

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

**Ecole Nationale Polytechnique**



Département de Métallurgie  
Laboratoire GSM de l'ENP

Mémoire de Master en génie des matériaux

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

Réalisé par :

- Tawfiq BAKHOUCHE

Sous la direction de M. Mohamed Lamine DJEGHLAL

Présenté et soutenu publiquement le 03/07/2017

**Composition du Jury :**

Président	M. Kamel ABADLI	Docteur	ENP Alger
Rapporteur/ Promoteur	M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur	ENP Alger
Examineur	M. HAMID YOUSFI	Professeur	ENP Alger

ENP 2017



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

**Ecole Nationale Polytechnique**



Département de Métallurgie  
Laboratoire GSM de l'ENP

Mémoire de Master en génie des matériaux

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

Réalisé par :

Tawfiq BAKHOUCHE

Sous la direction de M. Mohamed Lamine DJEGHLAL

Présenté et soutenu publiquement le 03/07/2017

**Composition du Jury :**

Président	M. Kamel ABADLI	Docteur	ENP Alger
Rapporteur/ Promoteur	M. Mohamed Lamine DJEGHLAL	Professeur	ENP Alger
Examineur	M. HAMID YOUSFI	Professeur	ENP Alger

## *Dédicace*

---

### ***Je dédie ce travail***

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

***Tawfiq***

## *Remerciements*

---

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

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

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

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

Nous voudrions remercier aussi nos enseignants **M. YOUSFI HAMID** d'avoir accepté de faire partie du jury.

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

## ملخص:

يتمثل هذا العمل في تشخيص البنية المجهرية والخصائص الكهروكيميائية للحام المتجانس للأصلا ب غير القابلة للصدأ السوبردوبلاكس 2507. يكمن التشخيص البنيوي في توضيح البنية الاستينوفيريتية في مختلف مناطق اللحام (المعدن الأساسي، المنطقة المتأثرة حراريا). أما التشخيص الكهروكيميائي فيتمثل في إجراء اختبار الصدأ في محلول 8% NaCl.

**الكلمات المفتاحية:** البنية المجهرية، المعادن أأ متأكسدة، السوبردوبلاكس، اختبار الصدأ.

## Abstract:

This work aims to diagnose the microscopic structure and electrochemical characteristics of the homogeneous welding of the super duplex stainless steel 2507. The structural diagnosis is to elucidate the structure of the austenite-ferritic structure in the different welding zones (base metal, heat affected zone). However, the electrochemical diagnosis consists of the corrosion test in a solution of 8% NaCl.

**Keywords:** microscopic structure, stainless steel, corrosion test, superduplex.

## Résumé :

Ce travail consiste en une caractérisation microstructurale et électrochimique d'une soudure homogène d'un acier inoxydable super duplex 2507. La caractérisation microstructurale a pour but de mettre en évidence la structure au niveau des différentes zones de la soudure (métal de base et la zone affecté thermiquement), quant à la caractérisation électrochimique permet de réaliser un test de corrosion dans une solution de 8% NaCl.

**Mots clés :** caractérisation microstructurale ,aciers inoxydables duplex, test de corrosion, austéno-ferritique.

## **Table de matière :**

### **Liste des figures**

### **Liste des tableaux**

### **Introduction générale ..... 9**

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

### **1.1 Introduction ..... 11**

### **1.2 Etude des aciers inoxydables ..... 11**

#### 1.2.1 Etat structural..... 11

#### 1.2.2 Diagrammes de phases ..... 12

#### 1.2.3 Système Fe-Cr ..... 13

#### 1.2.4 Système Fe-Cr-Ni ..... 14

### **1.3 Influence des éléments d'addition sur les aciers inoxydables..... 14**

#### 1.3.1 Les éléments alphagènes ..... 14

#### 1.3.2 Les éléments gammagènes ..... 15

### **1.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex) ..... 16**

#### 1.4.1 Transformations structurales consécutives à un traitement thermique ..... 17

#### 1.4.2 Précipitation des phases secondaires ..... 17

### **1.5 Conclusion..... 19**

## **Chapitre 2 Caractérisation électrochimique**

### **2.1 La corrosion des aciers inoxydables ..... 21**

### **2.2 Principaux types de corrosion qui affectent les aciers Inoxydables : ..... 21**

### **2.3 Exploitation des courbes de polarisations ..... 21**

#### 2.3.1 Potentiel d'abandon ..... 21

#### 2.3.2 Polarisation ..... 21

#### 2.3.3 Tracé des courbes de polarisation : ..... 22

## **Chapitre 3 Techniques expérimentales**

### **3.1 Introduction ..... 25**

### **3.2 Matériaux utilisés ..... 25**

#### 3.2.1 Métal de base ..... 25

#### 3.2.2 Métal d'apport ..... 25

### **3.3 Caractérisation structurale ..... 25**

#### 3.3.1 Méthode de prélèvement ..... 25

### **3.4 Observations microscopiques ..... 27**

### **3.5 Suivie électrochimique ..... 28**

#### 3.5.1 Introduction ..... 28

#### 3.5.2 Le milieu corrosif choisi ..... 28

#### 3.5.3 Installation et matériels utilisés ..... 28

## **Chapitre 4 Résultats et discussion**

### **4.1 Introduction ..... 32**

### **4.2 Résultats des caractérisations structurales ..... 32**

### **4.3 Micrographie ..... 32**

#### 4.3.1 Examen au microscope optique ..... 32

### **4.4 Estimation du taux de ferrite ..... 34**

#### 4.4.1 Ferritoscopie ..... 34

#### 4.4.2 Traitement d'image ..... 35

### **4.5 Caractéristiques électrochimiques ..... 36**

#### 4.5.1 Caractérisation de la zone affectée thermiquement ..... 37

#### 4.5.2 Caractérisation de la zone fondue ..... 38

## **Conclusion générale ..... 40**

<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>41</b>
--	-----------

## Liste des figures :

Figure 1-1 Diagramme d'équilibre des alliages binaires du système Fer-Chrome [4]... 13	13
<b>Figure 1-2:</b> Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle $\gamma$ [4]..... 14	14
<b>Figure 1-3:</b> Microstructure d'un acier inoxydable superduplex ( $\alpha$ : ferrite / $\gamma$ Austénite) [10]..... 16	16
<b>Figure 1-4:</b> Diagramme TTT, précipitation possible dans les aciers inoxydables duplex [13]..... 17	17
<b>Figure 1-5:</b> Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite formation des carbures [16]. ..... 18	18
<b>Figure 2-1 :</b> Schéma d'une courbe de polarisation intensité / potentiel [20]..... 22	22
<b>Figure 2-2:</b> Courbe $\log   I   = f(E)$ et droites de Tafel.[19]. ..... 23	23
<b>Figure 3-1:</b> Représentation schématique du mode de prélèvement des échantillons à partir du tube soudé. .... 26	26
<b>Figure 3-2:</b> Principe du microscope optique piloté par ordinateur. .... 27	27
<b>Figure 3-3:</b> VoltaLab 40 (PGZ301) utilisé..... 29	29
<b>Figure 3-4:</b> Fenêtre principale de VoltaLab VoltaMaster4..... 30	30
<b>Figure 3-5:</b> La fenêtre "Cell setup" du logiciel VoltaMaster4..... 30	30
<b>Figure 4-1:</b> Micrographie de métal de base ..... 33	33
<b>Figure 4-2:</b> Micrographie de la ZF et de la ZAT. .... 33	33
<b>Figure 4-3:</b> Micrographie de la ZF..... 34	34
<b>Figure 4-4:</b> Taux de ferrite mesuré : (a) ZAT ; (b) MB..... 35	35
<b>Figure 4-5:</b> Image traitée par « IMAGE J » pour le MB. .... 35	35
<b>Figure 4-6:</b> Image traitée par « IMAGE J » pour la ZAT. .... 36	36
<b>Figure 4-7:</b> l'échantillon de ZAT à traiter avec 0.36 cm <sup>2</sup> de surface ..... 37	37
<b>Figure 4-8:</b> courbe de TAFEL pour la ZAT..... 37	37
<b>Figure 4-9:</b> les résultats fournis par le logiciel pour la ZAT..... 37	37
<b>Figure 4-10:</b> l'échantillon de ZF à traiter avec 0.56 cm <sup>2</sup> de surface ..... 38	38
<b>Figure 4-11:</b> courbe de TAFEL pour la ZF..... 38	38
<b>Figure 4-12:</b> les résultats fournis par le logiciel pour la ZF..... 38	38

