouissage à froid. Leur résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier vis à vis de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte.

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 et l'industrie du papier. Ils sont d'autant plus facilement utilisés qu'il est possible de les forger, mouler, usiner et souder.

I.2 Propriétés des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)

I.2.1 Composition chimique

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 oeuvre ce qui permet d'adapter leur utilisation vers des applications très particulières [10]. Les nuances des aciers duplex ont la composition suivante:

Tableau I.1: Composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques [03].

Elément	Cr	Ni	Mo	Cu	N	C
%	19-26	4-8	1.5-4	< 2	< 0.3	≤ 0.03

Les vitesses de diffusion des éléments sont beaucoup plus élevées dans la ferrite que dans l'austénite, la phase ferritique riche en chrome et en molybdène sera donc privilégiée pour la germination des phases intermétalliques ou des précipitations riches en ces deux éléments [10]. Soulignons par ailleurs, que le nickel est connu pour être moins efficace que le chrome en ce qui concerne la variation de la teneur en ferrite. Il faudrait ainsi pour compenser un accroissement de 1 % en chrome une augmentation de deux points en nickel. Les évolutions de nuances ont par ailleurs favorisé la réduction des teneurs en carbone et en nickel au bénéfice d'addition d'azote (0.12, 0,18..0,25). Cette nouvelle génération d'aciers austéno-ferritiques équilibrée par des additions maîtrisées d'azote permet de gagner en stabilité structurale et en tenue à la corrosion. C'est ainsi que leur emploi, à l'origine essentiellement comme pièces moulées s'est progressivement étendu aux tôles fortes laminées à chaud, aux tubes et aux tôles minces [04].

I.2.2 Structure métallurgique

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

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

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

Les aciers inoxydables moulés : Ils sont en général classés selon la dénomination américaine

« CFx », x représentant la teneur maximale en carbone multipliée par 100. Les nuances contenant du molybdène se présentent sous la forme « CFxM ». Dans ces aciers la proportion de ferrite est minoritaire : elle excède rarement 30%. Après moulage, ils subissent un traitement thermique d'homogénéisation aux environs de 1100°C pendant plusieurs heures, puis une trempe à l'eau [12].

Les microstructures typiques caractérisant les états de moulage des aciers inoxydables duplex sont présentées dans la figure I.5.

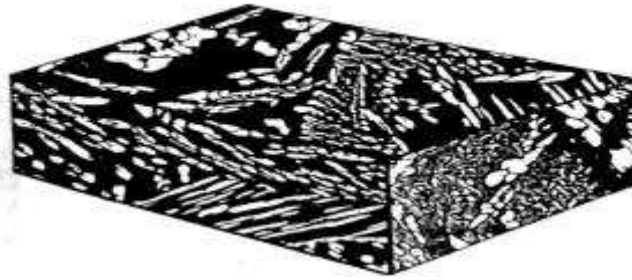


Figure I.5 : Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex moulu [12].

Les aciers inoxydables duplex laminés : Le processus de fabrication de ces aciers suit les étapes de moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les différentes étapes de ce processus de fabrication sont présentées à la figure I.6. On note que l'acier est parfois de nouveau laminé à froid.

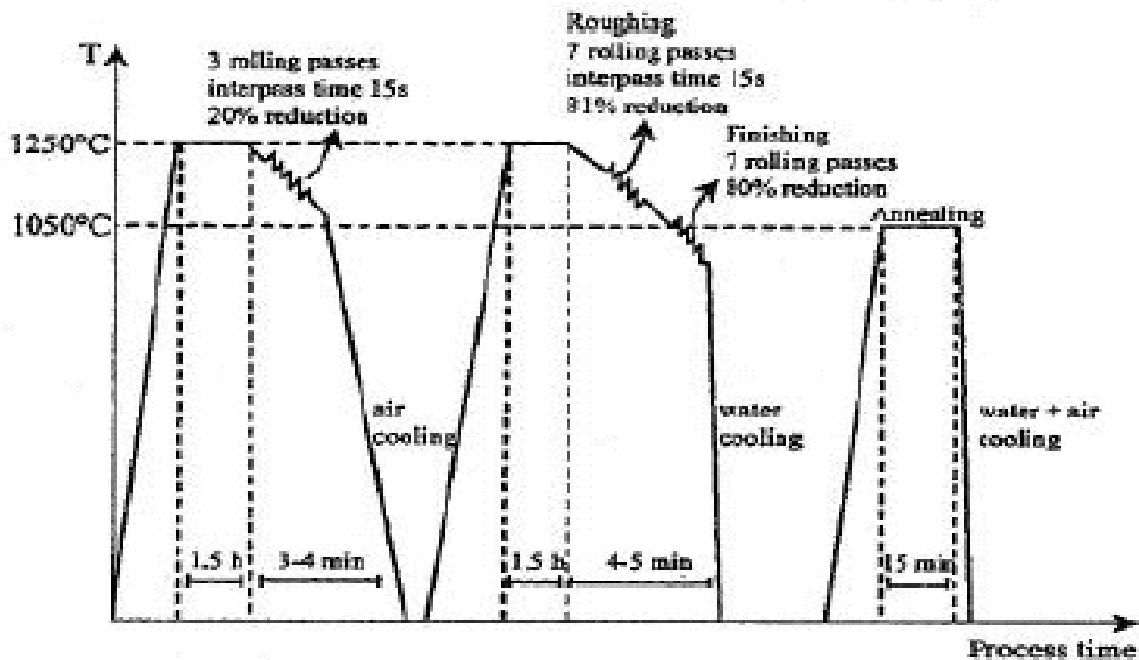


Figure I.6: Etapes de fabrication d'un acier duplex laminé à chaud de type SAF 2205 [07].

Il existe actuellement trois grandes nuances d'aciers inoxydables duplex laminés [07] :

- Les aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 (ou Z3CN 2304 AZ) qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques 304 ou 316.
- Les aciers laminés standard de type UNS S 31803 (Z3CND 2205 AZ) largement étudiés dans la littérature. Ils sont également appelés par leur nom commercial SAF 2205.
- Les aciers laminés fortement alliés conçus spécialement pour les applications maritimes chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type UNS S 32760 (ou Z3 CNDU 2506).

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 (figure I.7). 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 austéno-ferritiques sont dues pour partie à leur structure biphasée $50\alpha/50\gamma$ [04,07]. 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 [10].

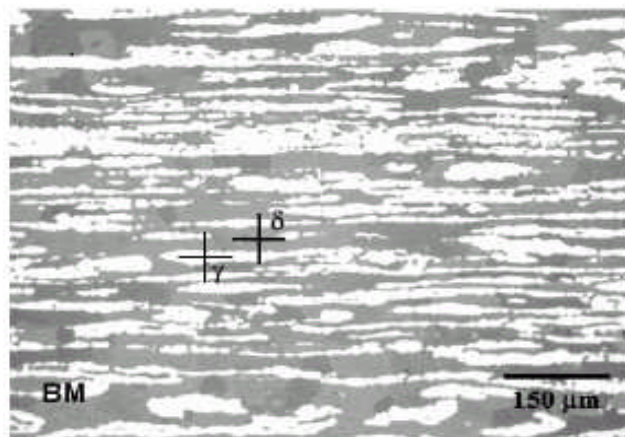


Figure I.7: Microstructure type d'un acier duplex laminé [11].

Par ailleurs, la proportion des deux phases peut varier dans d'assez larges limites suivant d'une part les quantités relatives des éléments alphas et des éléments gamma et d'autre part, la température du traitement avant trempe. Lorsque cette dernière augmente, la quantité de la phase ferritique croît. Il faut souligner aussi que, les analyses des deux phases ne sont pas identiques, les éléments alphas se concentrant dans la phase ferritique et les éléments gamma dans la phase austénitique. Par exemple, pour un alliage contenant 22% de chrome, la teneur en chrome de la ferrite peut être de l'ordre de 24 % et celle de l'austénite de l'ordre de 20 % [12].

La structure biphasée de ces aciers ne présente pas que des avantages, elle a l'inconvénient de limiter de façon importante les températures d'utilisation, leur emploi est limité dans la zone de -50°C à +320°C. En dessous, les valeurs de résilience chutent et l'on risque des ruptures fragiles. Au dessus, on risque des précipitations qui entraînent des modifications structurales affectant profondément leur comportement [07,10].

I.2.3 Evolution structurale

L'étude de la structure des aciers inoxydables duplex est basée sur le digramme ternaire Fe-Cr-Ni de la figure I.8. Une coupe à 70 % Fe (figure I.4) permet de prédire la structure de l'acier à la température ambiante, pour une composition chimique donnée, une température de traitement thermique et un mode de refroidissement précis.

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

- d'une part des vitesses de diffusion élevées qui sont approximativement 100 fois les vitesses de diffusion dans les nuances austénitiques ; ceci est dû à la faible compacité de la ferrite (réseau c.c) par rapport à l'austénite (réseau c.f.c) et à la forte concentration de la ferrite en chrome et molybdène qui sont les principaux constituants des phases et précipités intermétalliques [19-21].
- D'autre part, la solubilité des éléments α -gènes décroît lorsque la température diminue, augmentant par conséquent la probabilité de la précipitation pendant les traitements thermiques.

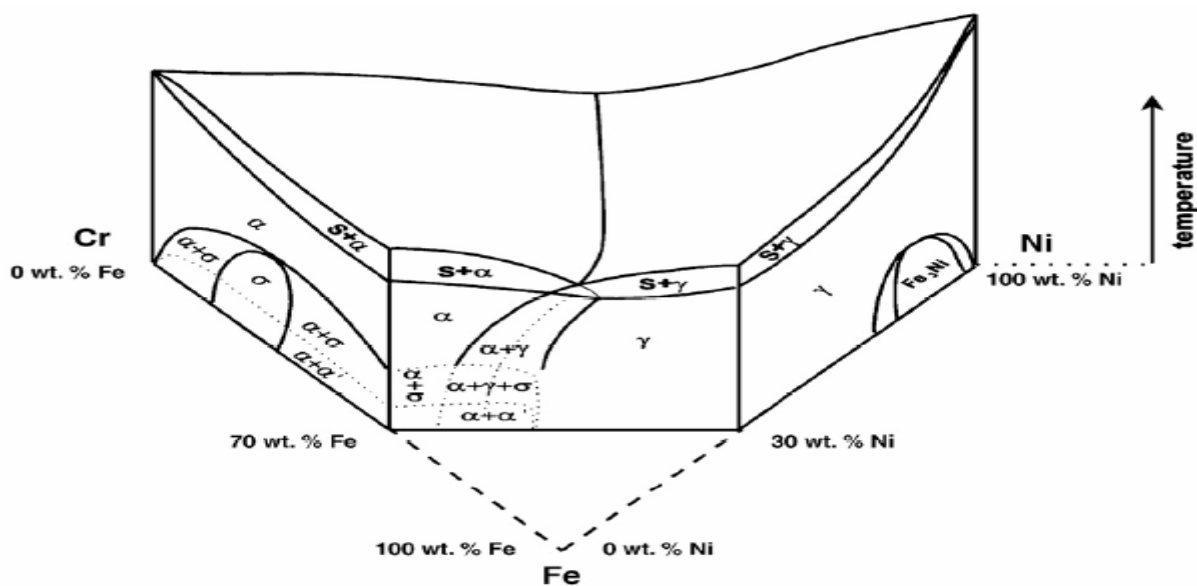


Figure I.8 : Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni [18]

I.2.4 Traitements thermiques et transformations structurales

On peut distinguer trois catégories d'évolution structurales rencontrées dans les alliages austéno-ferritiques : celles se produisant au-dessus de 1050°C, celles se produisant dans l'intervalle 600-1050°C et celles se produisant en dessous de 600°C.

I.2.4.1 Transformation structurales au dessus de 1050 °C

Les nuances austéno-ferritiques se solidifient entièrement en mode ferritique $\delta(\alpha)$. Ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation en phase solide $\delta(\alpha) \rightarrow \gamma$ se produit.

La transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ peut être également incomplète si la vitesse de refroidissement est grande [04]. Soulignons ici l'effet manquant des additions d'azote, à savoir son action stabilisatrice sur la structure biphasée en reportant à plus haute température la transformation $\gamma \rightarrow \delta(\alpha)$.

La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases austénitique et ferritique s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des deux phases [04]. L'élévation des températures conduit à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases ; le facteur K qui représente le rapport entre la quantité de l'élément dans la phase ferritique et sa quantité dans la phase austénitique tend vers l'unité (figure I.9) dans ce cas, la ferrite devient plus riche en éléments interstitiels comme le carbone et l'azote.

Pour les teneurs en azote comprises entre 0.25 et 0.4%, les proportions de la ferrite et de l'austénite sont relativement proches à 1250°C. Pour une teneur en cet élément inférieure à 0.2%, la proportion de ferrite peut atteindre 80 à 85%. Cette observation a une répercussion importante sur la structure de la ZAT lors des opérations de soudage. Les grains peuvent devenir équiaxes avec le prolongement du traitement à haute température, ou peuvent devenir aciculaires avec la structure Widmenstätten lors d'un refroidissement intermédiaire [24].

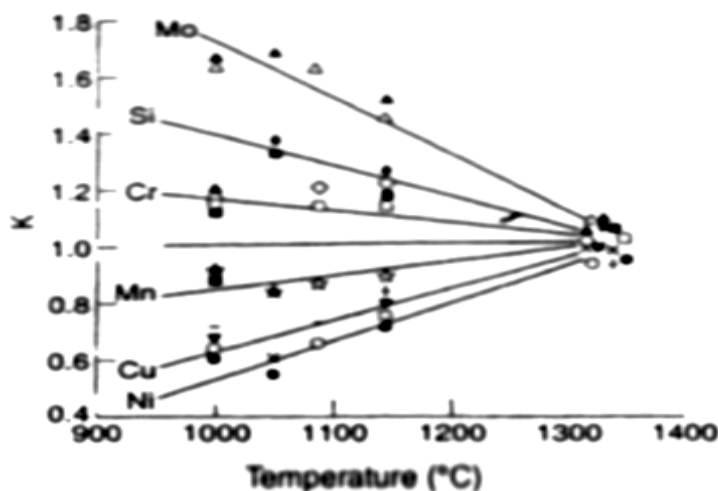


Figure I.9 : Évolution du coefficient de partage en fonction de la température. [1, 2]

I.2.4.2 Transformations à température comprise entre 600 et 1050 °C

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

Le diagramme de la figure I.10 récapitule les différents précipités qui peuvent se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de températures

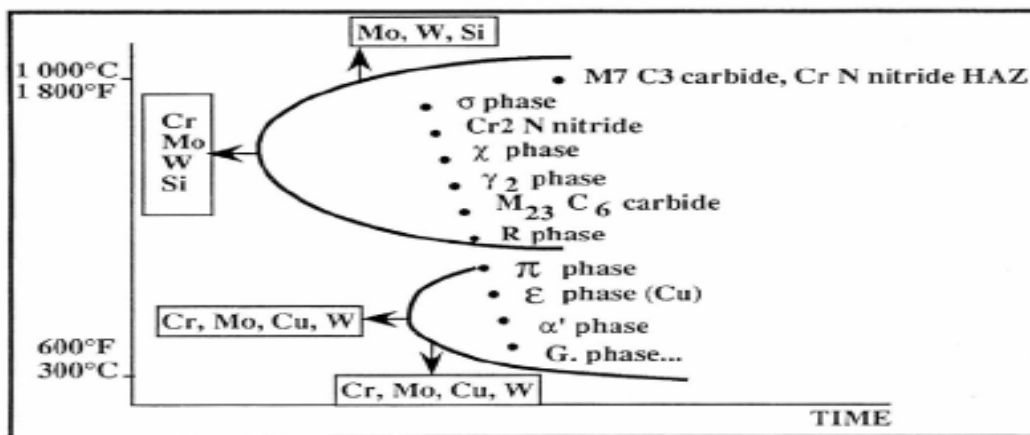


Figure I.10 : Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex [4].

1. Phase σ

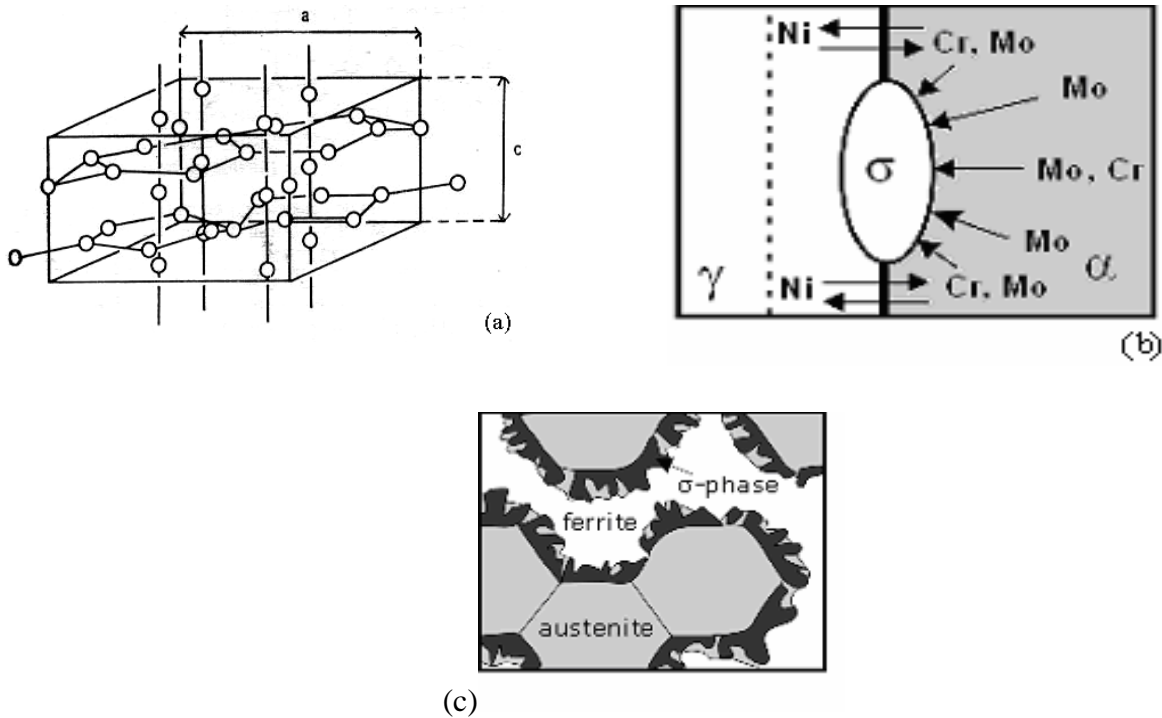
Découverte en 1927 par Bain et Griffith, σ est une phase intermétallique, amagnétique, dure et fragile ; son réseau tétragonal contient 30 atomes par maille (figure I.11.a). Cette phase précipite généralement dans un large domaine de température allant de 600 à 950 °C.