## liste des tableaux

<b>Tableau 1-1</b> :Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes [4]. .....	12
<b>Tableau 3-1</b> :Composition chimique du métal de base.....	25
<b>Tableau 3-2:Propriétés mécaniques de métal de base.</b> .....	25
<b>Tableau 3-3</b> :La composition chimique du sable du Sahara algérienne .....	28
<b>Tableau 4-1</b> :Tableau illustrant les résultats de l'estimation du taux de ferrite par ferritoscopie et par traitement d'image.....	36

## **Introduction générale**

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

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

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

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

On va étudier dans ce travail les caractéristiques microstructurales et électrochimiques d'un joint de soudure réalisé d'une combinaison d'acier austéno-ferritique (super duplex) de type **A790-S32750**, avec un métal d'apport de même type par les procédés de soudage **GTAW (TIG)** et **SMAW**.

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

Pour cela nous avons procédé à :

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

- La caractérisation électrochimique qui est basée sur la réalisation des essais électrochimiques dans une solution 8% NaCl en utilisant le voltamètre de **l'école nationale polytechnique** pour voir le comportement de la zone affectée thermiquement (ZAT) et de la zone fondue (ZF) par rapport au métal de base(MB).

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

## 1.1 Introduction

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

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

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

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

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

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

## 1.2 Etude des aciers inoxydables

### 1.2.1 Etat structural

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

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

Ces transformations qui sont réversibles peuvent se résumer suivant le tableau I.1 [4].

**Tableau 1-1** : Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes [4].

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

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

- **Eléments alphagènes**

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

- **Eléments gammagènes**

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

## 1.2.2 Diagrammes de phases

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

### 1.2.3 Système Fe-Cr

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer-chrome (figure I.1) montre que l'existence de la phase  $\gamma$  est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle  $\gamma$  » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique, favorise le développement du domaine  $\alpha$  [4].

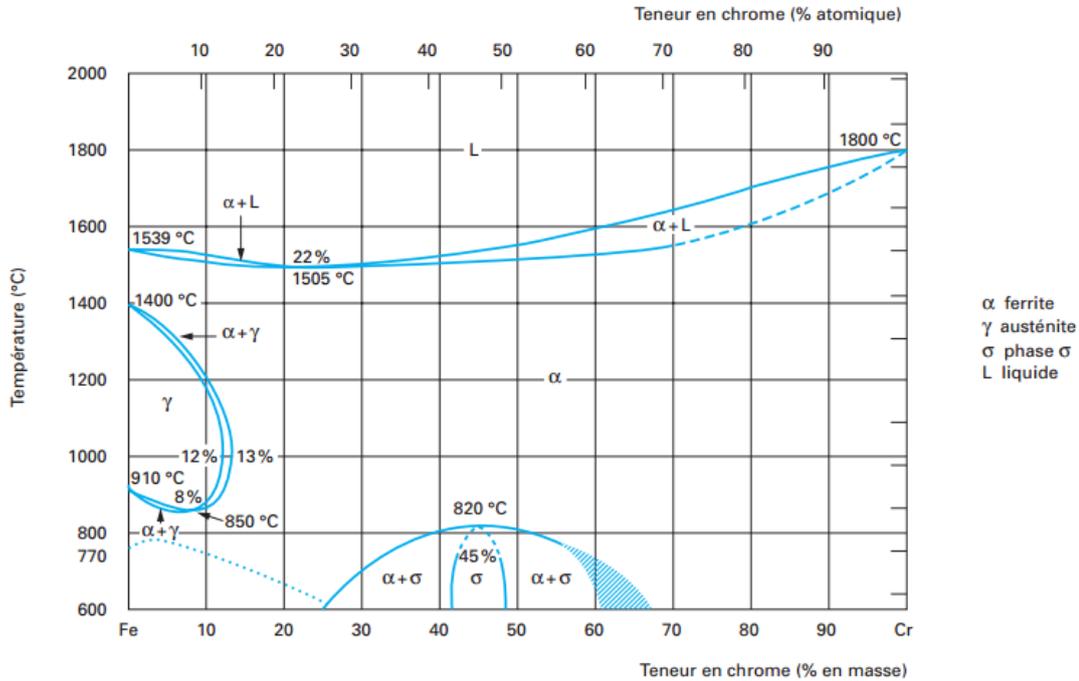


Figure 1-1 Diagramme d'équilibre des alliages binaires du système Fer-Chrome [4].

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

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

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

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

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

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

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

L'étendue du domaine  $\gamma$  est fortement influencée par d'autres éléments d'addition dont certains sont alphagènes (Mo, Si, Ti, Nb, V, W, Al) et d'autres sont gammagènes élargissant le domaine austénitique (Ni, C, N, Co, Mn, Cu) [4].

### 1.2.4 Système Fe-Cr-Ni

Le nickel est un élément gammagène qui fait élargir le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure I.4 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle  $\gamma$  vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel.

L'effet gammagène du nickel est cependant beaucoup plus faible que celui du carbone. Si, par convention, l'effet gammagène du nickel est affecté d'un coefficient égal à l'unité, celui du carbone est généralement affecté d'un coefficient égal à 30 [4].

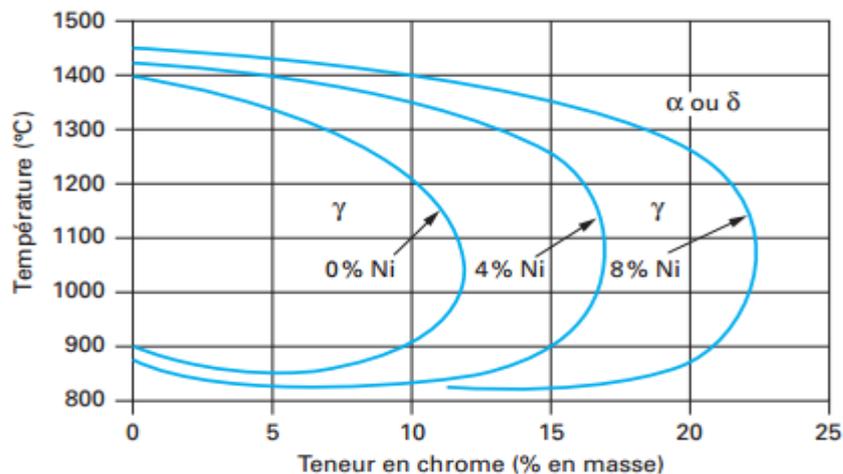


Figure 1-2: Coupes du diagramme ternaire fer-chrome-nickel pour des teneurs croissantes en nickel. Influence du nickel sur l'extension de la boucle  $\gamma$  [4].

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

### 1.3.1 Les éléments alphagènes

#### Le Chrome :

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

#### Le molybdène :

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

#### Le silicium :

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

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

#### **Le tungstène :**

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

### **1.3.2 Les éléments gammagènes**

#### **Le nickel :**

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

#### **Le cuivre :**

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

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

#### **Le carbone :**

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

Pour des raisons de corrosion chimique, la teneur en C est dans la plupart des cas maintenue très basse. Il provoque la formation de carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  en diminuant la résistance à la corrosion intergranulaire.

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

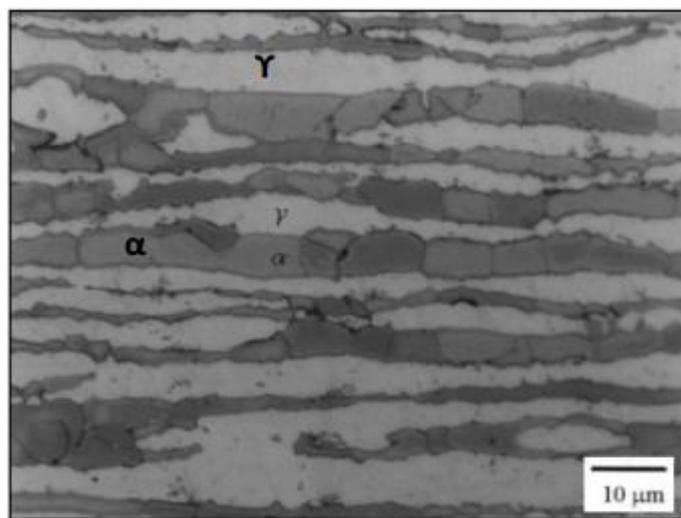
Stabilisateur d'austénite. Il agit comme le carbone. La solubilité de l'azote augmente dans les aciers au Cr et au Cr-Ni avec l'accroissement de la teneur en Cr.

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

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

Les aciers austéno-ferritiques sont des mélanges biphasés ferrite et austénite. Ces aciers sont communément appelés aciers « duplex ». Les aciers duplex sont obtenus par trempe depuis une structure mixte austénite-ferrite [9].

Lors de la solidification, la phase ferritique apparaît d'abord et la phase austénitique germe ensuite dans la ferrite. La structure finale se compose donc de grains d'austénite dans une matrice ferritique comme le montre la figure I.4 [10].



**Figure I-3:** Microstructure d'un acier inoxydable superduplex ( $\alpha$  : ferrite /  $\gamma$  Austénite) [10].

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

La microstructure et les fractions volumiques des deux phases dépendent de la composition chimique en éléments d'alliage, des conditions d'élaboration et des traitements thermiques. Après élaboration, les aciers inoxydables duplex subissent une hypertrempe qui consiste en un maintien à une température comprise entre 1000 et 1150°C pendant une heure, suivi d'un refroidissement à l'eau.

Le maintien à haute température est destiné à mettre tous les éléments d'alliage en solution solide dans la matrice austéno-ferritique, de manière à éviter les phases intermétalliques et les précipités. La teneur en ferrite augmente avec la température d'hypertrempe [11].

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

- D'une part celle-ci présente des vitesses de diffusion plus élevées. Les éléments d'alliage comme le Cr et le Mo diffusent dans la ferrite cent fois plus rapidement que

dans l'austénite, cela est principalement la conséquence de la faible compacité de la ferrite (réseau C.C) par rapport à l'austénite (réseau C.F.C).

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

### 1.4.1 Transformations structurales consécutives à un traitement thermique

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

- ✓ Celles se produisant au-dessus de 1050 °C (Cette transformation peut présenter une structure de type Widmanstätten ou ferrite aciculaire).
- ✓ Celles se produisant dans l'intervalle 600-1050 °C (précipitation des carbures et des nitrures et formation des phases intermétalliques).
- ✓ Celles se produisant en dessous de 600 °C (Les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter un phénomène de fragilisation à température inférieure à 600 °C) [12].

### 1.4.2 Précipitation des phases secondaires

En exposant les aciers inoxydables duplex à des températures inférieures à 1000°C plusieurs transformations peuvent se produire au niveau de la microstructure. Ces transformations peuvent être divisées en deux groupes selon les intervalles de température dans lesquels elles se produisent comme montré sur la figure I.14.

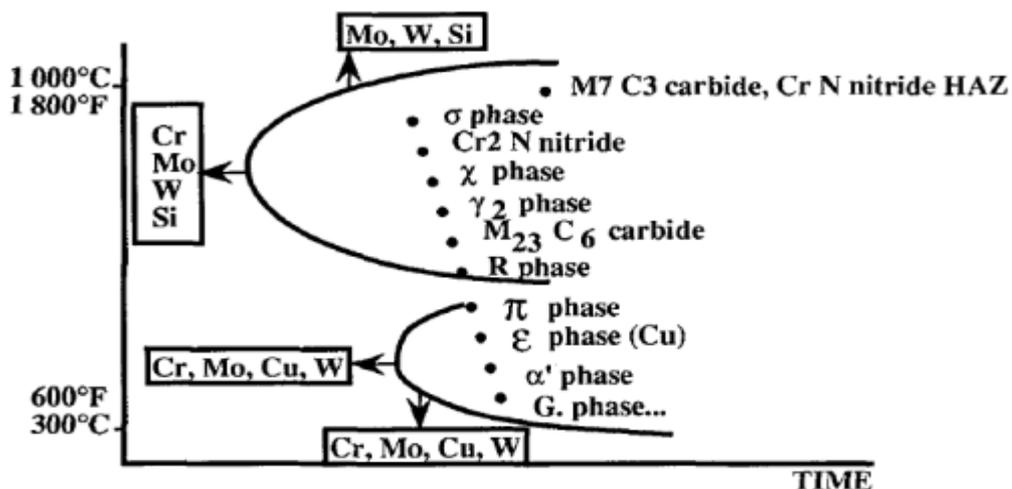


Figure I-4: Diagramme TTT, précipitation possible dans les aciers inoxydables duplex [13].

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

Une séparation spontanée de la ferrite en deux phases non miscibles à 475°C forme une structure submicronique de deux phases alpha  $\alpha$  et alpha prime  $\alpha'$ , (riche en chrome). Cette dernière favorise la précipitation du nitrure  $\text{Cr}_2\text{N}$  sous forme d'un réseau aiguillé.

Une phase appelée phase G peut se générer à l'interface  $\alpha/\alpha'$  après de longues heures de maintien à une température entre 300 et 400°C avec un enrichissement local en Si et Ni.

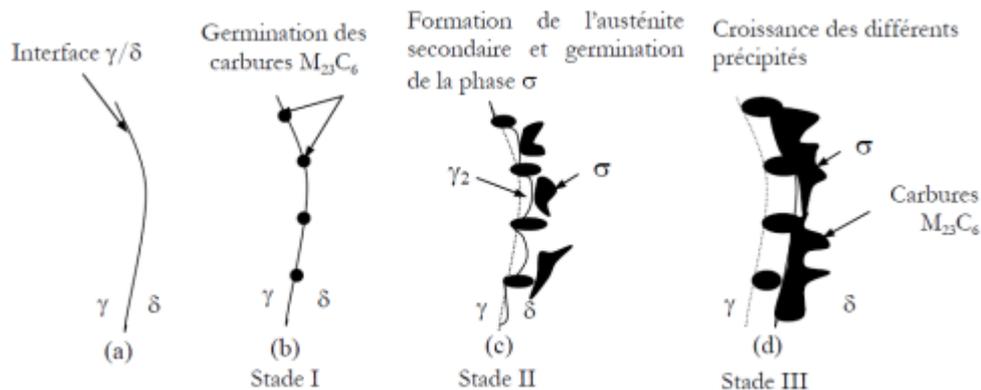
La présence du cuivre dans l'alliage produit un durcissement complémentaire en lien avec la précipitation de la phase  $\epsilon$  très riche en Cu dans la ferrite [13, 14, 15].