Outre le fer, la phase sigma contient du chrome et du molybdène; elle peut aussi contenir du silicium et du tungstène [20, 21]. La précipitation de la phase σ dans l'acier duplex 2205 s'amorce préférentiellement dans les interfaces γ/δ dès les premières minutes de vieillissement, les interfaces δ/δ peuvent aussi être le siège d'une telle précipitation. Ce phénomène se caractérise par la diffusion des atomes d'éléments alphasènes Cr et Mo, du grain ferritique vers les interfaces comme les schématise les figures I.11.b et I.11.c. L'absence de toute précipitation intragranulaire de cette phase prouve le caractère hétérogène de cette précipitation [22]. La phase σ peut aussi précipiter dans les interfaces ferrite/carbures $M_{23}C_6$, et co-précipite avec l'austénite secondaire γ_2 [19, 23]. La phase σ a été observée dans les différentes zones des soudures d'aciers duplex (métal de base, ZAT, métal fondu) [18-27].

L'augmentation de la température d'hypertrempe préalable au traitement de vieillissement favorise la dilution et peut donc retarder la précipitation de la phase σ [16, 17].

La précipitation de la phase σ dans l'acier duplex 2205 entraîne une forte détérioration de ses propriétés mécaniques, elle communique à l'alliage une très grande fragilité, une réduction de la résilience et de la résistance à la corrosion.

Dans le cas des métaux d'apports, la formation de cette phase est d'autant plus rapide que les teneurs en chrome et molybdène sont élevées et l'apport de chaleur est important. [26, 27].



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

2. Carbures de chrome

Lors des traitements thermiques entre 700°C et 950°C , le carbone forme un précipité avec le chrome, il s'agit d'un carbure de formule général M_23C_6 où M représente des atomes métalliques, en particulier chrome et fer (figure I.12). Les carbures précipitent préférentiellement aux joints de grains ferrite/austénite. Le carbure est un précipité très riche en chrome, sa formation appauvrit fortement les zones qui l'entourent en cet élément ; la résistance à la corrosion de l'acier se trouve ainsi affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. La précipitation des carbures de chrome dans les aciers inoxydables duplex se fait d'une manière discontinue ; la croissance de ces carbures s'accompagne d'une migration de l'interface δ/γ de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique [19]. La précipitation des carbures est favorisée

par la diminution de la solubilité du carbone dans l'austénite à des températures inférieures à celles de mise en solution. Les carbures de chrome $M_{23}C_6$ ont été observés dans les soudures de l'acier duplex 2205, leur formation est favorisée par la présence de fortes teneurs en chrome et en carbone [19,24].

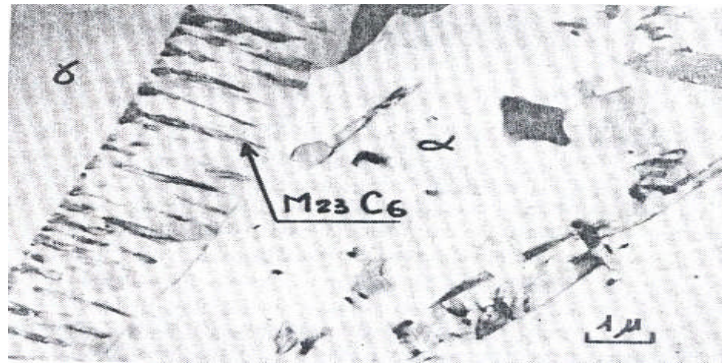


Figure I.12 : Micrographie électronique de carbure de chrome [14].

3. Précipitation de nitrures

Pour les nuances avec addition maîtrisées d'azote, une précipitation de nitrure de chrome (Cr_2N) peut survenir. Ces précipités provoquent une fragilisation de l'alliage austéno-ferritique. Les précipités Cr_2N ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers $900^\circ C$. Ils apparaissent d'abord sur les joints α/γ et α/α . Des précipitations intergranulaires en zone affectée thermiquement fortement ferritique, ont également été observées [04].

4. Austénite secondaire

L'azote est généralement introduit dans les aciers inoxydables duplex pour renforcer la stabilité de l'austénite et améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique de l'acier. Grâce à sa solubilité élevée, cet élément est maintenu en solution solide lors du chauffage de l'acier à des températures supérieures à $1100^\circ C$ [27]. Lors du refroidissement depuis ces températures, la ferrite devient sursaturée en cet élément ; une précipitation compétitive de l'austénite secondaire et des nitrures de chrome est ainsi déclenchée. La composition chimique de l'acier, la taille des grains et la vitesse de refroidissement sont des facteurs déterminants du type de précipité qui domine la microstructure de l'acier. Deux types d'austénite secondaire sont en général rencontrés dans l'acier duplex 2205 :

- γ_2 intergranulaire : précipite aux interfaces δ/γ ; elle peut précipiter au sein de la ferrite soit sous forme de fines lattes pour des vieillissements à des températures inférieures à $400^\circ C$, soit sous forme d'ellipses ou de lentilles de 2 à $10 \mu m$ pour des vieillissements à des températures supérieures à $500^\circ C$ [07].

- γ_2 intragranulaire : précipite dans les grains ferritiques. Celle-ci se forme par un mécanisme de germination et de croissance contrôlé par diffusion ; elle peut prendre deux aspects différents à savoir celle de type Widmanstätten ou de type aciculaire. [13]

I.2.4.3 Transformation aux températures inférieures à 600 °C

A des températures inférieures à 600°C, les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter une fragilisation de la ferrite par transformation localisée de cette dernière en phase α' (figure I.13). La phase α' est très riche en chrome, jusqu'à 80%, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la ferrite. Elle se forme par décomposition spinodale ($280 \leq T \leq 475^\circ\text{C}$) ou par germination et croissance selon la teneur en chrome et la température (souvent à température voisine de 500°C car elle nécessite alors un processus de diffusion avec création d'interfaces). La transformation spinodale est une transformation homogène qui se fait sans apport d'énergie. Ce processus est dû à la présence d'une lacune de miscibilité sur la courbe d'énergie libre de la ferrite. Les espèces identiques tendent spontanément à se rassembler [27].

D'autres précipités à base de carbone, d'azote ou de chrome principalement, et d'autres phases intermétalliques, telles que les phases π , χ , ε , **G** ou **R** peuvent se former par maintien en température (Figure I.10).

Dans les aciers austéno-ferritiques, ces transformations se produisent dans la ferrite. Ces transformations ne sont pas visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographie très proche, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique à transmission, la microscopie atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la diffusion des neutrons aux petites angles [16]. Dans les aciers duplex, ces transformations sont principalement la démixtion α/α' et la précipitation d'une phase intermétallique, la phase G.

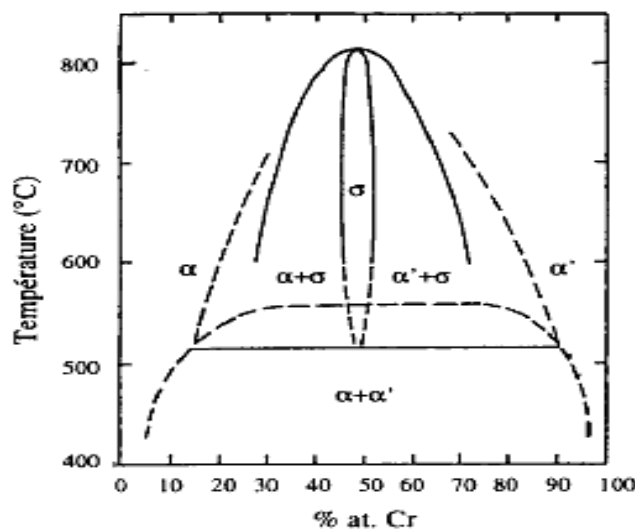


Figure I.13 : Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr aux températures inférieures à 850°C [02].

II.2.5 Propriétés physiques et mécaniques

II.2.5.1 Propriétés physiques

Les aciers inoxydables duplex ont des coefficients de dilatation thermique faibles, voisins de ceux des aciers au Carbone [1], 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 II.2.

Tableau II.2: Quelques propriétés physiques à la température ambiante de quelques nuances austéno-ferritiques [14].

Désignation	UNS number	Densité (g/cm ³)	Chaleur spécifique (J/kg°K)	Résistivité électrique ($\mu\Omega$ /m)	Module d'Young (GPa)
2304	S32304	7.75	482	—	200
2205	S31803	7.85	482	0.80	200
2505	S32550	7.81	488	0.84	201
2507	S32550	7.79	485	—	200

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 la ductilité et la ténacité.

Les variations de ces propriétés ont fait l'objet d'études détaillées pour préciser l'influence de la structure biphasée, la composition chimique, les températures de traitement, ainsi que l'influence des durées de maintien. Il est ainsi possible d'ajuster le matériau aux nécessités diverses de l'utilisation, par exemple l'augmentation de la dureté pour mieux résister à l'abrasion. Les principales caractéristiques mécaniques des aciers duplex sont :

1. Caractéristiques de traction : les caractéristiques minimales de traction des alliages austéno-ferritiques plats sont présentées dans le tableau II.3. 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].

Tableau II.3 : Quelques propriétés mécaniques de quelques nuances austenoferritiques [14].

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
2505	S32550	760	550	15.0	302	32
2507	S32750	795	550	15.0	310	32

Les valeurs élevées de R_e et de R_m résultent de la simultanéité des mécanismes suivants [14] :

- Durcissement par solution solide interstitielle (C, N).
- Durcissement par solution solide substitutionnelle (Cr, Mo, Ni).
- Durcissement par la formation de la phase γ_2 .
- Durcissement dû à la ferrite.

2. Dureté : les aciers inoxydables duplex présentent les duretés les plus élevées. Ces duretés varient entre 28 et 32 Rockwell (HRC) selon le type d'alliage. En plus, du durcissement par les éléments d'alliage (interstitielles ou substitutionnelles) et par la phase ferritique, les aciers austéno-ferritiques peuvent être durcis par traitement thermique. Le premier domaine entre 700°C et 900°C où il y a formation des phases intermétalliques. Le deuxième domaine est compris entre 300°C et 550°C où on peut obtenir un durcissement notable tout en conservant une bonne ductilité.

Les aciers austéno-ferritiques peuvent également comme les aciers inoxydables austénitiques être durcis par écrouissage et conduire à des limites d'élasticité élevées [12].

3. 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.

4. 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 [1]. 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.14a). 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 α est d'environ 80% (Figure I.14 b) [8].

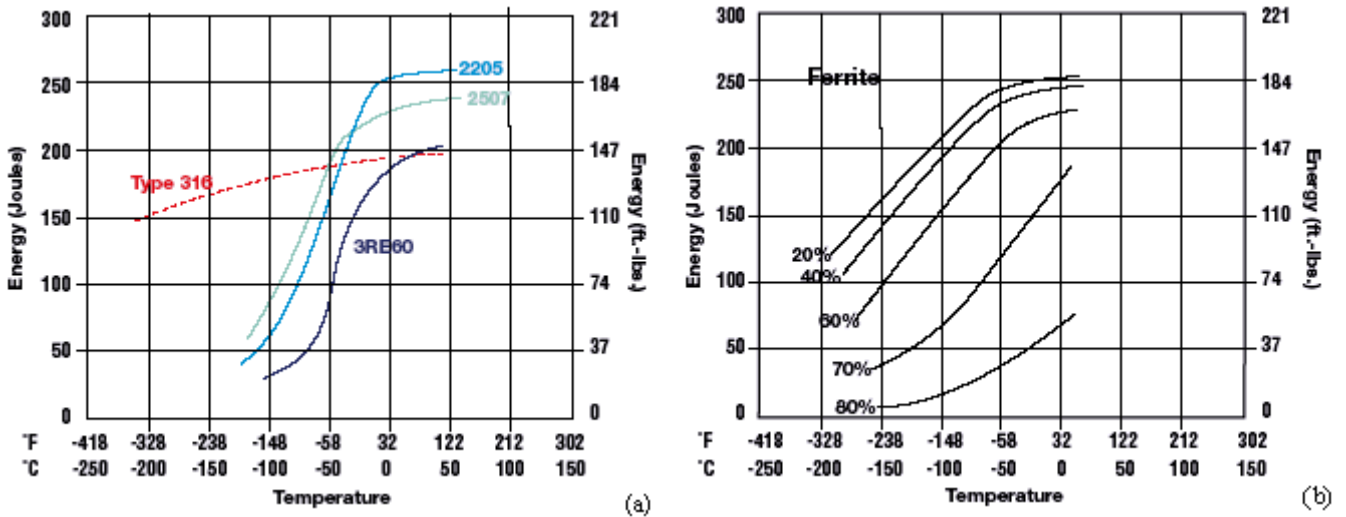


Figure I.14 : (a) Résultat de l'essai de résilience Charpy pour quelques nuances d'aciers inoxydables duplex ; (b) Effet du taux de ferrite sur les propriétés de résilience des aciers inoxydables duplex [8].

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 dégagant 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 α/γ , 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 [12]. La très bonne résistance de ces aciers est donc due à la faible probabilité d'existence de joints de grains homogènes α/α et γ/γ 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 [12]. Les aciers inoxydables duplex présentent une excellente résistance à la corrosion par piqûres [03].

I.2.7 Soudabilité des aciers inoxydables austéno-ferritiques

I.2.7.1 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 [22]:

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

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

L'interprétation métallurgique de tous les phénomènes résultant d'un effet thermique requiert, comme condition nécessaire, la connaissance de la température atteinte. A cette condition de température s'ajoutent une ou plusieurs conditions de temps, qu'il s'agisse de l'échauffement, du séjour à température ou du refroidissement. Pour interpréter les phénomènes qui prennent naissance, durant l'opération de soudage, en un point donné de l'assemblage, il faut donc connaître le cycle thermique de soudage, c'est-à-dire la variation de la température en fonction du temps. La courbe correspondante $\theta = f(t)$, tracée en un point A voisin d'une soudure (figure I.15).

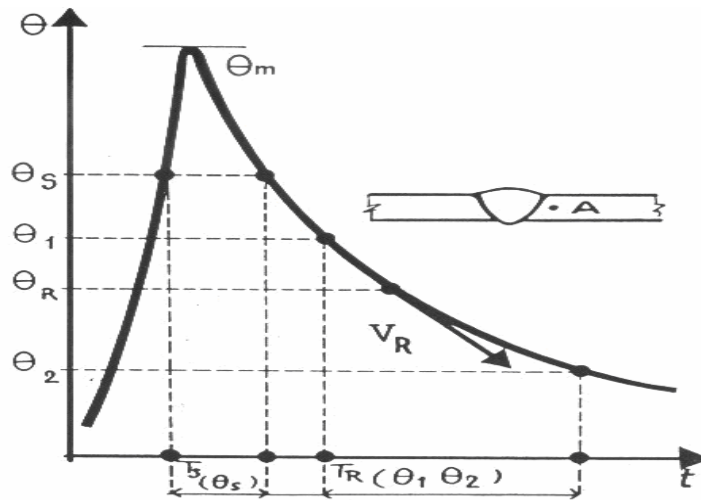


Figure I.15: Variation de la température θ en fonction du temps t [4].

La courbe $\theta = f(t)$ de la figure II.15 nous renseigne sur les grandeurs suivantes :

- La température maximale atteinte.
- Le temps T_s de séjour au dessus d'une température θ_s .
- La loi de refroidissement, traduite par le temps de refroidissement $T_R(\theta_1, \theta_2)$ entre deux température θ_1 et θ_2 ou par la vitesse de refroidissement V_R à une température θ_R .

Ainsi déterminées, en un point de l'assemblage, les grandeurs associées au cycle thermique nous permettent d'accéder à la connaissance ou à la prévision des phénomènes métallurgiques qui prennent naissance en ce point. Par exemple, la répartition thermique aux alentours d'une soudure. Cette répartition se détermine par le tracé de la courbe $\theta_m = f(x)$ (figure I.16), qui donne la variation de la température maximale θ_m atteinte en chaque point en fonction de la distance x .

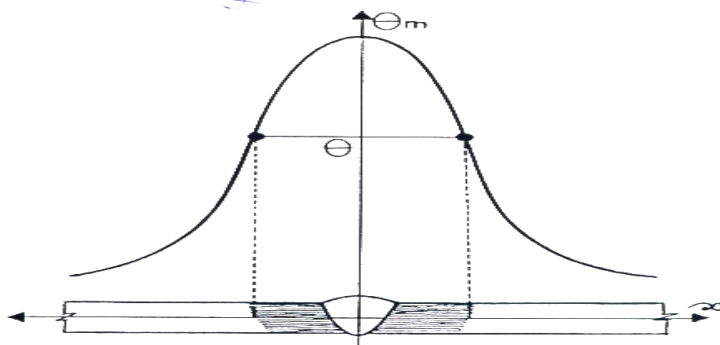


Figure I.16: Variation de la température θ en fonction de la distance x [17].

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.17 et I.18).

- **Métal de base (MB)** : métal des pièces à assembler.
- **La zone affectée thermiquement (ZAT)** : en anglais « Heat Affected Zone », 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.