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

- **Les carbures**

La plupart des duplex contiennent un bas taux de carbone. Malgré cela et à cause de sa grande mobilité les précipitations de carbure se produisent en priorité par rapport aux autres phases. Dans les carbures de type  $M_{23}C_6$ , l'élément M est principalement le chrome, partiellement substitué par le Fe, Mo ou le Ni, il se précipite entre 900 et 700°C lors des courtes expositions (inf à 0.5h) mais aussi après de longues expositions à des températures allant de 550 à 700°C.

Les carbures se précipitent principalement et préférentiellement aux joints de grains à l'interface ferrite/austénite suivant la réaction eutectoïde :  $\alpha \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma_2$ , causant la migration de l'interface  $\alpha/\gamma$  dans le sens de la ferrite. La zone de ferrite proche de l'interface se transforme en austénite secondaire du fait que cette zone s'appauvrit en chrome et la résistance à la corrosion est affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. Le mécanisme de la formation de ces précipitations est montré schématiquement sur figure I.15.



**Figure I-5:** Illustration schématique des différents stades de la décomposition de la ferrite formation des carbures [16].

- **Les nitrures**

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

La précipitation des nitrures de Chrome de type  $Cr_2N$  se produit généralement dans les joints de grains où l'austénite est sursaturée en azote dans le même intervalle de

température de la précipitation des carbures. Ces deux précipitations peuvent se produire simultanément.

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

Les nitrures Cr<sub>2</sub>N, de structure hexagonale dont la taille tend à augmenter avec leur diminution de la vitesse de refroidissement, et les nitrures CrN, de structure cubique, ont été aussi observés dans la ZAT des aciers duplex. Le vanadium, le fer et le molybdène sont ajoutés pour stabiliser ces nitrures et peuvent partiellement se substituer au chrome des Cr<sub>2</sub>N.

- **La phase  $\sigma$**

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

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

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

Notons que la formation de phase  $\sigma$  concerne également la ferrite des aciers inoxydables austéno-ferritiques et même les aciers austénitiques à forte teneur en éléments d'alliage [17,18].

## 1.5 Conclusion

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

***Chapitre2 : caractérisation  
électrochimique***

## Chapitre 2 *Caractérisation électrochimique*

### 2.1 La corrosion des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont définis inoxydables parce que dans un environnement oxydant, même en contact avec l'air qui contient de l'oxygène, il se forme sur leur surface une couche protectrice d'Oxygène adsorbé. La formation de cette couche est appelé "couche de passivation" [19].

Ce phénomène sur l'acier inoxydable, dans des conditions idéales, se produit naturellement et immédiatement. Dès que ce métal est entaillé ou découpé, en enlevant une partie, la couche de protection est immédiatement régénérée (si les conditions persistent) [19].

### 2.2 Principaux types de corrosion qui affectent les aciers Inoxydables :

- **La corrosion par piqure (pitting) :**

La corrosion par piqûre, appelé aussi "pitting corrosion" est une corrosion localisée qui se manifeste superficiellement avec de petits trous, dans certains cas invisibles à l'œil humain, ils sont entourés par un halo de couleur foncée et par une série de cavité sous adjacente qui se développent en profondeur [20].

- **Corrosion intergranulaire:**

C'est un type de corrosion provoquée par des agents agressifs qui attaquent les bords des grains de l'acier inoxydable si, après l'apparition d'événements thermiques, ils se révèlent être sensibilisés.

### 2.3 Exploitation des courbes de polarisations

#### 2.3.1 Potentiel d'abandon

C'est le potentiel pris par une électrode au contact d'une solution d'électrolyte, si l'électrolyte est constitué par l'ion métallique, c'est un potentiel d'équilibre donné par la loi de Nernst. Si l'électrolyte ne contient pas l'ion du métal c'est un potentiel mixte qui n'a rien à voir avec un potentiel d'équilibre. Dans les deux cas si le potentiel appliqué est supérieur au potentiel d'abandon, la vitesse de corrosion croît, s'il est inférieur, elle décroît.

#### 2.3.2 Polarisation

Cette méthode est basée sur le phénomène de polarisation électrochimique pour déterminer le courant de corrosion. Les courbes de polarisation sont obtenues soit par la méthode potentiocinétique ou par la méthode intensiocinétique. Ces deux méthodes exigent l'utilisation d'un montage comprenant trois électrodes: une électrode de travail (métallique), une électrode de référence (au calomel saturé "ECS") et une électrode auxiliaire (en platine).

La méthode potentiocinétique consiste à appliquer un potentiel variable à l'électrode métallique par rapport à l'électrode de référence et à mesurer l'intensité de courant qui circule entre l'électrode métallique et l'électrode auxiliaire.

Avec la méthode intensiocinétique, c'est le courant qui est imposé et la variation de potentiel de l'échantillon est mesurée pour chaque valeur de courant correspondant.

Chacune des réactions anodique et cathodique est représentée par une courbe de polarisation

$$E = f(\log i)$$

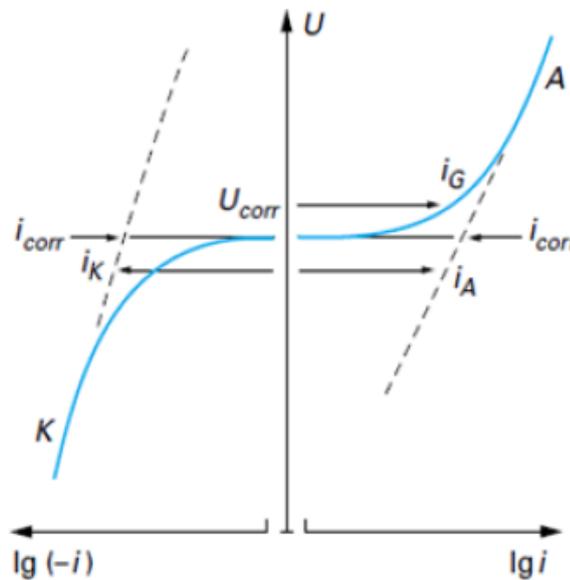
Ces courbes traduisent les mécanismes de polarisation qui gouvernent ces réactions [20].

### 2.3.3 Tracé des courbes de polarisation :

Des réactions électrochimiques se déroulent à la surface de l'électrode de travail sont gouvernées par une surtension  $\eta$  appliquée. Qui est l'écart entre le potentiel électrode/solution  $E$  et le potentiel libre de la réaction  $E_{eq}$ .

L'intensité du courant à travers ce matériau est en fonction du potentiel  $E$ . représentée par une courbe  $I=f(E)$  sur la figure (), cette intensité est la somme des courants des réactions électrochimiques se produisent à la surface de l'électrode de travail.

Les courbes de polarisation (figure 2.1) sont déterminées en appliquant un potentiel entre les deux électrodes l'une de travail ET et l'autre de référence ER. Un courant stationnaire s'établit après un certain temps. Il est mesuré entre l'électrode de travail et une électrode auxiliaire EA (ou contre électrode CE) [20].