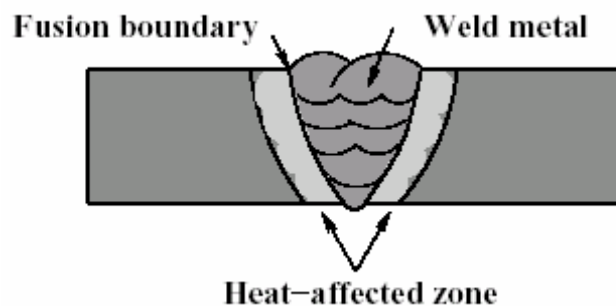


Figure I.17: Les différentes zones d'une soudure [23].

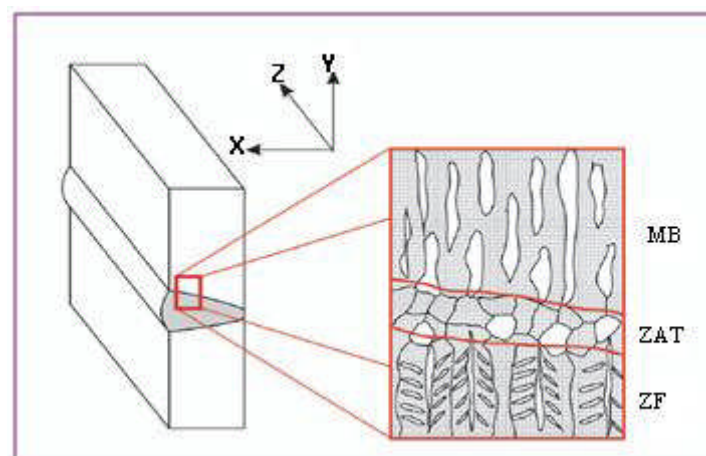


Figure I.18 : Schéma représentatif d'une structure austéno-ferritique soudée dans les trois zones principales [22].

I.2.7.2 Solidification et structure des soudures duplex

Les propriétés de soudage des métaux sont largement influencées par le mode de solidification et par le refroidissement consécutif à la passe du soudage comme une conséquence de l'absence de la recristallisation et de l'homogénéisation contrôlées [24]. La microstructure du métal soudé se différencie de celle du métal de base, comme résultat des variations de la composition chimique et de son total historique thermique [14].

Pendant la solidification de l'acier duplex notamment du métal fondu des soudures, il se forme une structure presque entièrement ferritique, en poursuivant le refroidissement au dessous de 900°C la phase austénitique est amorcée aux joints de grains ferritiques.

En effet, la solidification de la ferrite implique la croissance épitaxiale à partir du métal de base aux joints fusionnés. La croissance de la dendrite initiale est orientée selon le gradient thermique. La précipitation de l'austénite dépend de la composition du métal soudé, sa formation initiale se produit intergranulairement. En suite, elle est suivie par la formation de l'austénite type Widmanstätten ou sur les sites intragranulaires dépendant de la taille des grains ferritiques et de la vitesse de refroidissement. La précipitation de l'austénite est le processus de nucléation et croissance contrôlé par la diffusion [17].

Ainsi la vitesse de refroidissement est d'une importance majeure dans la détermination de l'étendue de cette transformation. Pour des vitesses de refroidissement lentes on aura la formation de plus d'austénite et pour des vitesses de refroidissement rapides on aura la formation de peu d'austénite. Cependant, comme la nucléation est facilitée aux joints de grains, une taille petite des grains de ferrite, en principe, favorise des quantités d'austénite élevées. Pour encourager la formation de l'austénite dans le métal soudé et pour maintenir la balance des phases, les consommables du soudage ont généralement une composition « plus austénite » que l'acier parent. Ces consommables sont aujourd'hui fabriqués avec 2-4% plus de nickel que le métal de base [14]. La structure résultante est constituée de grains de ferrite primaires avec de l'austénite intergranulaire ou intragranulaire principalement précipitée en structure Widmanstätten (figure I.19) [25].

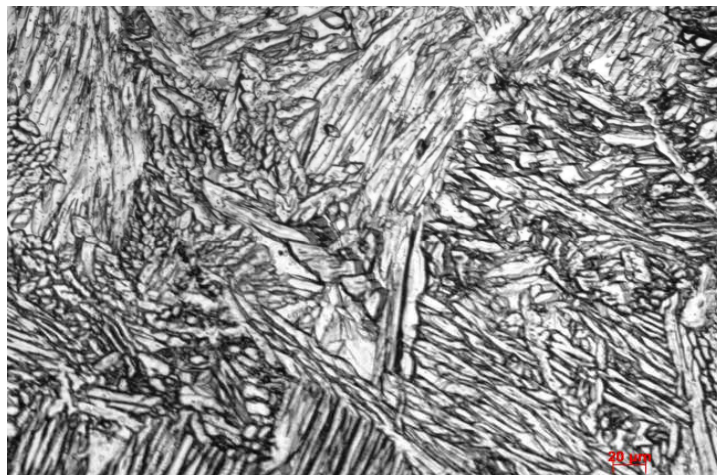


Figure I.19: Microstructure de la zone fondue d'un acier duplex soudé UNS S 31803 [26].

I.2.7.3 Taux de ferrite

En général, le soudage des aciers duplex a des quantités de ferrite dans la gamme 30-70% dépendant de la composition et de la vitesse de refroidissement [14]. Lors de l'opération de soudage, on assiste à une augmentation importante de la teneur en ferrite dans la zone fondue et dans la zone affectée thermiquement. Cette augmentation est due au cycle thermique de soudage dont la vitesse de refroidissement ne permet pas une transformation complète en austénite de la ferrite formée à haute température.

La maîtrise correcte de la teneur en ferrite est en effet le point essentiel dans la mise en oeuvre industrielle de ces aciers en raison de ses aboutissements sur les propriétés de soudage. En effet, la quantité de ferrite finale détermine les propriétés comme la résistance, la ténacité, la résistance à la corrosion et la stabilité de phase à long terme. De plus, la quantité de ferrite est un indicateur utile pour le mode de solidification, qui influence fortement la fissuration à chaud durant le soudage.

I.2.7.4 Transformations de phases durant le soudage des duplex

Durant le processus de soudage par fusion des aciers inoxydables duplex, les transformations microstructurales qui se produisent sont complexes et dépendent de la composition du matériau soudé et des cycles thermiques produits par le processus de soudage. De ce fait, la microstructure du métal de base typique caractérisée par une balance entre les fractions volumiques des phases ferritique et austénitique est modifiée dans les deux zones, la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

Pendant l'opération de soudage, la zone affectée thermiquement des aciers inoxydables duplex est chauffée aux hautes températures, ce qui mène à la transformation de l'austénite à la ferrite et à la croissance de grains δ . Par conséquent, l'acier devient complètement ferritique et la phase austénitique apparaît durant le refroidissement [27,28]. La transformation $\gamma \rightarrow \delta$ est très importante parce que la taille du grain, la fraction des phases et la concentration homogène de la phase δ transformée affectent la cinétique de la croissance des grains ultérieurement et les transformations de phases durant le refroidissement [11].

En plus, de la transformation de phases $\delta \rightarrow \gamma$, d'autres transformations de phases sont connues de se produire dans les aciers inoxydables duplex. Ces transformations incluent, la précipitation de nitrures de chrome (Cr_2N) dans la matrice ferritique et la précipitation des composés intermétalliques tel que la phase σ , la phase χ , la phase π et la phase R. On note aussi la précipitation de l'austénite secondaire γ_2 dans la ferrite [25, 11,14].

Le problème de soudage des aciers inoxydable duplex est que des vitesses de refroidissement rapide dans la zone affectée thermiquement favorise moins l'austénite que la quantité désirée et de favoriser des quantités élevées de ferrite. Cela peut causer une perte de la ténacité et de la résistance à la corrosion. Ce problème peut être évité par la diminution de la vitesse de refroidissement avec

un contrôle de la chaleur mise, préchauffage et les températures d'interpasses. D'autres part, les vitesses de refroidissement doivent être assez rapides pour éviter la précipitation de la phase σ , carbures de chrome et α' dans l'intervalle 350°C-1000°C [21,11].

En effet, la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ est la réaction dominante dans la zone affectée thermiquement durant les deux cycles de soudage chauffage et refroidissement [11].

I.2.7.5 Traitements thermiques sur soudures duplex

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ne sont pas sensible à la corrosion intergranulaire et les risques de fissuration à chaud sont très faibles. De ce point de vue ne nécessite aucun traitement thermique après soudage, il est conseillé de ne pratiquer ni pré- ni post-chauffage afin d'éviter toute transformation de la ferrite. Cependant, l'opération de soudage peut détruire l'équilibre ferrite/austénite dans un joint soudé. Pour rétablir cet équilibre le seul traitement thermique réalisable après soudage est l'hypertrempe effectuée à la température du maintien définie par l'acier de base et suivant un refroidissement suffisamment rapide. Ce traitement va permettre l'obtention de joints soudés avec structure homogène, par l'abaissement de la teneur en ferrite en zone affectée thermiquement et en métal fondu. Il n'est généralement pas nécessaire sauf pour des procédés de soudage qui mettent en jeu de grande densité d'énergie (faisceau d'électron, laser,...).

L'optimisation des paramètres de soudage-énergie et la composition du métal d'apport permettent généralement de s'affranchir de tout traitement thermique après soudage [17].

I.2.7.6 Propriétés d'une soudure duplex

- **Comportement de traction** : il y a un petit changement dans les propriétés de traction. L'élongation du métal soudé est normalement inférieure que celle du métal de base et une baisse de la ductilité a été reporté [4].
- **Dureté** : la dureté du soudage des duplex est souvent élevée que celle du métal de base, à cause des contraintes induites par la chaleur et le cycle de refroidissement. L'augmentation de la dureté est manifestée dans les deux métaux soudés et la zone affectée thermiquement.
- **Propriétés de corrosion** : en général, le soudage des aciers inoxydables duplex a donné des performances satisfaisantes de corrosion. Cependant, il y a un potentiel pour l'attaque de corrosion dans les régions soudées, à cause des changements substantielles métallurgiques qui se produisent durant le soudage. La plupart a été consacré à la corrosion localisée, par exemple : la corrosion intergranulaire, la corrosion par crevasse et la fissuration par corrosion sous contrainte [4].
- **Fissuration à chaud** : le mode de solidification ferritique des alliages austéno-ferritiques les rendent peu sensibles à la fissuration à chaud [4]. L'effet bénéfique du mode ferritique est souvent attribué d'une part à la grande solubilité des impuretés comme le soufre et le phosphore

dans la ferrite, et d'autre part, à la tenue à chaud de la ferrite qui est plus faible que celle de l'austénite. Cette tenue va limiter le niveau des contraintes de retrait.

- **Fissuration à froid** : il existe une sensibilité à la fissuration à froid du métal soudé et de la zone affectée thermiquement due à l'hydrogène apporté dans la phase ferritique par les produits d'apport. En pratique, la fissuration par l'hydrogène dans les aciers inoxydables duplex soudés peut se produire où la quantité d'hydrogène et le niveau de ferrite sont relativement élevés et des contraintes suffisantes sont appliquées [4,11]. On peut limiter cet effet en utilisant des électrodes séchées et en choisissant correctement les conditions de soudage.

CHAPITRE II : LE VIEILLISSEMENT DE LA FERRITE DANS LES ACIERS INOXYDABLES DUPLEX

II.1 Définition

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés des matériaux, son effet se traduit par : un durcissement, une diminution de la ductilité et une diminution de la ténacité [24].

Le phénomène de vieillissement thermique peut se produire dans les composants en aciers inoxydables duplex, durant les processus de fabrication, de soudage et après de longue période d'exposition à la température de service [27,24]. Ce phénomène a été observé dans les composants en duplex du système de refroidissement du réacteur (RCS-Reactor Cooling System) dont la température opératoire est de 290-330°C et dans les composants d'échangeurs thermiques en duplex avec une température maximale de 350°C [1].

Le phénomène principal à l'origine du vieillissement thermique est la formation de précipités α' suite à la démixtion du chrome présent dans la phase ferritique de ces aciers. Comme conséquence la ferrite devient dure et fragile. Le mécanisme de durcissement de la ferrite est attribué au cisaillement des précipités α' . Cependant, plusieurs phénomènes contribuent aussi au durcissement [07].

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

II.2 Fragilisation à 475 °C des aciers ferritiques riches en chrome

II.2.1 Origine de la fragilisation

Le vieillissement à 475 °C des aciers ferritiques à haute teneur en chrome (> 15 %Cr environ) entraîne leur fragilisation. Elle se traduit par l'augmentation de la dureté et la diminution de la ténacité des aciers lorsque ces derniers sont soumis à des températures proches de 475 °C pendant quelques centaines d'heures. Ce phénomène longtemps inexplicé est dû à la formation d'une phase cohérente α' riche en chrome de paramètre de maille proche de celui de la ferrite. La précipitation de cette phase durcissante est due à la lacune de miscibilité du chrome dans le fer représentée dans le diagramme Fe-Cr figure I.13 [27].

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

pauvres en chrome [27,16]. La limite entre les deux types de précipitation est représentée dans le diagramme Fe-Cr sur la figure II .1 .

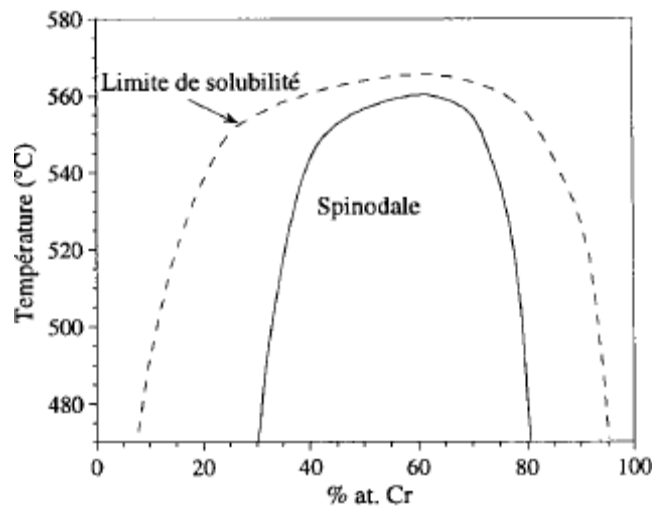


Figure II.1 : limite de la solubilité du chrome dans le fer et limite spinodale [27]

II.2.2 Effet du vieillissement

II.2.2.1 Sur les propriétés mécaniques

Le vieillissement des aciers ferritiques entraîne une augmentation de leur dureté globale et une chute de résilience.

Les propriétés de traction sont également modifiées. Dans tous les cas, la ductilité diminue et, de façon générale, la limite d'élasticité augmente. L'évolution de la résistance mécanique est plus complexe. Le Roux [27] et Calonne [16] constatent que les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques varient considérablement d'un alliage à un autre et que plus l'acier contient de chrome plus la cinétique et le degré de fragilisation sont élevés.

II.2.2.2 Sur les mécanismes de déformation et de rupture

Selon la teneur en chrome, la déformation après vieillissement est accompagnée de l'apparition du maillage mécanique. Cependant, le maillage n'est pas la seule cause possible de fragilisation. En effet, Le Roux [27] remarquent du glissement localisé (empilement de dislocations) susceptible d'être à l'origine de la rupture par concentration locale de contraintes.

II.2.2.3 Les mécanismes de durcissement des aciers ferritiques vieillis

Plusieurs mécanismes contribuent au durcissement des aciers ferritiques. Les principaux cités par la plupart des auteurs sont les effets de cohérence, les effets de module et les effets chimiques.

L'origine du durcissement par effet de cohérence vient de l'existence de contraintes internes dues à la présence de précipités de phase α' cohérents avec la matrice mais de paramètre de maille légèrement différent. Le passage d'une dislocation dans le champ de ces contraintes va être facilité ou au contraire rendu plus difficile suivant leur signe. La dureté du matériau est ainsi augmentée. Si les précipités sont en réalité des fluctuations de composition chimique, comme c'est le cas lorsque la précipitation a lieu par décomposition spinodale, le même mécanisme est mis en jeu. En effet, la fluctuation de la teneur en chrome entraîne une variation du paramètre de maille et donc des contraintes internes.

Le durcissement par effet de module provient de la différence des modules de cisaillement de la matrice et des précipités ($\mu_{Fe} < \mu_{Cr}$ où μ est le module de cisaillement). Cette différence entraîne comme dans le premier mécanisme une variation d'énergie élastique des dislocations à l'intérieur des précipités. Dans le cas de la décomposition spinodale, le même raisonnement peut être effectué à condition de considérer le module de cisaillement comme étant fonction de la teneur en chrome. Lorsqu'un précipité est cisailé, une interface supplémentaire se crée augmentant ainsi l'énergie totale du système. C'est l'origine du durcissement par effet chimique ou par création d'interface [1].

D'autres mécanismes de durcissement existent tels que la friction de réseau. . Calonne [16] le considère comme étant celui ayant le plus d'influence sur la fragilisation des aciers ferritiques. D'autres auteurs le négligent et privilégient les effets de module et de cohérence.

II.3 Evolution microstructurale des aciers austeno-ferritiques au cours du vieillissement

L'étude de la fragilisation à 475 °C des aciers ferritiques est très utile pour celle des aciers austéno-ferritiques. En effet, on retrouve lors du vieillissement thermique des matériaux biphasés une précipitation de la phase α' dans la ferrite.

La plupart des évolutions de la microstructure susceptibles de se produire sont décrites par le diagramme temps, température, précipitation (TTP). Un exemple concernant un acier de type 25CNDU21-08 à 30/50 % de ferrite est donné figure II.2 [27].

A haute température, des carbures M_7C_3 et $M_{23}C_6$ précipitent essentiellement aux interfaces ferrite/austénite. La phase σ fragilisante est formée aux environs de 800 °C. A plus basse température, vers 600 °C, on peut voir apparaître les phases χ et R mais pour de plus longs temps de vieillissement. De même, entre 600 et 800 °C, de la ferrite proche de l'interphase est transformée en austénite. Enfin, la phase α' , considérée comme étant la phase principalement responsable de la fragilisation des aciers austéno-ferritiques que nous étudions, précipite pour des températures relativement basses (inférieures à 650 °C).

C'est ce phénomène que nous étudions en premier lieu, suivi par la précipitation de la phase G , qui n'apparaît pas sur le diagramme TTP mais qui, comme nous le verrons plus tard, a un rôle à jouer dans le durcissement des aciers austéno-ferritiques .

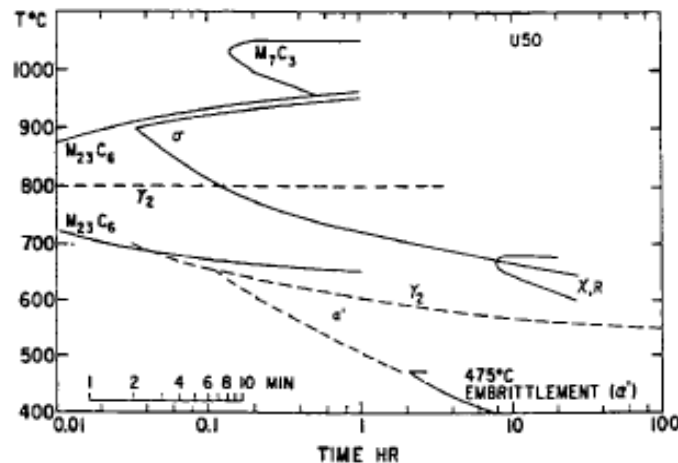


Figure II.2 : diagramme temps, température, précipitation pour un acier de type 25CNDU2108 à 30/50 % de ferrite d'après [27]

II.3.1 Démixtion de la solution solide Fe-Cr

Comme dans les ferrites pures, la précipitation de phase α' dans la phase ferritique des aciers «duplex » est due à la démixtion de la solution solide Fe-Cr, soit par germination et croissance, soit par décomposition spinodale. Pour des températures proches de 400 °C (températures utilisées pour des vieillissements accélérés) et des teneurs en chrome comprises entre 20 et 30 % en masse, on se situe à la limite entre la décomposition spinodale et la précipitation par germination et croissance de la phase α' . Ceci est illustré par Calonne [16] sur la figure II .3 pour des aciers dont la composition est proche de celle du matériau de notre étude. Par conséquent, il est possible qu'il y ait superposition des deux mécanismes. La littérature tendrait à appuyer la thèse de la décomposition spinodale pour ce type de conditions.

En effet, Le Roux [27] a observé dans la ferrite d'un acier CF8 à 20,2 % de chrome en poids comportant 15 % de ferrite (d'après les micrographies optiques) une apparition de la phase α' par décomposition spinodale après un vieillissement pendant 70000 heures à 300 et 400 °C. son étude est réalisée à partir de micrographies obtenues sur microscope électronique à transmission (MET) et sur microscope à champ ionique (MCI) et à partir de profils de composition chimique obtenus à l'aide de la sonde atomique.

Les micrographies montrent un aspect moucheté qui est attribué à des modulations de microstructure dont la taille est proche de 8 nm. On peut penser que cette distance correspond à la distance entre deux pics de concentrations de chrome. Les profils de composition de la sonde atomique à travers la ferrite indiquent que la ferrite s'est décomposée en une phase α' enrichie en chrome et une phase α riche en fer. De plus les micrographies (MET ou MCI) montrent que les deux phases sont interconnectées dans les trois directions indiquant une séparation de phase par décomposition spinodale .

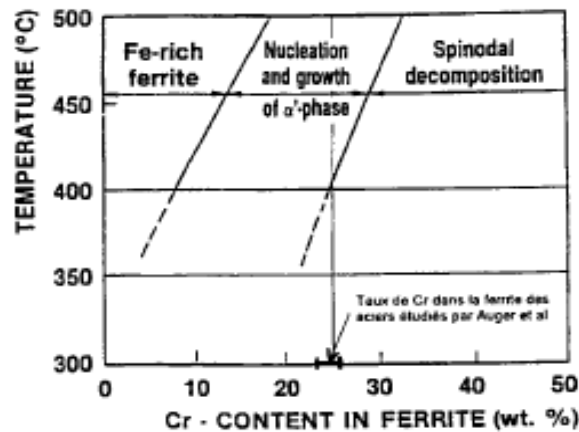


Figure II.3 : limite entre décomposition spinodale et germination et croissance [27]

La prise de position concernant le mécanisme de décomposition de la ferrite à partir de micrographies seules est risquée. En effet, les deux phases α et α' ont le même réseau cristallin cubique centré et sont cohérentes entre elles. Il est donc difficile de les discerner l'une de l'autre, d'autant plus si elles sont produites par décomposition spinodale. La sonde atomique apparaît comme un moyen plus sûr pour étudier ce phénomène.

Certains auteurs l'ont utilisée et peuvent déterminer l'évolution de la décomposition spinodale en suivant l'amplification des fluctuations de concentration de chrome et l'augmentation de la distance moyenne entre les pics de concentration de chrome ainsi que celle de la largeur moyenne des domaines riches en chrome [14].

Pour des aciers inoxydables à faible ou haute teneur en molybdène avec 20 % de chrome environ, ils penchent plutôt pour le processus de décomposition spinodale pour des températures variant entre 350 et 400°C et pour celui de la germination et croissance pour des températures proches de 450 °C. Cependant, dans un acier vieilli pendant 30000 heures à 400 °C, à forte teneur en molybdène (CF8M) et à 20 % en chrome, il semblerait que la précipitation de la phase α' par germination et croissance ait commencé dans les zones enrichies en chrome, en concurrence avec la décomposition spinodale.

Il n'a été conclu qu'une précipitation par décomposition spinodale qui s'est produite lors d'un vieillissement à 300 °C en effectuant une analyse par sonde atomique. Cette constatation est confirmée au MET [11].

Il semblerait que le mécanisme de démixtion de la solution solide Fe-Cr pour les températures de vieillissement et la composition de l'alliage étudié ne soit pas clairement établi. La décomposition spinodale est le mécanisme le plus souvent avancé dans la littérature. Cependant, il n'est pas impossible que le mécanisme de germination et Croissance intervienne. De plus, il est probable que de légères modifications de la composition soient susceptibles d'engendrer un changement de mécanisme. Il est donc indispensable dans chaque cas de bien définir les compositions de l'alliage étudié, les conditions de traitement thermique qu'il a subies et les conditions de vieillissement [10].

II .3.2 Précipitation de la phase G

Si la précipitation de α' est considérée comme le mécanisme principal de fragilisation des aciers inoxydables austéno-ferritiques lors de vieillissements thermiques à des températures relativement faibles, le rôle d'une phase riche en nickel et en silicium, appelée phase G, est plus controversé.

Cette phase est généralement observée par MET comme étant de structure cubique à faces centrées ayant une relation d'orientation cube sur cube avec la ferrite . Elle est plus reconnaissable par sa structure que par sa composition qui est donnée comme étant $Ni_{16}Ti_6Si_7$ avec un haut niveau de substitution des atomes Ni et Si [11].

Dans tous les cas, la phase G apparaît sous forme de petits précipités grossièrement sphériques finement dispersés plus ou moins uniformément dans la ferrite. Il en existe deux types : un dans la matrice ferritique de diamètre de l'ordre de quelques nanomètres et l'autre proche des dislocations, généralement plus gros(4 à 5 fois plus gros)[12].

Les précipités sont d'autant plus gros que la température de vieillissement est élevée. On les observe en général pour des températures supérieures à 350 °C. Une augmentation du temps de vieillissement à 350 °C ne modifie pas énormément leur taille, alors qu'à 400 °C, elle grandit de façon plus importante [18].

Les auteurs ayant utilisé la sonde atomique pour l'étude de l'évolution microstructurale de ces aciers ont pu remarquer que les précipités de phase G se formaient aux interfaces $\alpha-\alpha'$ (figure II.4). On peut expliquer ce phénomène par le rejet de Ni et de Si à partir des phases α' et α respectivement [27].

Comme on a pu le voir, la composition de la phase G est assez complexe. Elle est enrichie par tous les éléments sauf en Fe et en Cr [16]. Certains auteurs ont également obtenu des clichés de diffraction complexes et sont arrivés à la conclusion qu'il n'était pas inconcevable que la phase G soit associée à une autre phase intermétallique de symétrie d'ordre 5 ou qu'elle soit séparée en petits domaines.

L'addition de Mo comme celle de Ni ou de Si semble jouer un rôle important. En effet, il a été constaté que la densité de particules de phase G dans un acier CF8 (contenant 0,07 % de Mo en poids) était considérablement plus faible que celle d'un acier CF8M (contenant 2,56 % de Mo) et que leur taille était légèrement plus petite [16].

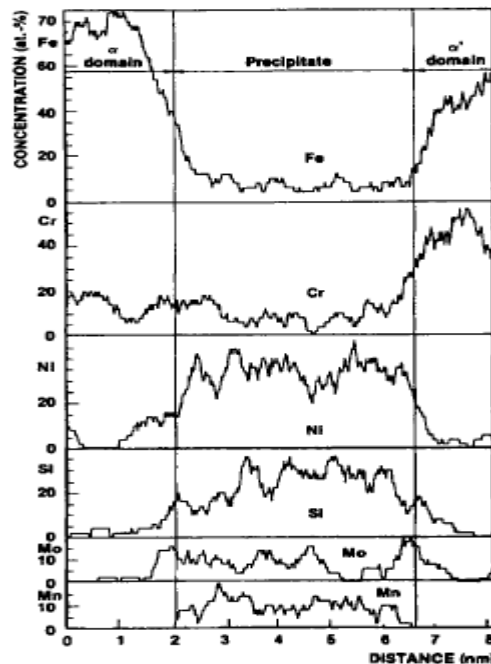


Figure II.4 : profils de concentration à travers une particule de phase G. Acier de type Z4 CND 20-10 vieilli à 400 °C pendant 30000 heures [27].

II.3.3 Synergie entre la démixtion de la solution solide Fe-Cr et la précipitation de la phase G

Si nous avons traité les formations des différentes phases séparément, cela n'implique pas qu'elles soient totalement déconnectées. Au contraire, tous les mécanismes que nous avons passés en revue sont liés ne serait-ce que parce qu'ils modifient localement la composition chimique de l'acier considéré.

En effet, il est couramment avancé que la décomposition spinodale influence la précipitation de la phase G. Il est expliqué par le fait que, lors de la précipitation de la phase α' , du nickel est rejeté aux interfaces α/α' ce qui favorise la précipitation de la phase G qui est une phase riche en Ni. Ceci est confirmé par les observations effectuées aux interfaces α/α' par sonde atomique [27]. Inversement, il semblerait qu'une augmentation de la teneur en Ni accélère la précipitation de la phase α' par germination et croissance dans les alliages ferritiques d'après Calonne [16], et par décomposition spinodale dans des alliages biphasés austéno-ferritiques [Le Roux, 27]. C'est pourquoi la formation de la phase G qui provoque la diminution de la proportion de nickel devrait retarder la décomposition spinodale de la ferrite.

Mais tous les auteurs ne partagent pas le même avis. Il y en a qui conclut à la non influence de la phase G sur le processus de démixtion en comparant les comportements vis à vis de la décomposition spinodale des deux types d'aciers CF8 et CF8M. Ils paraissent similaires bien que les aciers CF8 ne contiennent pas ou très peu de phase G et les autres en contiennent davantage.

II.4 Cinétique du vieillissement

La première cinétique de fragilisation dans les aciers austéno-ferritiques a été établie par Calonne [16]. Etant donnée la teneur en chrome des aciers étudiés par cet auteur et la température de vieillissement, la démixtion α/α' se fait par germination et croissance. Le phénomène, thermiquement activé, obéit donc à une loi du type Arrhenius :

$$t = t_0 \exp(U/RT)$$

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

t_0 = constante de la réaction (heure)

U = énergie d'activation (KJ/mol)

R = constante des gaz parfait (KJ/mol)

T = température de maintien (K)

L'énergie d'activation déterminée par Calonne [16] est celle de la diffusion du chrome dans le réseau ferritique ; soit $U = 230$ KJ/mol.

Or des mesures réalisées plus tard mettent en évidence que l'énergie d'activation dans la gamme de température de 300 à 400°C est plus faible. D'ailleurs il a été montré que cette énergie augmente lorsque la température de vieillissement diminue (Figure II.5).

L'énergie d'activation peut être mesurée à partir des variations d'amplitude de la spinodale , de

L'évolution de la dureté de la ferrite ou de la résilience du matériau. Calonne [16] a également établi des relations empiriques à partir de la composition chimique du matériau.

Un paramètre de vieillissement $p(t, T)$ donnant l'équivalence temps (t) température (T) est ainsi déterminé : $p(t, T) = \log(t) (0.43E)/RT$.

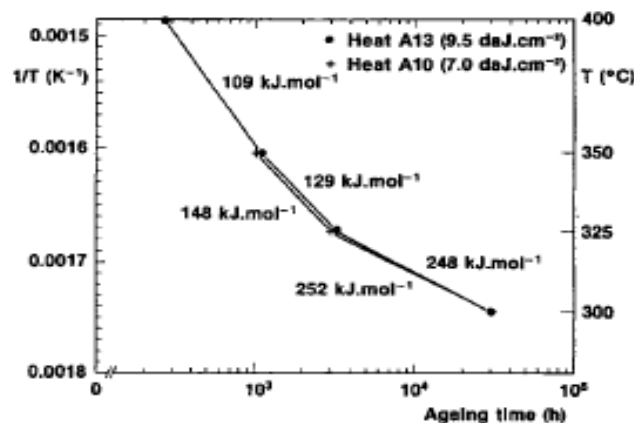


Figure II.5 : Evolution de l'énergie d'activation en fonction des conditions vieillissement de deux aciers de type CF8M [16].

CHAPITRE III : MATÉRIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. Matériaux utilisés

Le matériau utilisé pour la réalisation de ce travail est un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance 2205 (Figure III.1). 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 raisons suivantes :

- ✦ Sa bonne soudabilité.
- ✦ Sa bonne résistance à la corrosion.

Des analyses chimiques ont été effectuées 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 40x40mm². 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

Les résultats obtenus dans le tableau III.1 sont très proches de ceux indiqués par la norme ASTM (tableau III.2). Par conséquent, la composition chimique répond à la norme.

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 austénite-ferrite et équilibrée 50 %-50 %. Dans le cas

des refroidissements rapides, le taux de ferrite devient plus important car la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ est interrompue.

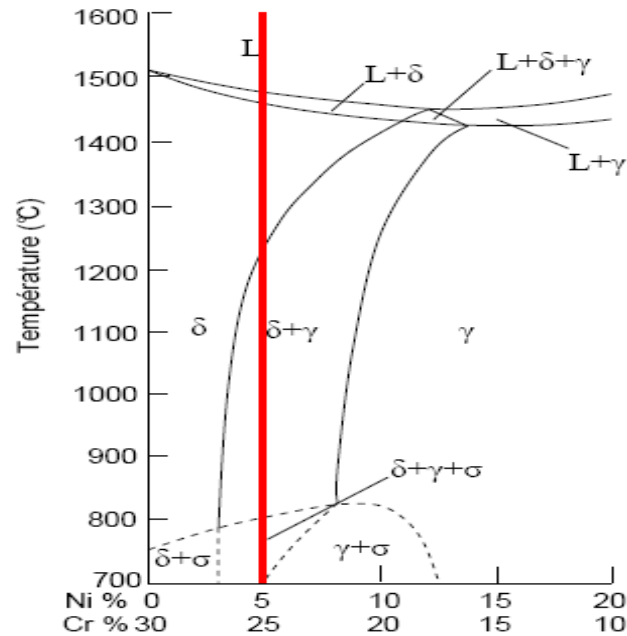


Figure III.1 : Position relative de l'acier utilisé dans l'étude dans le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% Fe [8].

L'état initial du matériau étudié est caractérisé par la présence d'une structure biphasée dite en bande, constituée de deux phases, l'austénite γ (apparaît en gris clair) de structure c.f.c et la ferrite δ (apparaît en gris foncé) de structure c.c. 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 ci-contre :

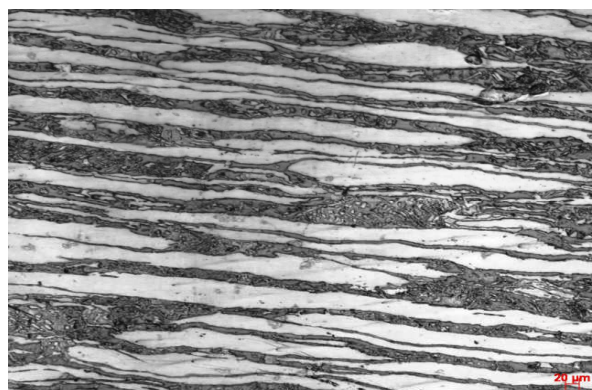


Figure III.2: Micrographie optique du métal de base.

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 _{0.002} (MPa)	Rm(MPa)	A%	KCV daJ/cm ²	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 dans une étude passée par Mr. LOUCIF et Mr. ABADLI au sein de l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers.

III.2.1 Réalisation des soudures

III.2.1.1 Choix des procédés de soudage

L'opération de soudage a été réalisée en trois passes avec métal d'apport : la première (pénétration) avec le procédé TIG manuel, ce choix est justifié par la haute qualité des soudures obtenues et les deux dernières (bourrage et finition) avec l'électrode enrobée en raison de la bonne qualité qu'il offre et à cause de l'épaisseur importante de tube soudé.