**Figure 2-1** : Schéma d'une courbe de polarisation intensité / potentiel [20].

#### ➤ Loi de Tafel :

La loi de Tafel exprime une linéarité entre la surtension ( $\eta$ ), qui peut se définir comme étant une variation de la différence de potentiel métal-solution dû à l'effet d'un courant électrique, et le logarithme de la densité de courant ( $i$ ) par la relation suivante :

Avec  $\eta \gg 0$  dans le domaine anodique :

$$I = I_{corr} * \exp \left[ \alpha n F \frac{E - E_{corr}}{RT} \right]$$

$$\ln I = \ln I_{corr} + \left[ \alpha n F \frac{E - E_{corr}}{RT} \right]$$

Et on obtient alors :

$$E - E_{corr} = (\ln I - \ln I_{corr}) \frac{RT}{\alpha nF}$$

On remarque une relation linéaire qu'on peut écrire sous la forme :

$$\eta = \alpha + \beta a \cdot \log I$$

$\beta a$  : coefficient de Tafel anodique : pente anodique

$$\beta a = \frac{RT}{(1 - \alpha)nF}$$

$\beta c$  : coefficient de Tafel cathodique : pente cathodique

$$\beta c = \frac{RT}{(1 - \alpha)nF} = -2,3RT \frac{1}{1 - \alpha}$$

$$i = i_o \cdot \exp(\eta / \beta a) - i_o \cdot \exp(\eta / \beta c)$$

$i_o$  : densité de courant d'échange.

C'est la forme la plus courante de l'équation de BV, exprimée en fonction des coefficients de Tafel (figure2.2)[21].

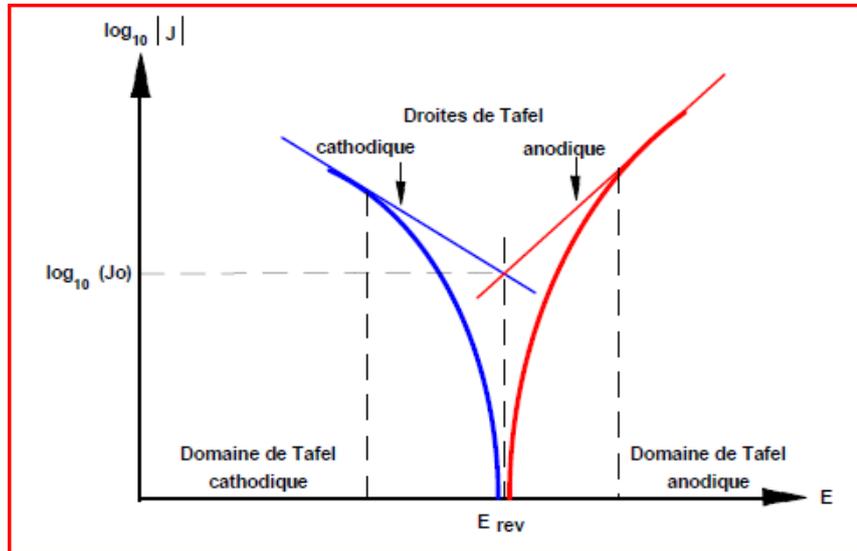


Figure 2-2: Courbe  $\log | I | = f(E)$  et droites de Tafel.[19].

## ***Chapitre 3 : Techniques expérimentales***

## Chapitre 3 Techniques expérimentales

### 3.1 Introduction

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

### 3.2 Matériaux utilisés

#### 3.2.1 Métal de base

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

*Tableau 3-1:Composition chimique du métal de base.*

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

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

*Tableau 3-2:Propriétés mécaniques de métal de base.*

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

#### 3.2.2 Métal d'apport

Pour la réalisation des différentes soudures, nous avons utilisé un métal d'apport de nuance identique au métal de base pour le soudage **TIG** et pour le soudage **SMAW**.

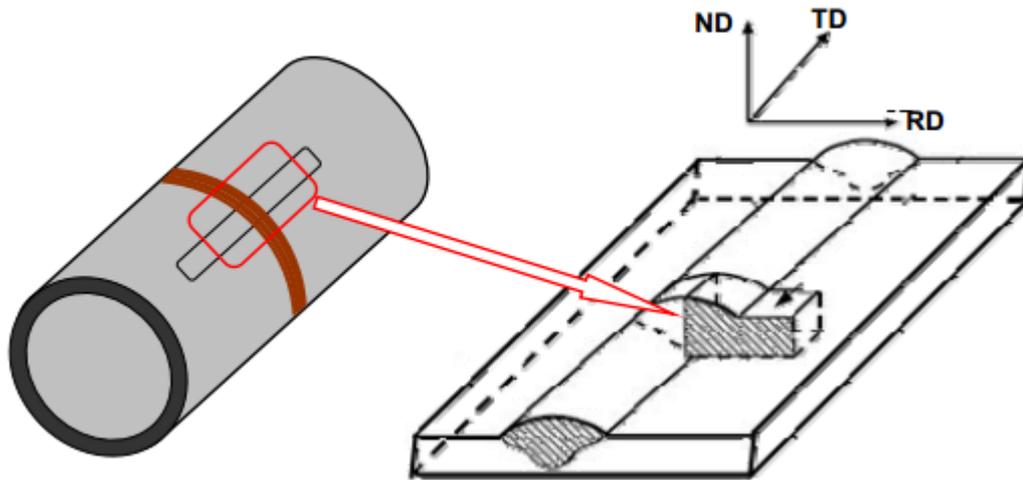
### 3.3 Caractérisation structurale

#### 3.3.1 Méthode de prélèvement

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

Le sens de soudage correspond à la direction TD de l'échantillon. Le sens de prélèvement de l'échantillon par rapport aux directions RD, TD et ND est représenté schématiquement dans la figure III.3. Ce mode de prélèvement a été adopté pour toutes les observations microscopiques effectuées dans ce travail.

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



**Figure 3-1:** Représentation schématique du mode de prélèvement des échantillons à partir du tube soudé.

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

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

- **Mécanisme de l'attaque électrolytique**

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

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

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

**L'attaque électrolytique au NaOH**

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

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

### 3.4 Observations microscopiques

#### • Observation au microscope optique

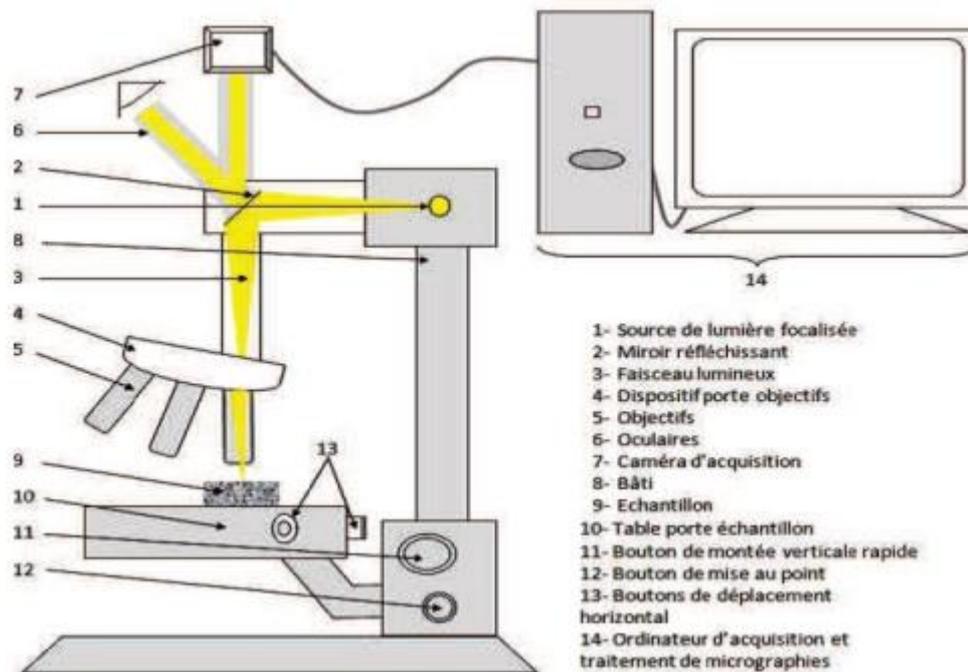
La microscopie permet grâce à l'utilisation de microscopes d'observer des objets trop petits pour être vus à l'œil nu en fournissant des images agrandies.

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

**Principe :** L'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle située à l'infini (figure 3.2).

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

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



**Figure 3-2:** Principe du microscope optique piloté par ordinateur.

La microscopie électronique à balayage est une puissante technique d'observation de la topographie des surfaces. Son utilisation dans l'analyse des microstructures des aciers présente l'avantage d'obtenir des résolutions nettement supérieures à celles obtenues en microscopie optique. Cette technique est basée principalement sur la

détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau d'électrons primaires qui balaye la surface à observer et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ.

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

### 3.5 Suivre électrochimique

#### 3.5.1 Introduction

Afin de comprendre les effets des différentes manipulations sur nos échantillons et leurs comportements avec le milieu corrosif, on utilise l'électrochimie pour avoir des repères de comparaison.

#### 3.5.2 Le milieu corrosif choisi

Les échantillons ont été prélevés d'une pipe destinée au transport du gaz avec une grande pression, qui va être installée dans des régions du Sahara algérienne.

Le gaz transporté ne contient aucun élément corrosif. C'est la raison de l'absence des couches protectrices à l'intérieur des pipes ; Cependant, le sable du Sahara et un élément très corrosif, avec la présence de presque 8% de NaCl dans sa composition chimique (voir tableau 3.3).

Pour cela on a choisi un milieu corrosif salin, représenté par une solution à 8% du NaCl.

**Tableau 3-3:** La composition chimique du sable du Sahara algérienne

Elément	Pourcentage
SiO <sub>2</sub>	21.26
(CaMg)(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	14.58
CaCO <sub>3</sub>	14.21
Si <sub>3</sub> O <sub>4</sub> et Al <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	9.10
NaCl	7.99
Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	7.89

#### 3.5.3 Installation et matériels utilisés

##### ➤ VoltaLab 40 (PG301)

VoltaLab 40 (Figure 3.3) est un système qui offre une compensation dynamique contrôlée par la mesure de l'impédance. Comme c'est le potentiostat le plus facile à utiliser et le plus polyvalent "tout-en-un" sur le marché, il est idéal pour la spectroscopie d'impédance électrochimique combinée à des méthodes classiques telles que la voltamétrie.

L'électrode de référence est une électrode au calomel saturée en KCl (appelé ECS), est composée de mercure métallique (Hg) en contact avec du calomel, lui-même en équilibre avec une solution de KCl saturée. On peut en déterminer le potentiel grâce à un fil de platine plongeant dans le mercure. Le potentiel pris par l'électrode dépend uniquement de la concentration en ions chlorure.

Le potentiel de l'électrode au calomel est donc fixé par la concentration de la solution de KCl dans laquelle elle baigne : concentration molaire, décimolaire, ou saturée.

Le potentiel de l'ECS à 25 °C par rapport à l'électrode normale à hydrogène est de  $E = 0,2412 \text{ V}$  à 25 °C.

L'électrode auxiliaire est en platine, et il sert au passage du courant dans la cellule.



*Figure 3-3: VoltaLab 40 (PGZ301) utilisé*

➤ **Logiciel : VoltaMaster 4**

VoltaLab vient avec son logiciel VoltaMaster (Figure 3.4) un logiciel dédié aux différentes versions et équipements de VoltaLab. Il permet de manipuler les différents paramètres de la machine ainsi que la supervision et le suivi des différentes opérations (dites séquences) lancées par l'utilisateur. Il permet d'étudier plusieurs techniques, tels que :

- La détermination du potentiel libre ;
- la voltamétrie ;
- Impédance ;
- Corrosion ...etc.

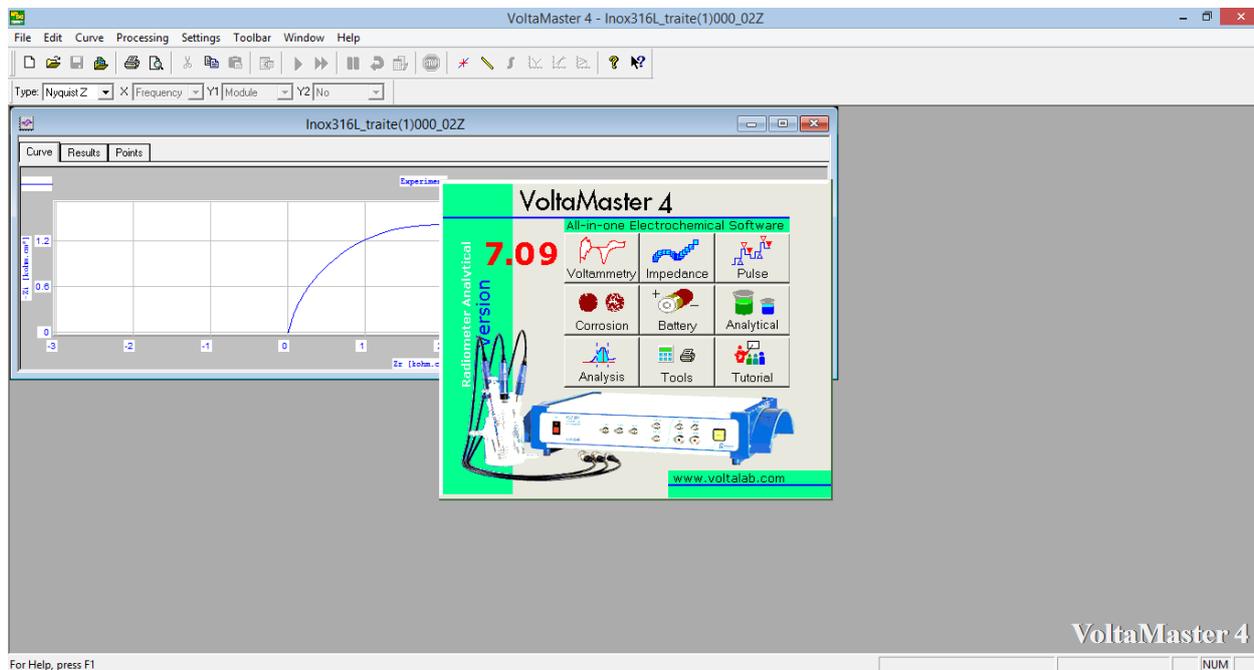


Figure 3-4: Fenêtre principale de VoltaLab VoltaMaster4

### ➤ Réglage de la cellule

En ouvrant une séquence (figure 3.5), VoltaLab nous donne la capacité de régler les paramètres de la cellule. Le réglage se fait par la fenêtre "Cell setup" présente sous le menu "Settings", et ça concerne les paramètres suivants :

1. Type d'électrode : pour notre cas l'ECS.
2. Electrode de travail :
  - a. Surface de travail
  - b. Masse atomique du matériau
  - c. Valence du matériau
  - d. Densité du matériau
3. Surface de l'électrode auxiliaire

Pour nos essais, tous les paramètres sont constants, sauf la surface de l'électrode de travail, qui varie selon la surface de l'échantillon.