III.2.1.2 Métal d'apport

La composition du métal d'apport a une influence directe sur la qualité de la soudure, pour cela elle doit être aussi proche que possible de celle du métal de base afin d'obtenir une homogénéité aux niveaux des joints soudés. 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 utilisée 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%), ce qui minimise le risque de précipitation des carbures de Chrome, alors que le taux de Nickel dans le métal d'apport est plus élevé que dans

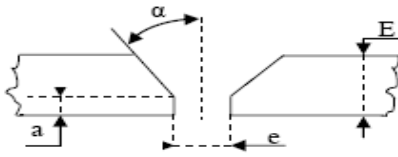
le métal de base, et ceci dans le but de stabiliser l'austénite dans la zone fondue. On constate aussi une légère augmentation de la teneur en Chrome dans le métal d'apport par rapport au métal de base

pour compenser toute éventuelle perte causée par la volatilisation [20]. On remarque enfin que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables duplex.

III.2.1.3 Paramètres de soudage

Les paramètres sont choisis en fonction du matériau, des dimensions de l'assemblage et des procédés utilisés. Dans notre cas, les paramètres utilisés sont ceux définis par la norme ASME SECTION IX 2000 (tableau III.5).

Tableau III.5 : Paramètres de soudage

GTP		Welding Procedure Specification				Page 1/2	
Title:		WELDING OF DUPLEX PIPING 22% Cr					
Welding processes				Joint preparation:			
GTAW-SMAW							
Base Metal				<p>E: Thickness Joint design v angle : $\alpha = 37.5^\circ \pm 2.5$ Root Face : $a = 1.6 \pm 0.8$ Root Gap $e = 2.6 \pm 1.6$ Backing material : N/A Forme : Dimensions</p>			
type	grade	Φ (")		Thickness (mm)			
		Mini	Maxi	Mini	Maxi		
A790	S31803	1/2		3.17	12.7		
Other :Equivalent steels Piping fittings				Preparation: by cutting, bevelling and grinding remove all excess oxide rust paint and grease 25mm each side of preparation			
Other : Fillet Weld Qualification All thicknesses , all fillet size and diameters				Gas: Shielding gas(es) percent comp. : Ar 99.99% Flow Rate (l/min) : 10.0-20.0 Backing gas composition : Ar 99.99% Flow Rate (l/min) : 8.0-12.0 Other : Backing gas to be maintained for min 2 layers			
Filler metals:(AWS-ASTM/Class)				Adjustment :			
Layers	Root	Fill	Cap	Method of adjustment : By external clamp or tack weld			
Class	ER2209	E2209	E2209	Duration of adjustment : Until the end of the root pass.			
Diameter(mm)	2.0-2.4	3.25	3.25				
Flux : AWS Class		N/A					
Other :							

GTP	Welding Procedure Specification	Page 2/2
-----	---------------------------------	----------

<p>Welding position :</p> <table border="1"> <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> <p>Rotation direction :</p> <p>Other :</p>	Passes	Root	Fill	Cap	ASME Position	All	All	All	Rotation or fix	Fix	Fix	Fix	Welding process	Up Hill	Up Hill	Up Hill	<p>Preheat :</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2">Base metal</th> <th colspan="3">Wall thickness</th> </tr> <tr> <th colspan="3">/</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> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> </tbody> </table> <p>Method :</p> <p>Control :</p> <p>Other :</p>	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																																											
	/																																											

Electrical characteristics & Technique

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	-	-

The number of passes in filling and cap depends on the thickness to be welded.

other

<p>Interpasses temperature</p> <p>Between the root and the second passes Temperature :150°C</p> <p>Between other passes : Temperature :150°C</p> <p>Other</p>	<p>Postweld heat treatment</p> <p>Heating rate: Holding temperature/time: Duration: Cooling rate: Cooling temperature Controlled until: Material:</p> <p>Other</p>
---	--

III.2.1.4 Soudage des tubes

L'ensemble des opérations qui a été suivi résume à :

1- Tronçonnage du tube : Le tube initial a été découpé à froid, à l'aide d'une scie électrique selon les longueurs suivantes :

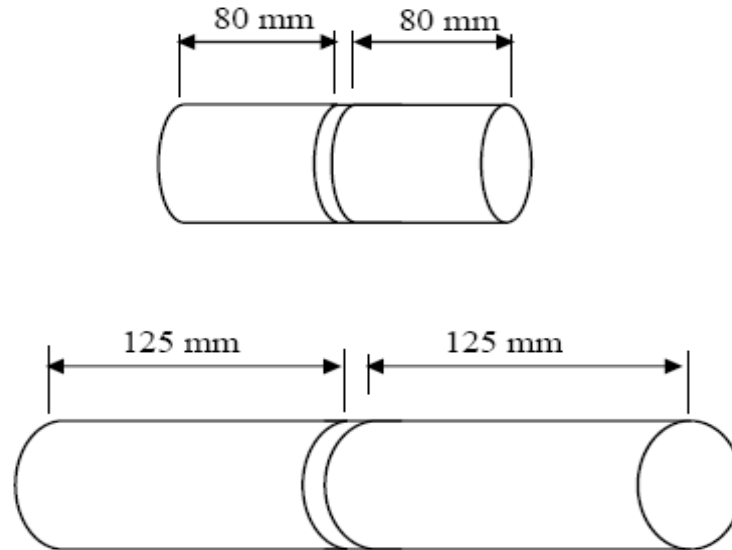


Figure III.3 : Longueurs des tubes à souder.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

III.2.2 Tronçonnage des éprouvettes

Avant le tronçonnage, un contrôle radiographique (rayons γ) a été fait pour s'assurer que les soudures ne présentent aucuns défauts. 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 qu'elle 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.4.

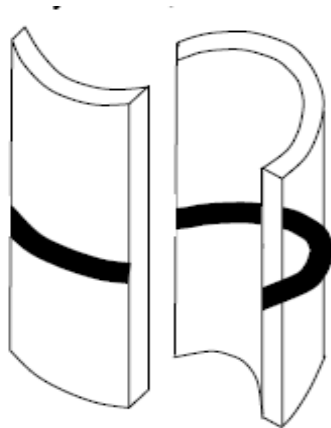


Figure III.4: Tronçonnage du tube en deux.

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

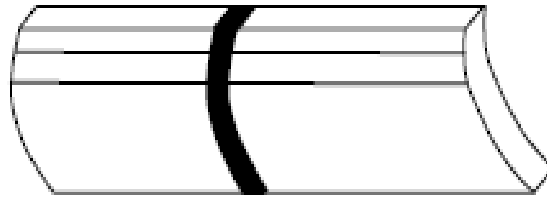


Figure III.5 : Schéma du tronçonnage des éprouvettes

III.2.3 Usinage des éprouvettes

Après l'opération de tronçonnage, les éprouvettes ont été usinées à l'aide d'une fraiseuse afin de réaliser des éprouvettes de résilience dont les entailles ont été réalisées dans les zones fondues. La localisation de ces éprouvettes est montrée dans la figure III.6.

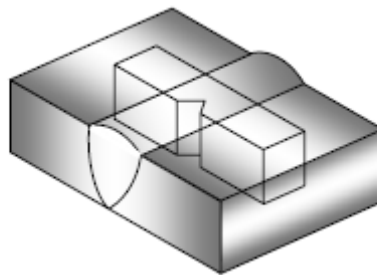


Figure III.6: Localisation des éprouvettes de résilience.

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

III.2.4 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.

III.2.5 Les traitements de vieillissement effectués

On a réalisé les traitements thermiques de vieillissements à l'aide d'un four électrique à résistance (figure III.7) au niveau de laboratoire de métallurgie de l'école nationale polytechnique ; ces traitements consistent à :

- 1) réaliser des traitements de 10h ,20h ,30h ,40h , 50h , 80h et 100h à 475 °C.
- 2) réaliser des traitements de 10h ,20h, 30h ,40h , 50h et 100h à 350 °C.



Figure III.7 : Le four à résistance utilisé.

III.2.6 Caractérisation

Elle est divisée en deux parties, l'une microstructural 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 α et l'austénite secondaire sur quelques propriétés mécaniques de l'acier 2205.

III.2.6.1 Caractérisation microstructurale

III.2.6.1.1 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 (80, 120, 180, 400, 600 et 1000), la seconde (polissage fin) est effectuée sur papier feutre en utilisant de la poudre d'alumine. Pour les deux étapes, l'utilisation de lubrifiant (eau) est indispensable afin d'éviter tout échauffement du matériau. 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.2.6.1.2 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.8) et (figure III.9).

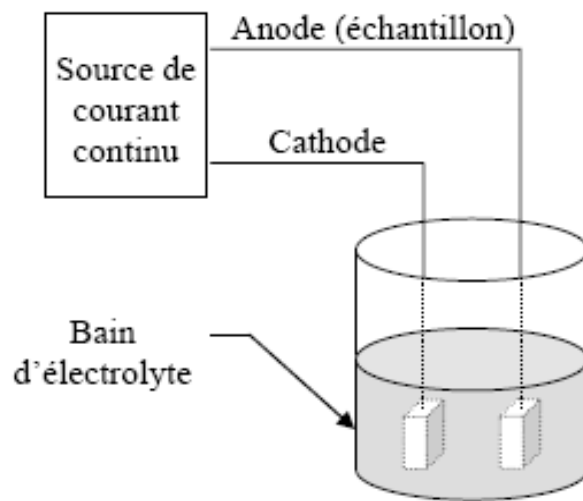


Figure III.8 : Schéma illustratif de l'attaque électrolytique.



Figure III.9 : Dispositif de l'attaque électrolytique.

Les paramètres de l'attaque électrolytique sont :

- Concentration : 10N (56 g de KOH, 100 ml H₂O)
- Tension : 3 V

- Temps : 20 secondes

III.2.6.1.3 Observation microscopique

Le but principal de l'observation microscopique est la mise en évidence de la structure des différents échantillons traités.

a- Microscopie Optique

L'observation des microstructures a été réalisée au niveau du Laboratoire de Métallurgie et de Mécanique du Centre de Soudage Chéraga (CSC) à l'aide d'un microscope optique de type ZEISS Axio Plan muni d'une caméra numérique avec logiciel (AXIO Cam MRc), ce qui facilite la sauvegarde et le traitement des micrographies obtenues.

b- Traitement d'images

La technique de traitement d'image a pour but de quantifier la phase ferritique. Pour cela on a choisi aléatoirement cinq micrographies de chaque zone comme illustré sur la Figure III.10. Le logiciel utilisé dans notre étude est le logiciel ATLAS (Figure III.11). Ainsi, dans l'image initiale les deux phases (δ et γ) apparaissent en couleurs différentes (Figure III.12.a), en ajustant la luminosité et le contraste de l'image, on obtient une image binaire où la phase ferritique apparaît en noire et le reste en blanc (Figure III.12.b), ensuite on colore la phase ferritique avec une couleur qu'on choisit et le reste apparaît en blanc (Figure III.12.c). on a calculé le taux de ferrite en fonction de la température de traitement de vieillissement et le temps de maintien dans les trois zones de la soudure (MB, ZAT, ZF).

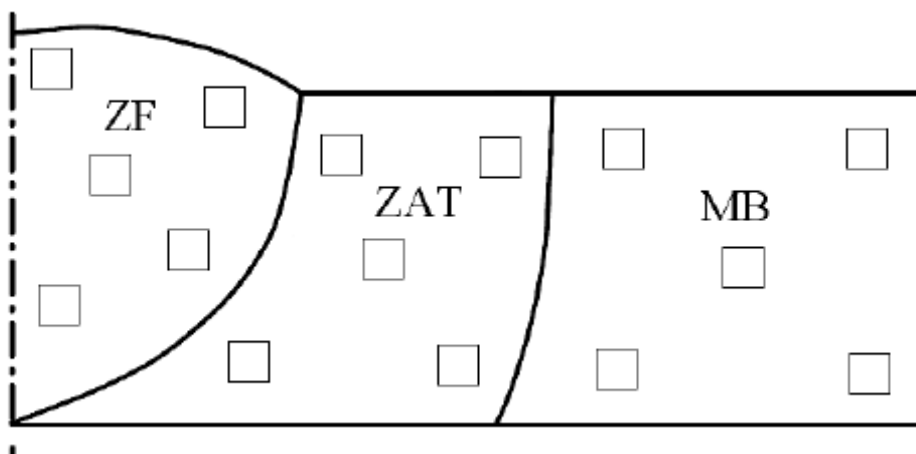


Figure III.10 : Schéma montrant le prélèvement aléatoire pour le traitement d'images.

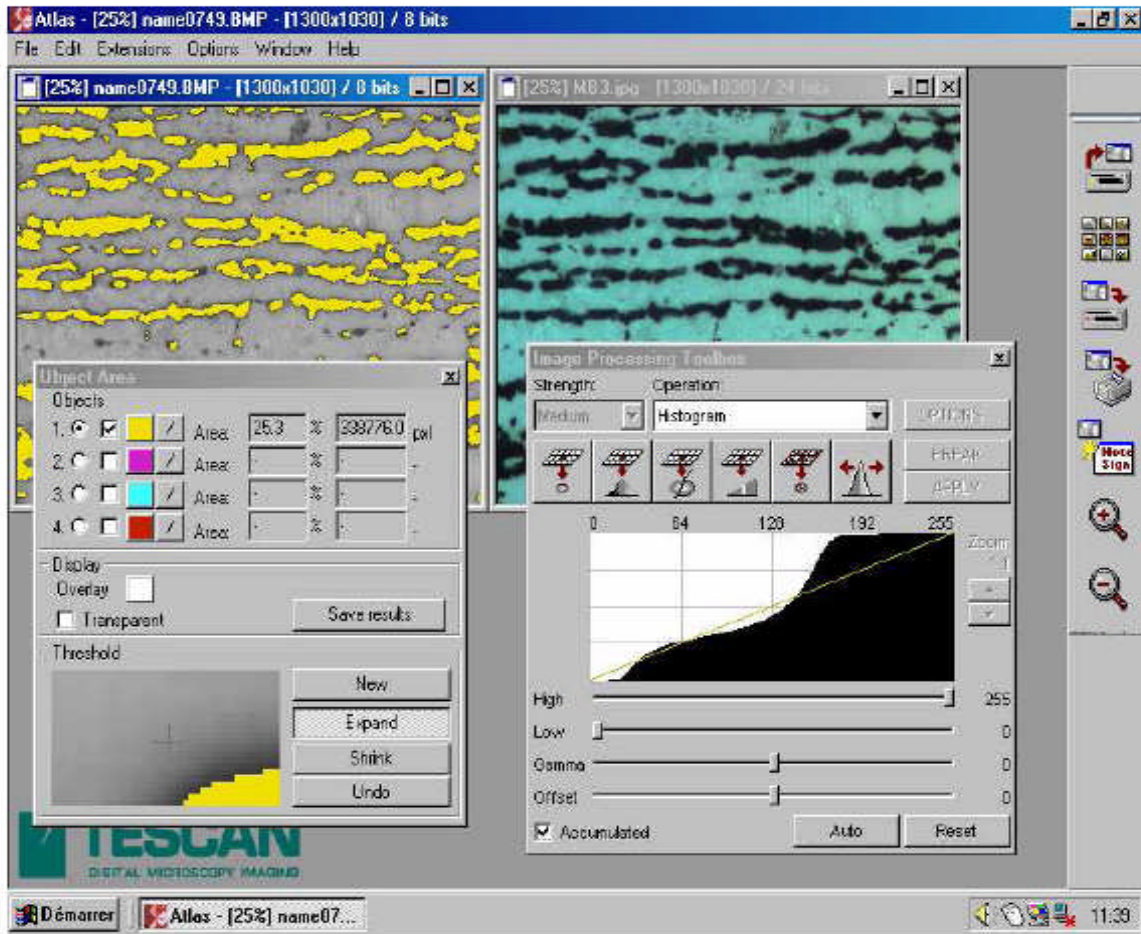


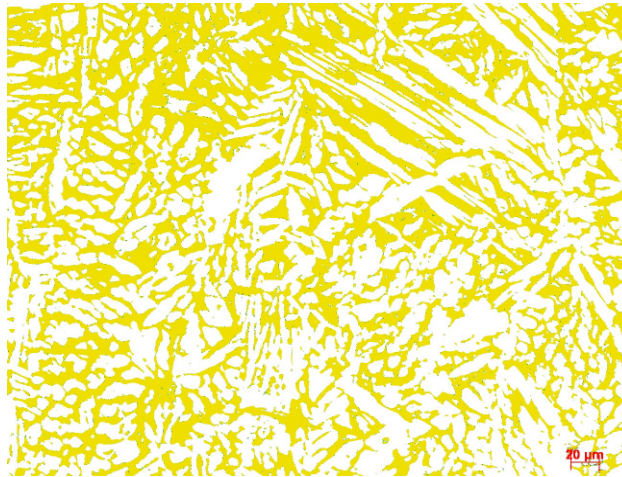
Figure III.11 : Le logiciel de traitement d'images ATLAS.



(a)



(b)



(c)

Figure III.12 : Les différentes étapes utilisées pour l'obtention d'une image binaire exploitable pour le traitement d'image : (a) L'image initiale non traitée ; (b) L'image transformée en noire et blanc; (c) L'image finale binaire.

III.2 .6.2 Caractérisation mécanique

On a réalisé les essais de microdureté dans le Laboratoire de Métallurgie et de Mécanique du Centre de Soudage Chéraga (CSC) et les essais de résilience dans le Laboratoire de Contrôle de l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (ENGTP).

III.2.6.2.1 Essai de microdureté

Souvent la microstructure des métaux et alliages présente une mixture de phases dont les duretés individuelles sont très différentes. Ceci fait que les tests conventionnels de dureté ne donnent pas des valeurs assez représentatives de tels matériaux. Pour connaître les propriétés potentielles de ceux-ci (résistance à l'usure...), les essais de microdureté sont incontournables. Ces essais sont réalisés sous de très faible charge, et la mesure de la dimension de l'empreinte se fait à l'aide d'un microscope optique.

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 avec un microduremètre de marque BUEHLER Micromet. Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l'austénite dans la zone affectée thermiquement et dans le métal de base. Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes de résilience avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.