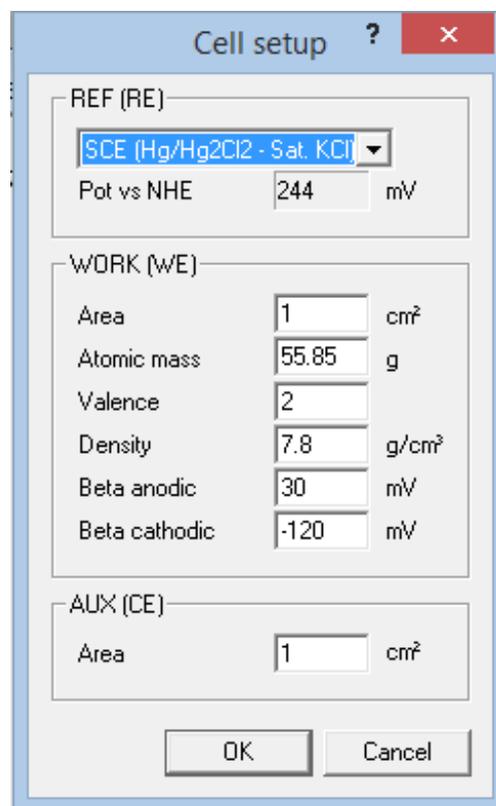


Figure 3-5: La fenêtre "Cell setup" du logiciel VoltaMaster4

## ***Chapitre 4 : Résultats et discussion***

## Chapitre 4 Résultats et discussion

### 4.1 Introduction

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

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

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

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

### 4.2 Résultats des caractérisations structurales

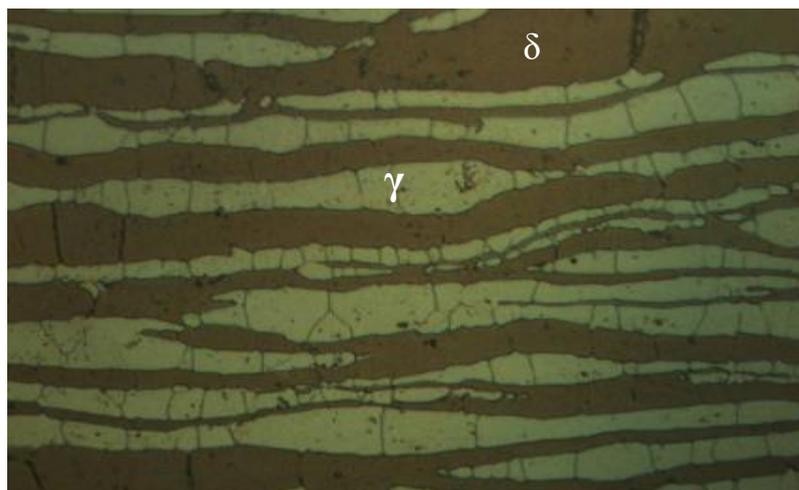
L'objectif de cette étude est de révéler, observer et interpréter la macrographie et surtout la microstructure du matériau étudié en utilisant le microscope optique et le microscope électronique à balayage. En effet, les relations entre les propriétés d'emploi et les structures sont primordiales dans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

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

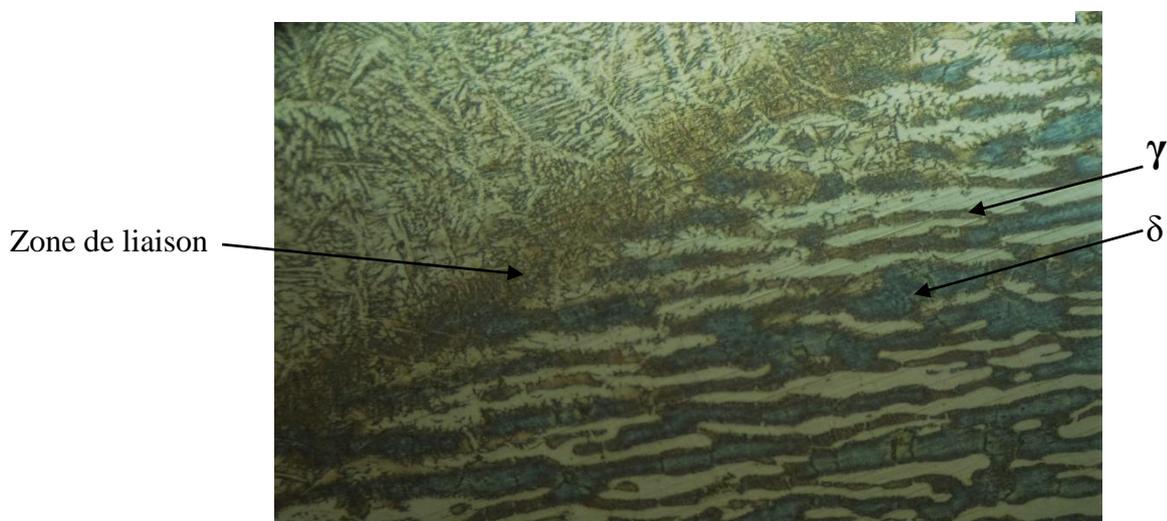
### 4.3 Micrographie

#### 4.3.1 Examen au microscope optique

Dans cette partie nous allons mettre en évidence les différentes micrographies afin de déterminer les microstructures dans les différentes zones du cordon de soudure. On a appliqué l'attaque chimique de 40%  $\text{HNO}_3$  sur l'échantillon utilisé afin de pouvoir révéler la microstructure des différentes zones à l'aide d'un microscope optique.



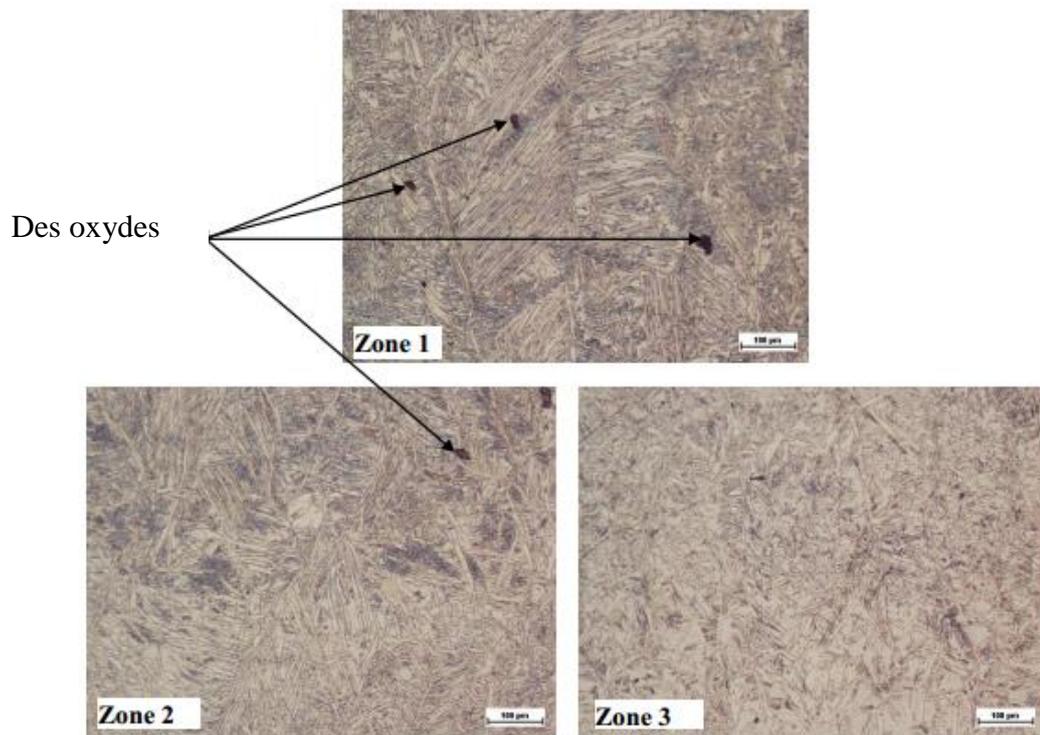
**Figure 4-1:** Micrographie de métal de base



**Figure 4-2:** Micrographie de la ZF et de la ZAT.

La figure 4.1 représente une structure biphasée, d'austénite  $\gamma$  et de ferrite  $\delta$ . Les proportions de ces deux phases sont à peu près égales (50%  $\gamma$  et 50%  $\delta$ ). La forme allongée des grains est due à l'opération de laminage pendant la mise en forme des pipes. On notera aussi la présence de macles dans les grains.