III.2.6.2.2 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.13) , 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 joules/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.14).

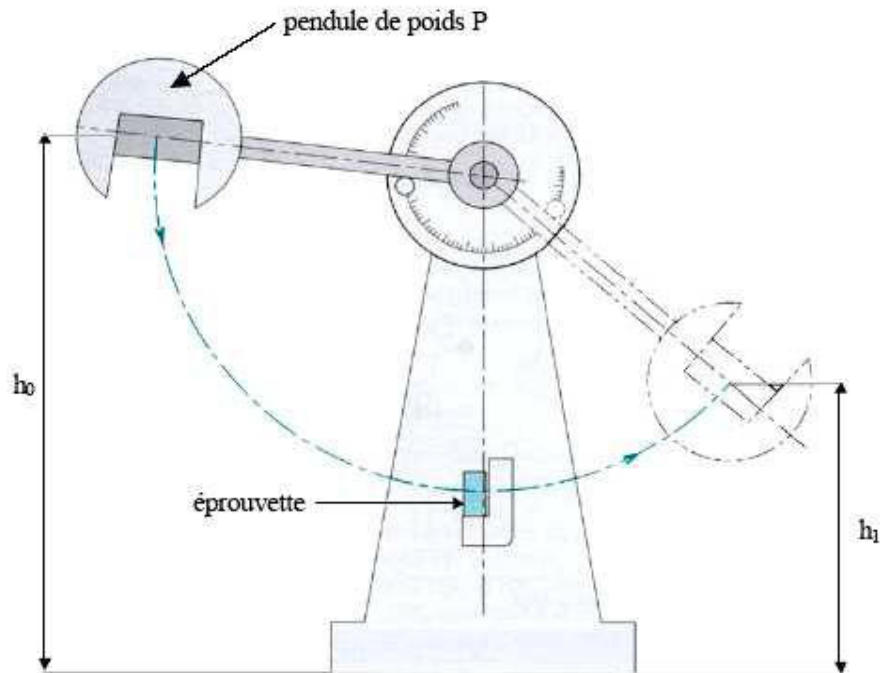


Figure III.13 : Schéma illustratif du mouton Charpy [5].

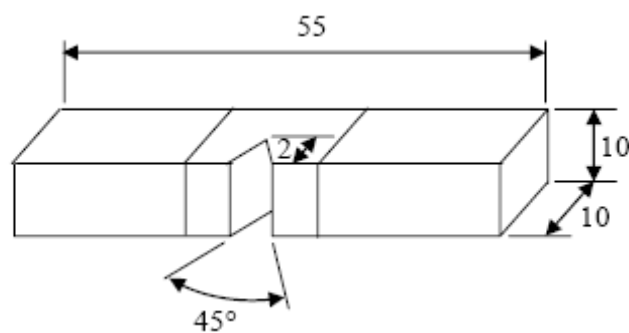


Figure III.14: Eprouvette de résilience.

CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

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 100 heures. Dans cet optique nous nous sommes intéressés et pour les deux températures 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 résilience.

IV.1. Présentations des résultats

IV.1.1 Structure à l'état initial

La soudure en acier duplex de nuance 2205 non traitée contient trois zones (Métal de base- Zone affectée thermiquement et Zone fondue) qui ont la même constitution micrographique (austénite-ferrite) et qui se distinguent entre elles par la morphologie des deux phases.

IV.1.1.1 Métal de base

Après soudage, le métal de base conserve sa structure initiale (figure IV.1), qui est une structure biphasée dite en bande, les deux phases austénitique et ferritique se présentent sous forme de lattes allongées dans la direction du laminage. Les fractions volumiques des phases sont proches (50%). La dureté du métal de base est de 274 HV.

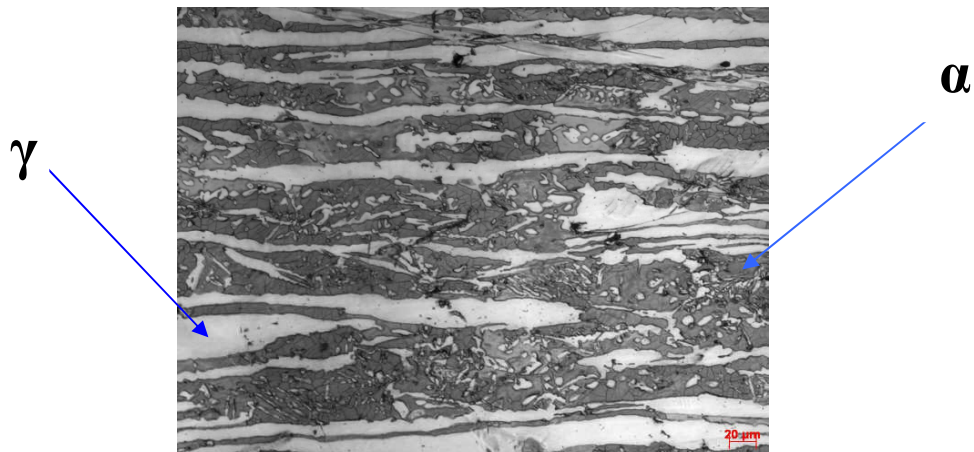


Figure IV.1 : Micrographie optique du métal de base.

IV.1.1 .2 La zone affectée thermiquement

La figure IV.2 montre la structure de la zone affectée thermiquement, c'est une structure granulaire de recristallisation plus ou moins grossière des deux phases. La structure en bande a disparu, à cause du traitement thermique subi lors de l'opération de soudage. Le taux de ferrite atteint la valeur de 58 %. La dureté de la ZAT est de 314 HV. Des caractérisations et analyses réalisées ont montré l'absence des carbures et de la phase σ . La frontière (zone de liaison) entre la zone affectée thermiquement et la zone fondue est nettement apparente dans la figure IV.3.

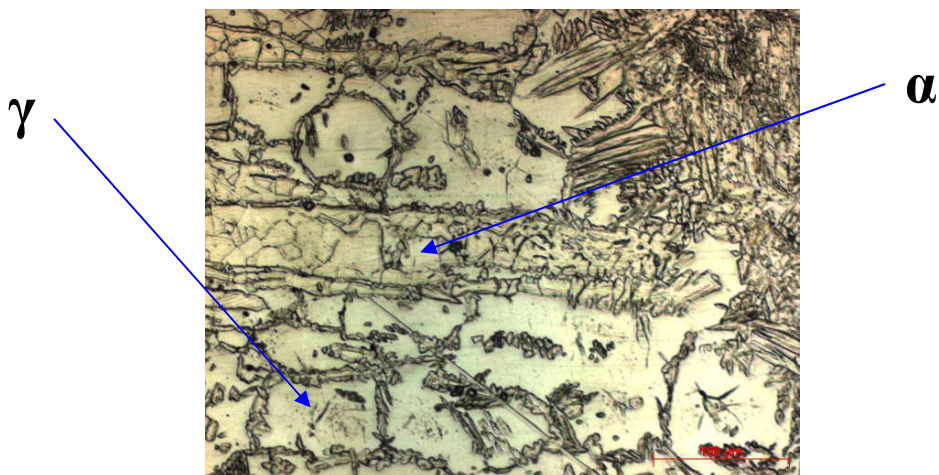


Figure IV.2: Micrographie optique de la zone affectée thermiquement.

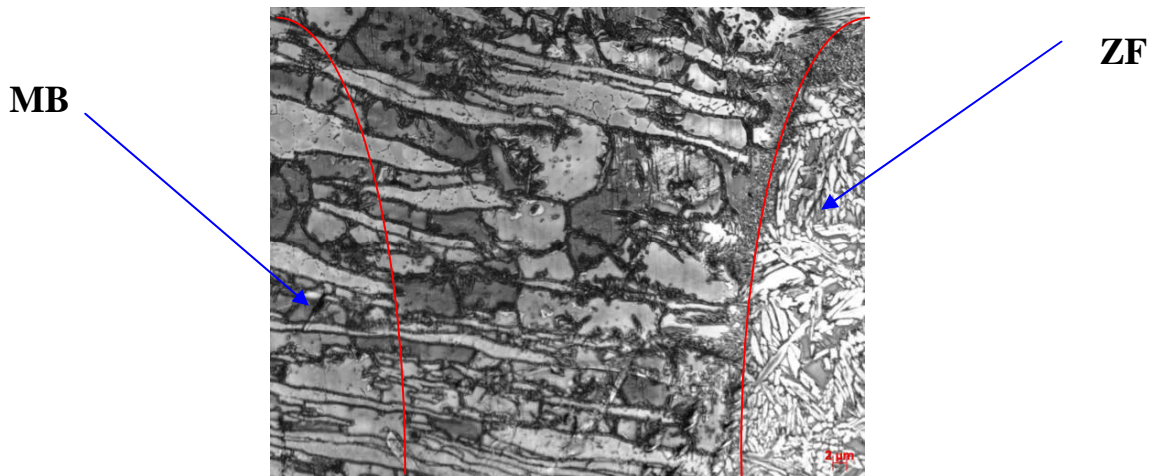


Figure IV.3: Micrographie optique de la zone de liaison.

IV.1.1 .3 La zone fondue

D'après la figure IV.4, La zone fondue se distingue par la finesse et la nature dendritique des deux phases. Cette structure est celle de la solidification de cette zone. Le refroidissement rapide n'a pas permis une cristallisation des grains. La vitesse de refroidissement élevée est la cause du taux élevé de la ferrite 56 %. La dureté de la zone fondue est 306 HV.

Un diffractogramme des rayons X de cette zone a été réalisé dans une précédente étude par A. LOUCIF [16] et qui a confirmé l'absence des précipités (carbures, phase sigma). Les pics de ce diagramme ont présenté seulement les phases ferritiques et austénitiques.



Figure IV.4: Micrographie optique de la zone fondue.

IV.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.

IV.1.2 .1 Vieillissement à 350 °C

1) Métal de base

Le vieillissement à 350 °C montre que la structure en bande de laminage est conservée dans le métal de base. D'autre part, un grossissement marqué des grains ferritiques et austénitiques est obtenu à 100 h de maintien. Les figures IV.5, IV.6 et IV.7 présentent la structure du métal de base pour des durées de maintien de 10h, 30h et 100h respectivement.

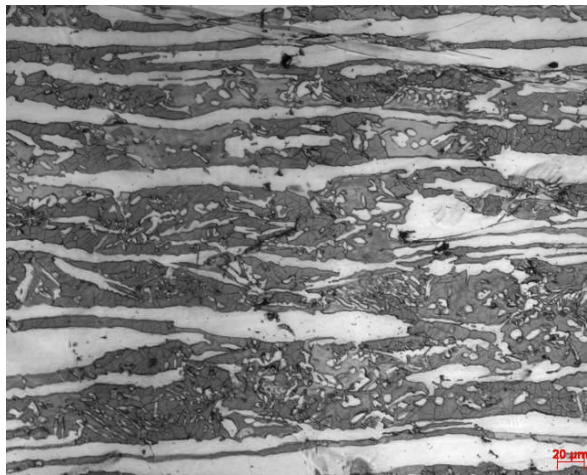


Figure IV.5: Micrographie optique du métal de base pour 10 h de maintien.

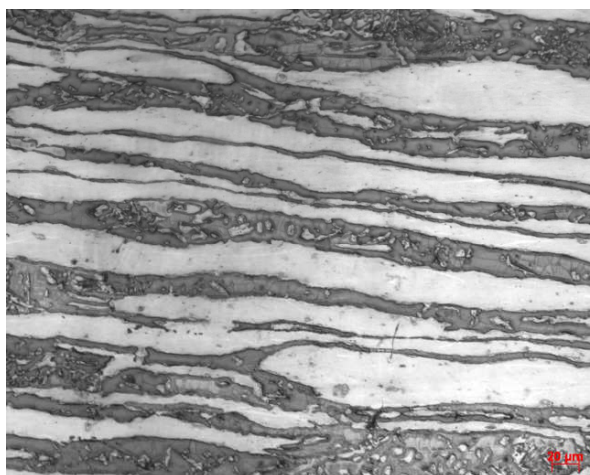


Figure IV.6: Micrographie optique du métal de base pour 30 h de maintien.



Figure IV.7: Micrographie optique du métal de base pour 100 h de maintien.

2) La zone affectée thermiquement

Par l'examen des micrographies optiques des figures IV.8, IV.9, IV.10, et IV.11 pour des durées de maintien de 20h, 30h, 50h et 100h respectivement nous avons constaté que la morphologie de cette zone n'a pas changé.

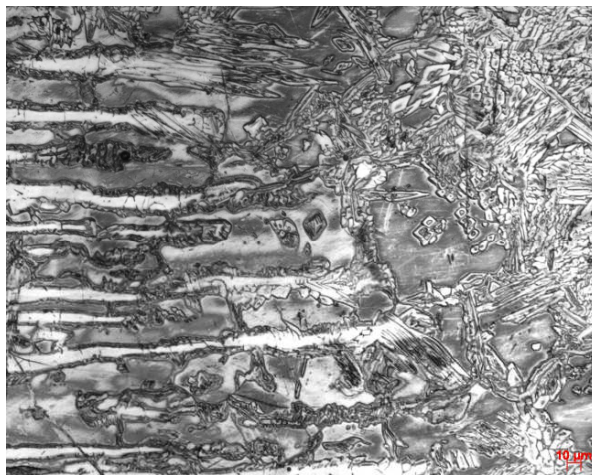


Figure IV.8: Micrographie optique de la ZAT pour 20 h de maintien.

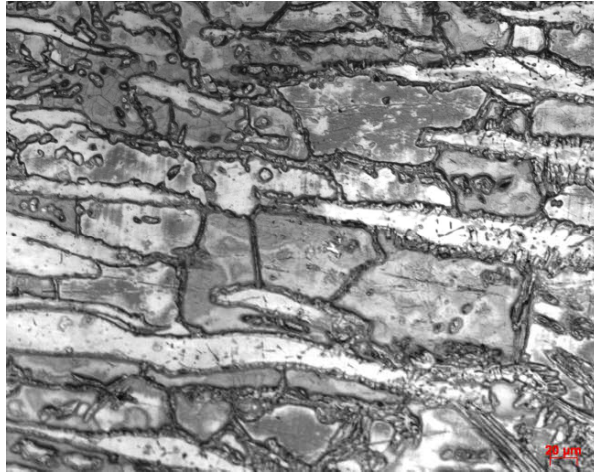


Figure IV.9: Micrographie optique de la ZAT pour 30 h de maintien.

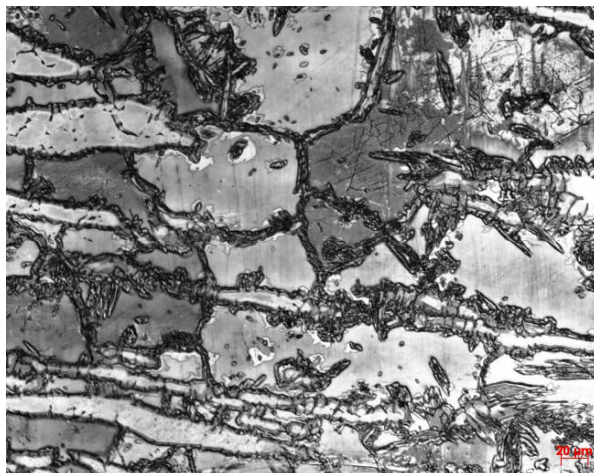


Figure IV.10: Micrographie optique de la ZAT pour 50 h de maintien.

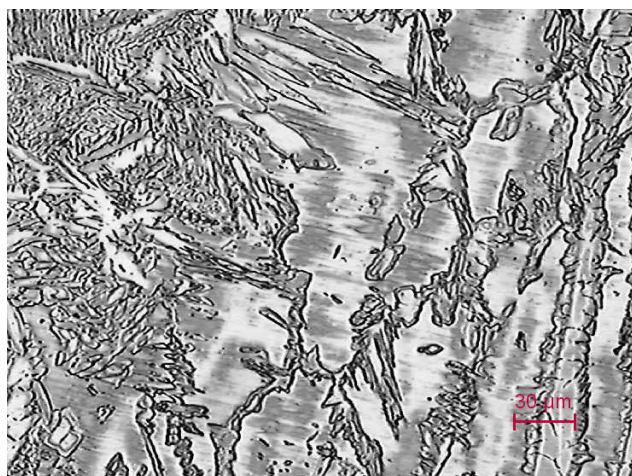


Figure IV.11: Micrographie optique de la ZAT pour 100 h de maintien.

3) 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.12, IV.13, IV.14, IV.15, IV.16 et IV.17 présentent la structure de cette zone en microscopie optique pour 10h, 20h, 30h, 50h et 100h de maintien respectivement.

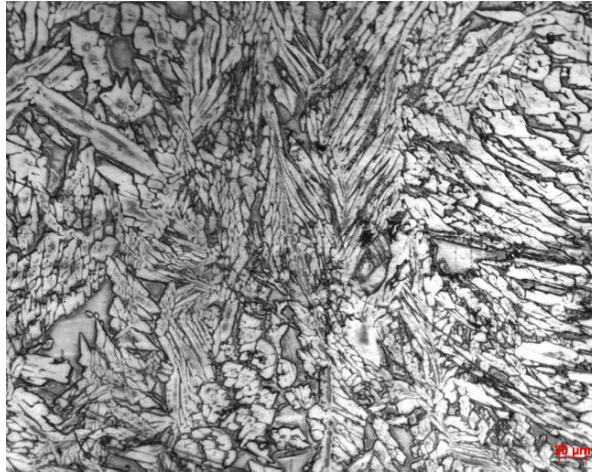


Figure IV.12: Micrographie optique de la zone fondue pour 10 h de maintien.



Figure IV.13: Micrographie optique de la zone fondue pour 20 h de maintien.

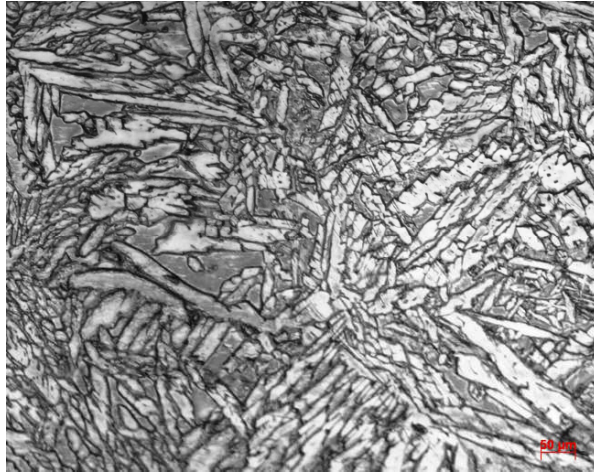


Figure IV.14: Micrographie optique de la zone fondue pour 30 h de maintien.

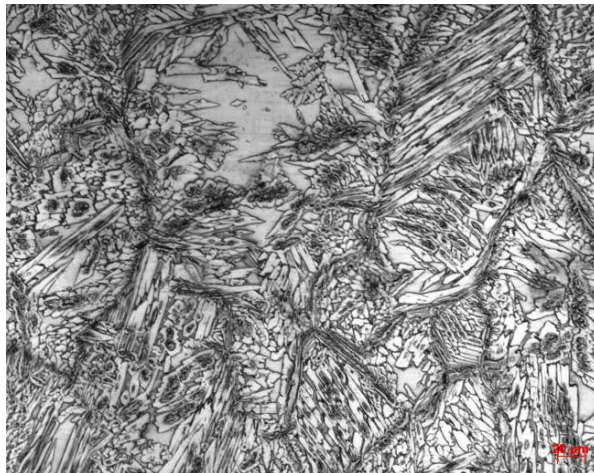


Figure IV.15: Micrographie optique de la zone fondue pour 50 h de maintien.



Figure IV.16: Micrographie optique de la zone fondue pour 100 h de maintien.

IV.1.2 .2 Vieillissement à 475 °C

1) 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 80h. Les figures IV.17, IV.18 , IV.19, IV.20 et IV.21 présentent la structure de métal de base pour 10h, 40h , 50h 80 h et 100h de maintien respectivement.

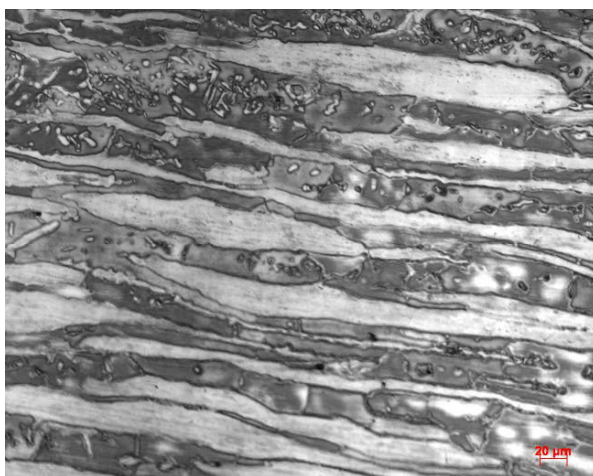


Figure IV.17: Micrographie optique de métal de base pour 10 h de maintien.

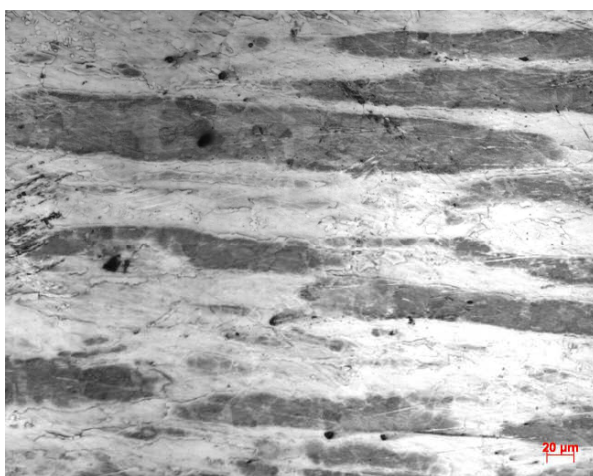


Figure IV.18: Micrographie optique de métal de base pour 40h de maintien.

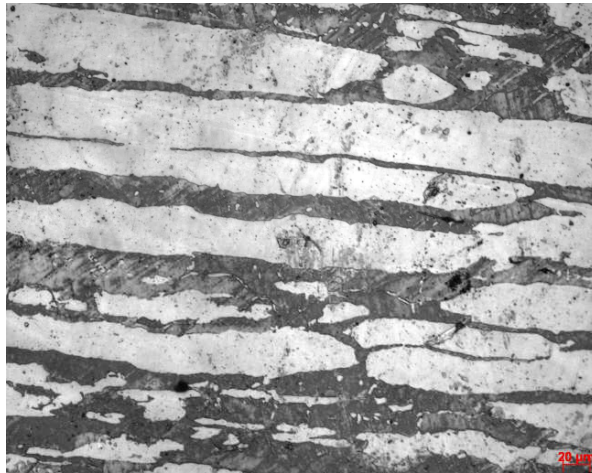


Figure IV.19: Micrographie optique de métal de base pour 50h de maintien.

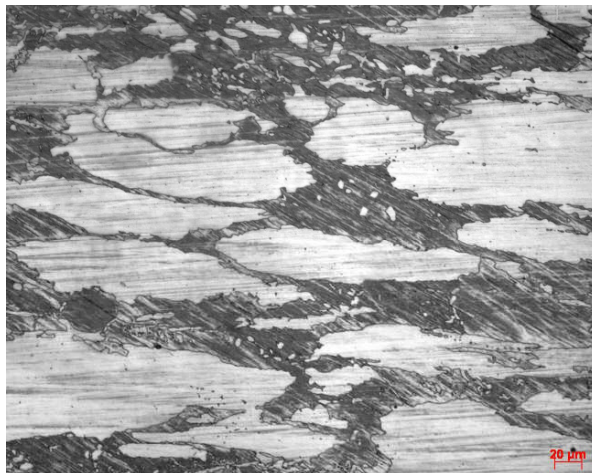


Figure IV.20: Micrographie optique de métal de base pour 80h de maintien.

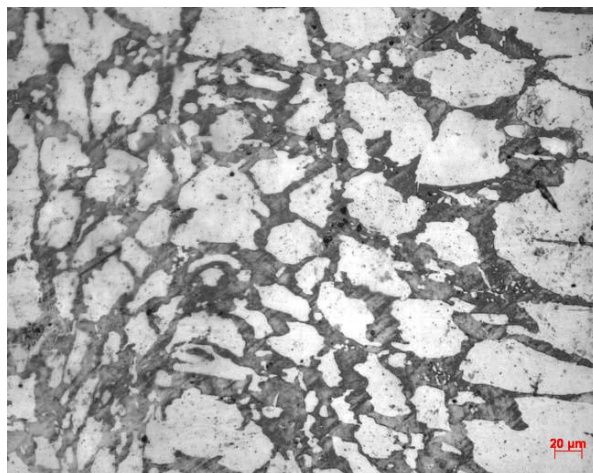


Figure IV.21: Micrographie optique de métal de base pour 100h de maintien.

2) La zone affectée thermiquement

Les micrographies optiques des figures IV. 22 , IV.23 , IV.24 et IV.25 pour des durées de maintien de 20h , 30h , 40h et 100h respectivement ,montrent que dans cette zone, les deux phases conservent leur morphologie.

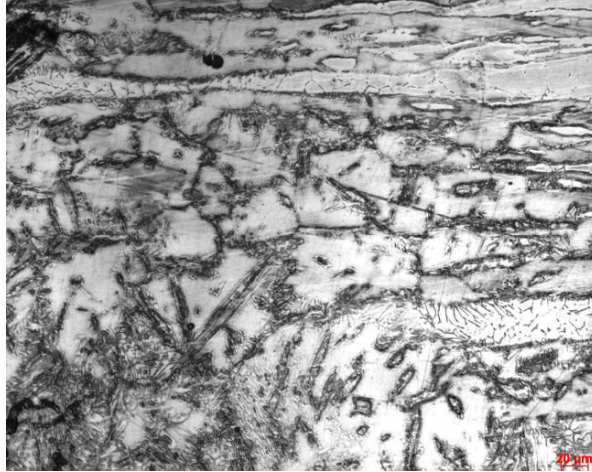


Figure IV.22: Micrographie optique de la ZAT pour 20h de maintien.

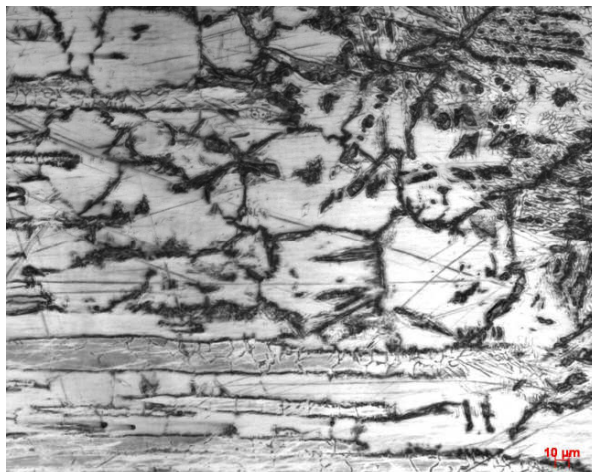


Figure IV.23: Micrographie optique de la ZAT pour 30h de maintien.

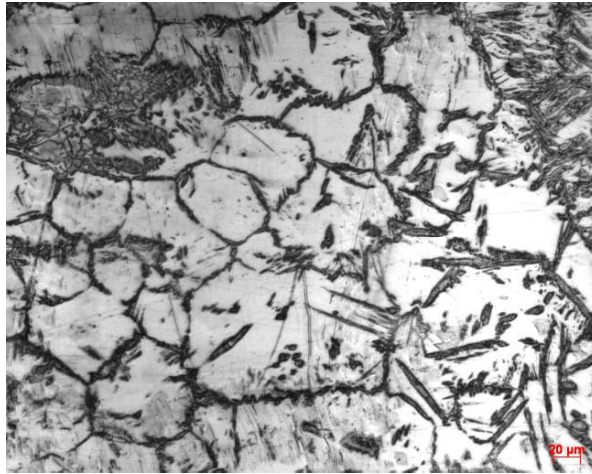


Figure IV.24: Micrographie optique de la ZAT pour 40h de maintien.

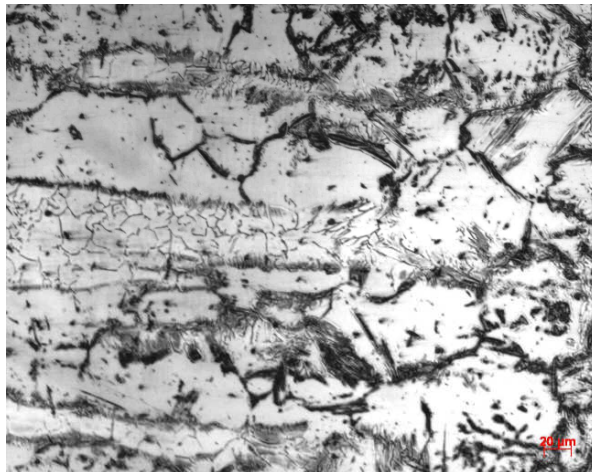


Figure IV.25: Micrographie optique de la ZAT pour 100h de maintien.

3) La zone fondue

Des changements morphologiques se produisent, et qui sont semblables à ceux du vieillissement à 350 °C pour les mêmes durées de maintien, mais ces changements sont accélérés c'est-à-dire que la formation progressive de la structure granulaire a commencé depuis les premiers 10 heures de maintien et même la disparition des dendrites qui s'accroît beaucoup plus à 100 h de maintien. Les figures IV.26, IV.27, IV.28, IV.29, IV.30 et IV.31 présentent la structure de cette zone en microscopie optique pour 10h, 20h, 30h, 40h, 50h et 100h de maintien respectivement.

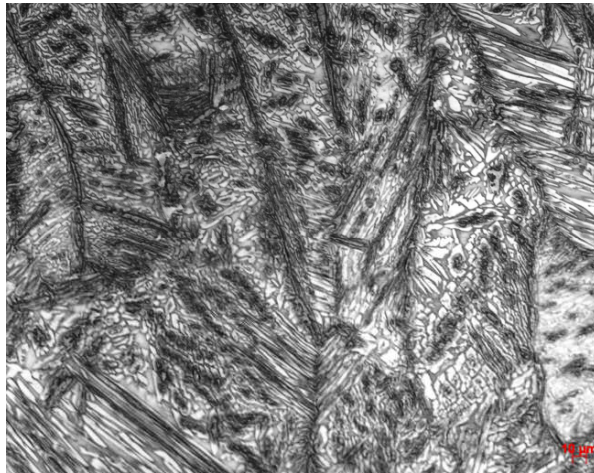


Figure IV.26: Micrographie optique de la zone fondue pour 10 h de maintien.

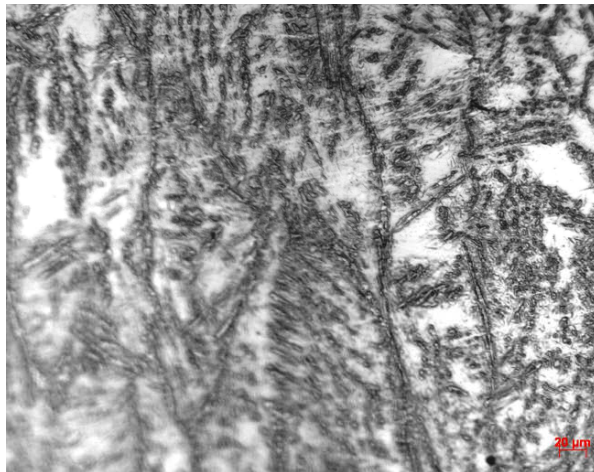


Figure IV.27: Micrographie optique de la zone fondue pour 20 h de maintien.

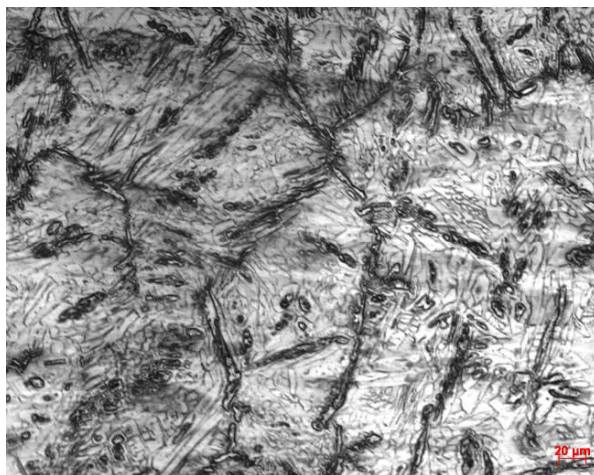


Figure IV.28: Micrographie optique de la zone fondue pour 30 h de maintien.

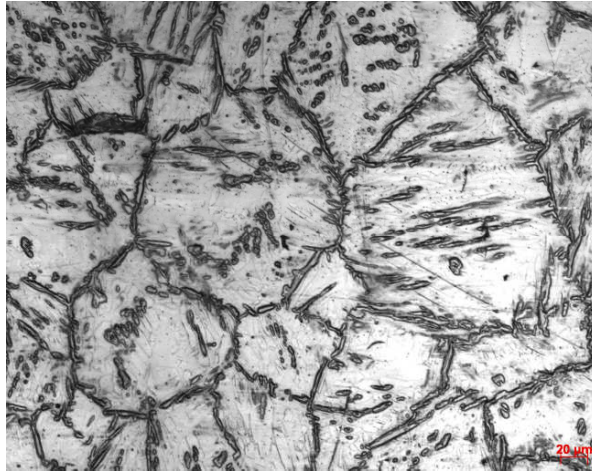


Figure IV.29: Micrographie optique de la zone fondue pour 40 h de maintien.

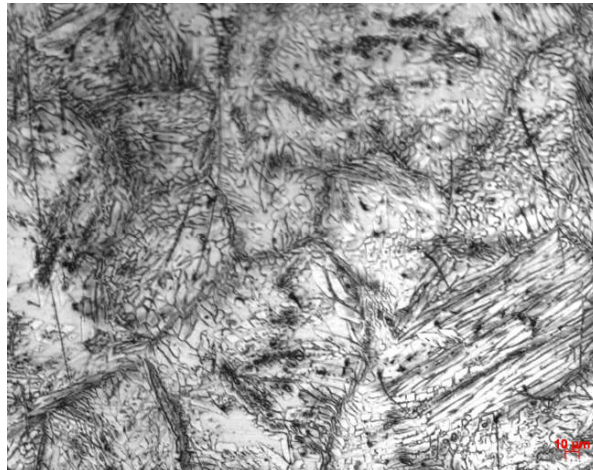


Figure IV.30: Micrographie optique de la zone fondue pour 50 h de maintien.

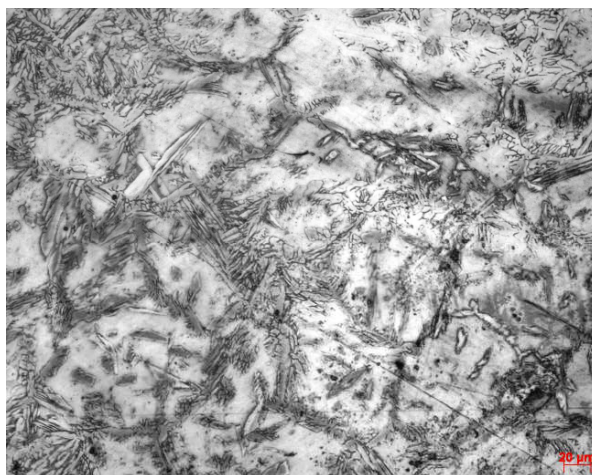


Figure IV.31: Micrographie optique de la zone fondue pour 100 h de maintien.

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

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

L'austénite subit une diminution de sa dureté. Au cours des premiers 20 heures, la dureté reste constante. La chute de la dureté est plus importante au cours du vieillissement à 475 °C. Cette baisse de la dureté est attribuée aux modifications de la configuration de la dislocation et à la diminution de leur densité. La figure IV.32 montre que le processus a un temps d'incubation d'environ 20 heures.

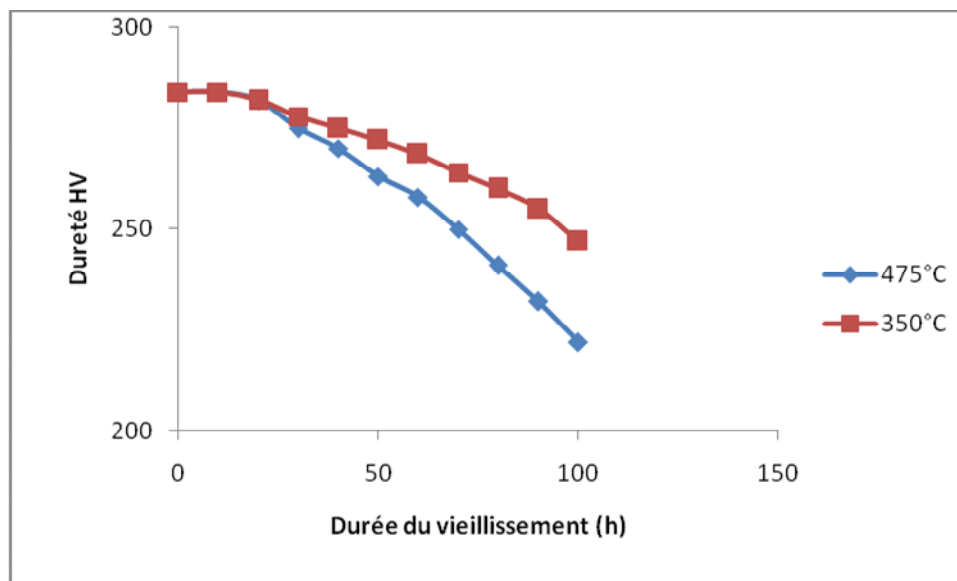


Figure IV.32 : Evolution de la dureté de l'austénite au cours du vieillissement à 350°C et 475 °C

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

La ferrite subit un durcissement très marqué, au cours des maintiens pendant 100 heures, aux températures de 350 et 475 °C (Figure IV.33). Les variations sont plus importantes à 475 °C. Ce durcissement débute après 20 heures.

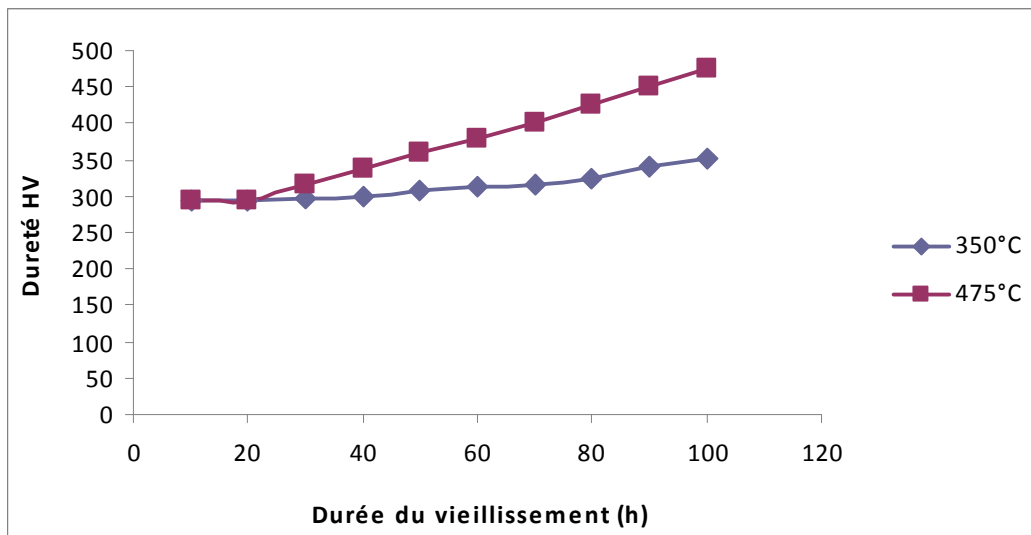


Figure IV.33 : Evolution de la dureté de la ferrite au cours du vieillissement à 350°C et 475 °C

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.34), 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. Le taux de ferrite reste pratiquement stable pendant le chauffage. La zone affectée thermiquement a subi une augmentation importante du taux de ferrite au cours du soudage (variation de 8 % de ferrite) ; ce taux va diminuer progressivement. Après 100 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 56.6 % (dû à la composition du métal d’apport et aux conditions thermiques du soudage) subit une diminution progressive. Après 100 heures il atteint 51 %.

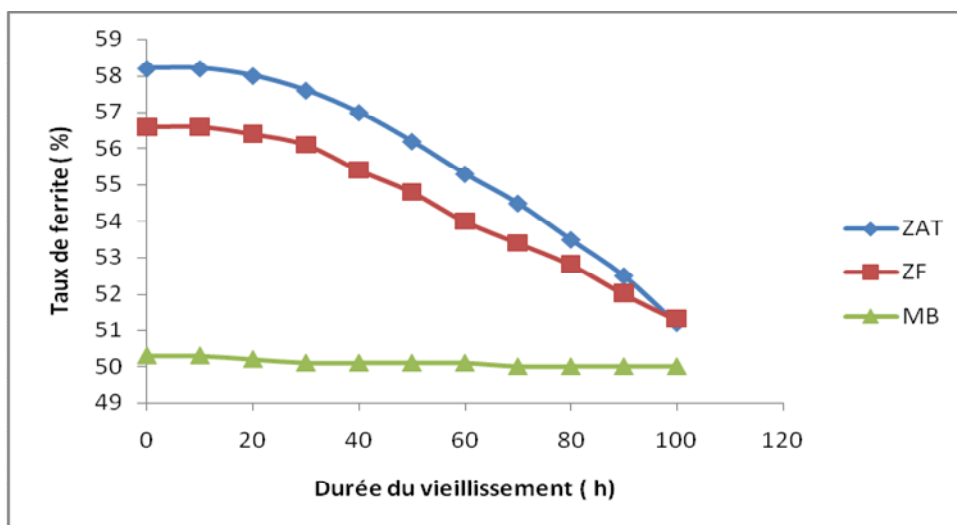


Figure IV.34 : Effet du vieillissement à 350 °C sur le taux de ferrite.

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. 35). Cependant, la cinétique de l'évolution est plus élevée que celle de 350 °C car après environ 70 heures de séjours, le taux de ferrite atteint 50 % dans la zone affectée et dans la zone fondue.

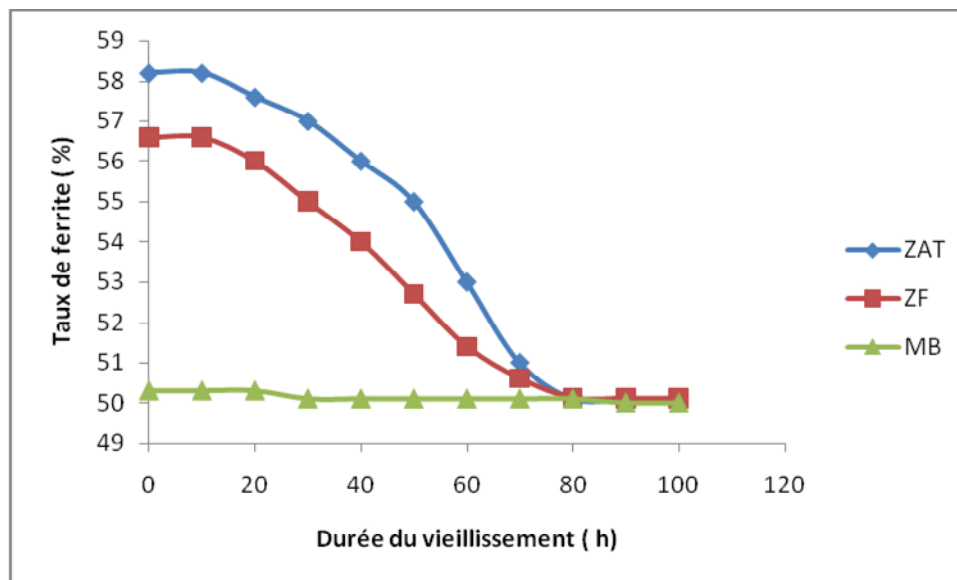


Figure IV. 35 : Effet du vieillissement à 475 °C sur le taux de ferrite.

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 100 heures de vieillissement (figure IV. 36). La fragilité est plus marquée à 475 °C. D'après la figure IV. 36, on peut constater que l'endommagement de la soudure commence après 60 heures de séjours à 475 °C et qu'il n'a pas été encore atteint lors d'un vieillissement à 350°C. Ceci en considérant qu'une résilience de 6 daJ/cm² est acceptable sur le plan technique. La figure montre l'existence d'un temps d'incubation de 10 à 15 heures.

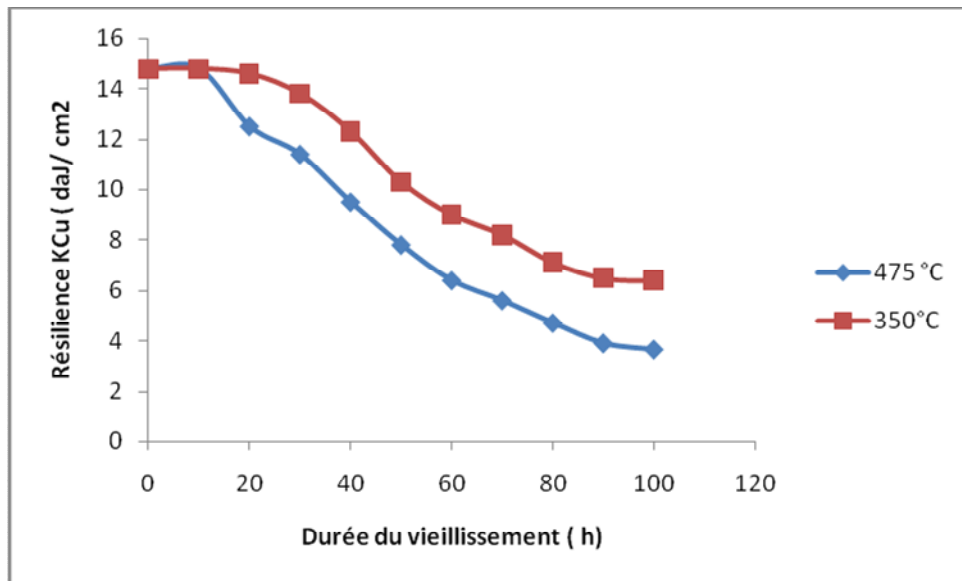


Figure IV. 36: Effet du vieillissement à 350 °C et à 475 °C sur la résilience.

IV.2 -Interprétations

Le traitement thermique de vieillissement qui en réalité est un maintien à des températures dans l'intervalle 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 α' et l'austénite secondaire γ_2 dans la ferrite.
- 2- Diminution de 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 Evolution microstructurale et morphologique

Comme les températures du vieillissement sont relativement basses (350 et 475 °C) les seules transformations structurales qui peuvent avoir lieu sont la précipitation de la phase α' et l'austénite secondaire γ_2 au sein de la ferrite. La mise en évidence directe de la phase α' par microscopie optique ou par analyse RX n'est pas possible car elle est de taille nanométrique et elle aussi cohérente avec la ferrite. Comme α' 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 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 100 heures. Ces résultats confirment ceux obtenus par Calonne [16].

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. Par des chauffages aux températures de 350 et de 475 °C la structure subit un recuit de recristallisation qui donne une forme des grains plus isotrope. Dans la zone fondue, la forme aciculaire disparaît progressivement pour donner une forme granulaire et dans le métal de base une disparition progressive de la structure en bande se produit pour atteindre une morphologie plus stable (grains equiaxe). Ces phénomènes étant thermiquement activés, la cinétique est plus rapide à 475 °C. D'après les résultats obtenus nous constatons que la durée de 100 heures n'est pas suffisante pour une modification totale. Toutes les transformations morphologiques qui se sont produites sont dues à l'instabilité des deux phases.

IV.2.2 Diminution du taux de ferrite

Le taux de ferrite élevé dans la zone affectée et dans la zone fondue rend l'acier métastable par rapport à l'état défini par le diagramme d'équilibre pseudo- binaire (figure 8). 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 subit une diminution de 7 % pour la zone affectée thermiquement et 5,6 % pour la zone fondue à 350 °C et aussi une diminution de 8 % pour la zone affectée thermiquement et 6,6 % pour la zone fondue à 475 °C pendant les 100 heures de maintien. Cette diminution s'explique par la précipitation de l'austénite de réversion γ_2 au cours du vieillissement thermique. D'après Calonne [16], l'austénite γ_2 peut précipiter pour des températures de vieillissement inférieures à 500 °C par ségrégation du fer et du nickel qui provoque un déplacement de la frontière austénite-ferrite vers la ferrite. Ce retour à l'équilibre est plus rapide à 475 °C car le mécanisme est basé sur la diffusion du fer et du nickel 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 α' dans la ferrite, 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 α' . Le mécanisme de la précipitation dépend de la température et de la concentration en chrome de la ferrite. Dans le cas de notre alliage (22 %Cr), les travaux de Calonne [16] et Le Roux [27] indiquent que le mécanisme de la précipitation est la décomposition spinodale car même à 475 °C la diffusion reste modérée.

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 °C car il est un phénomène thermiquement activé.

IV.2.4 Diminution de 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 alpha prime précipitée. Cette fragilisation est la conséquence du durcissement de la ferrite par précipitation de la phase alpha prime lors du vieillissement thermique. Rappelons que cette fragilisation est accompagnée par une diminution de la ténacité et la ductilité.

Conclusion générale

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. L'origine de cette fragilisation est la précipitation de la phase alpha-prime dans la ferrite.

Le but de ce travail est 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.

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

1. La précipitation de la phase α' , mise en évidence par l'essai de microdureté, est responsable du durcissement de la ferrite
2. Le taux de ferrite a subi une diminution dans la zone affectée thermiquement et la zone fondue, cela peut être attribué à la précipitation de l'austénite de réversion γ_2 .
3. Au cours du maintien aux températures 350 et 475 °C, une fragilisation importante de la soudure, traduite par la chute de sa résilience, se produit. Ce résultat limite l'utilisation des soudures en aciers duplex à 300 °C.

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 α' .
- Utiliser des techniques de caractérisation avancées pour détecter la phase α' et γ_2 tel que : la microscopie électronique à transmission, la sonde atomique et la microscopie Mössbauer.

Références bibliographiques

[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: Propriétés. Résistance à la corrosion, Techniques de l'ingénieur, M4541, Juin 2000.

[6] **P.J.Cunat**

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

[7] **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.

[8] **P.Lacombe, B.Baroux, G.Béranger**

Les aciers inoxydables, Editions Physique, 1990.

[9] **P.Gympel, N.Arlt**

Les aciers inoxydables, Editeur Tec et Doc, Paris, 1990.

[10] **A. Roos, B. Millet.**

Précis de métallurgie appliquée. Technique et documentation-Lavoisier. 1982.physique.1990.

[11] **T. A. Palmer, J. W. Elmer, and Joe Wong**

In situ observations of ferrite-austenite transformations in duplex stainless steel weldments using synchrotron radiation, Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 7 N° 3 ,pp 159-171, 2002.

[12] **A.Rabey**

Les aciers spéciaux, SEMAS Paris-ed, 1978.

[13] R. G. Nouning, Jr.

Effect of Stabilizing Elements on The Precipitation Behaviour and Phase Stability of Type 409 Ferritic Stainless Steels. Master of Science. University of Pittsburgh. 1999.

[14] A.Hacini.

Effets de Précipitation des Carbures de Chrome et la Phase Sigma sur le Comportement Mécanique et la Résistance à la Corrosion des Joints Soudés en Acier Inoxydable Duplex S32550 (25%Cr). Mémoire de Magister. Ecole Nationale Polytechnique.2007.

[15] K.Rehouma

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé, Thèse de magister, ENP, Novembre 2002.

[16] V.Calonne

Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés: Influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 Juillet 2001.

[17] 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.

[18] J.Variot

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques et la fabrication d'appareils en aciers austéno-ferritiques, METAUX Corrosion-Industrie, 20 Novembre 1984.

[19] R.N.Gunn

Duplex Stainless Steel, Microstructure, properties and applications, 2000.

[20] R. Castro, R. Tricot.

Etude des transformations isothermes dans les aciers inoxydables semi ferritique à 17 % de chrome. La revue de métallurgie, 1962.

[21] W.Zhang

Probing Heat transfer, fluid flow and microstructural evolution during fusion welding of alloys, PhD thesis, The Pennsylvania State University, August 2004.

[22] A.Desestret, R.Mayoud

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques. Nouveaux développements fondés sur 50 ans d'expérience, Revue de Métallurgie - CIT, Avril 1984.

[23] 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.

[24] A.Loucif

Comportement en conditions de fatigue thermique d'une soudure duplex de nuance UNS S 31803, Thèse de Magister, Ecole National Polytechnique, Alger, 2006.

[25] J. Michalska, M. Sozanska.

Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phase in 2205 duplex stainless steel. Mater. Charact. 56 (2006) 355-362.

[26] S. Atamert, J. E. King.

σ phase formation and its prevention in duplex stainless steels. Journal of Materials Science Letters, 1993. 12(14) 1144-1147.

[27] J -C Le Roux

Étude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé, Thèse de **Doctorat**, **Ecole** Centrale, Paris, 1999.