La figure 4.2 donne une vue d'ensemble des trois zones de la soudure. la zone affectée thermiquement est de faible épaisseur et sépare deux microstructures fondamentalement différentes. Il est important de souligner la différence du comportement entre les bandes ferritiques et les bandes austénitiques ; La finesse des grains ferritiques dans la ZAT prouve que ces bandes ont subi une fusion plus accentuée que celle des bandes austénitiques, ce phénomène s'explique par le fait que la conductivité thermique de la ferrite est plus élevée que celle de l'austénite. On remarque également un léger grossissement des grains ferritiques, cette transformation est due aux cycles de chauffage et de refroidissement qu'elle subit à chaque passe réalisée lors du soudage.



**Figure 4-3:**Micrographie de la ZF.

Zone1 : passe de pénétration

Zone2 : passe de bourrage

Zone 3 : passe de finition

La microstructure de la zone fondue est une microstructure en aiguilles (dendritique) de Widmanstätten, issue d'une germination de la ferrite avec une grande vitesse, l'austénite est amorcé sous forme d'ilots dans une matrice ferritique.

Lorsque le soudage est réalisé en plusieurs passes comme c'est le cas pour notre soudure, un cycle thermique (recuit, revenue) provoque des modifications de la morphologie des grains. Ce phénomène se produit plusieurs fois selon le nombre de passes. Cependant, les traitements thermiques que subit la zone fondue peuvent induire des phénomènes de précipitation complexes si la température et la vitesse de refroidissement ne sont pas bien contrôlées

## 4.4 Estimation du taux de ferrite

### 4.4.1 Ferritoscopie

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

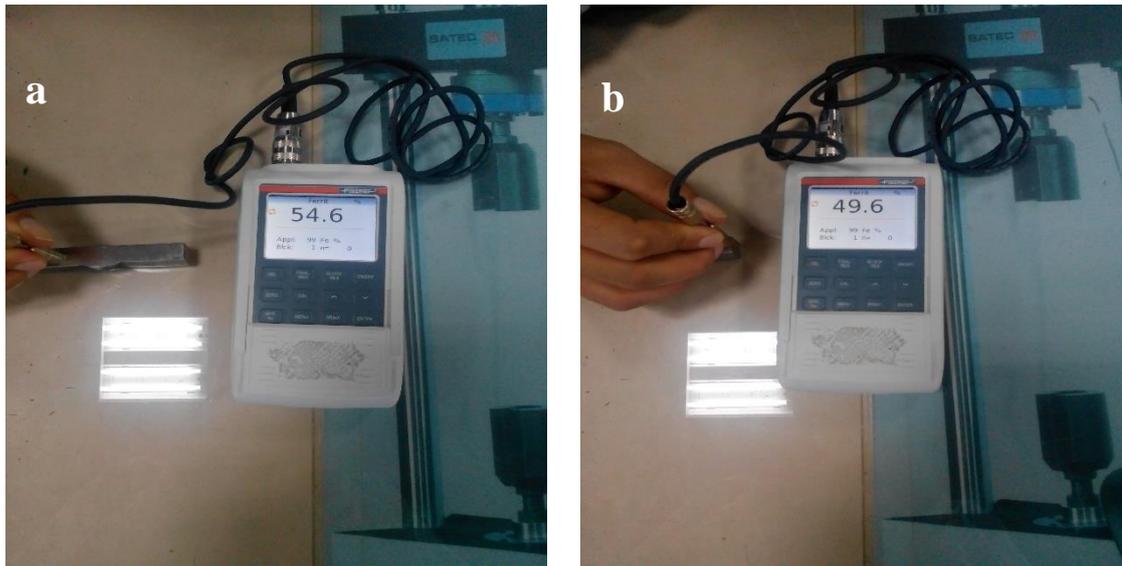


Figure 4-4: Taux de ferrite mesuré : (a) ZAT ; (b) MB.

#### 4.4.2 Traitement d'image

La ferrite et l'austénite apparaissent en couleurs différentes, après transformations et en ajustant la luminosité et le contraste on obtient une image binaire, où la ferrite en noir et l'austénite en bleu pour le métal de base (figure IV.14), et la ferrite en noir et l'austénite en blanc pour la ZAT (figure IV.15). Le traitement d'image a été fait à l'aide de l'Image J. les résultats sont représentés sur les figures ci-dessous.

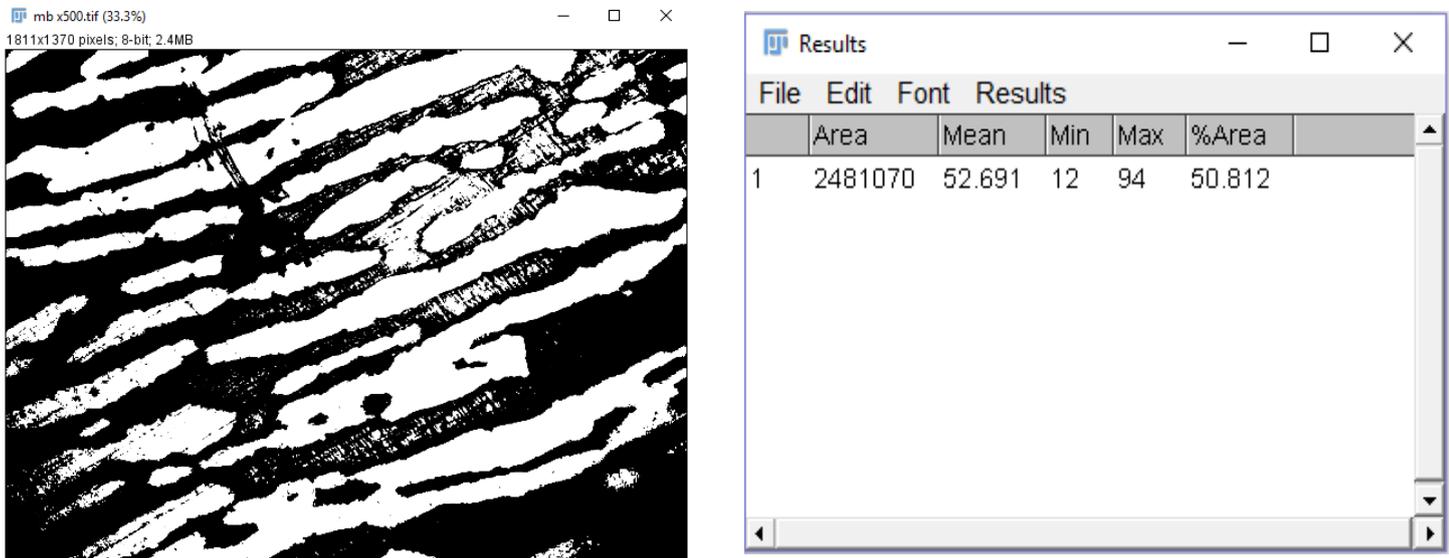
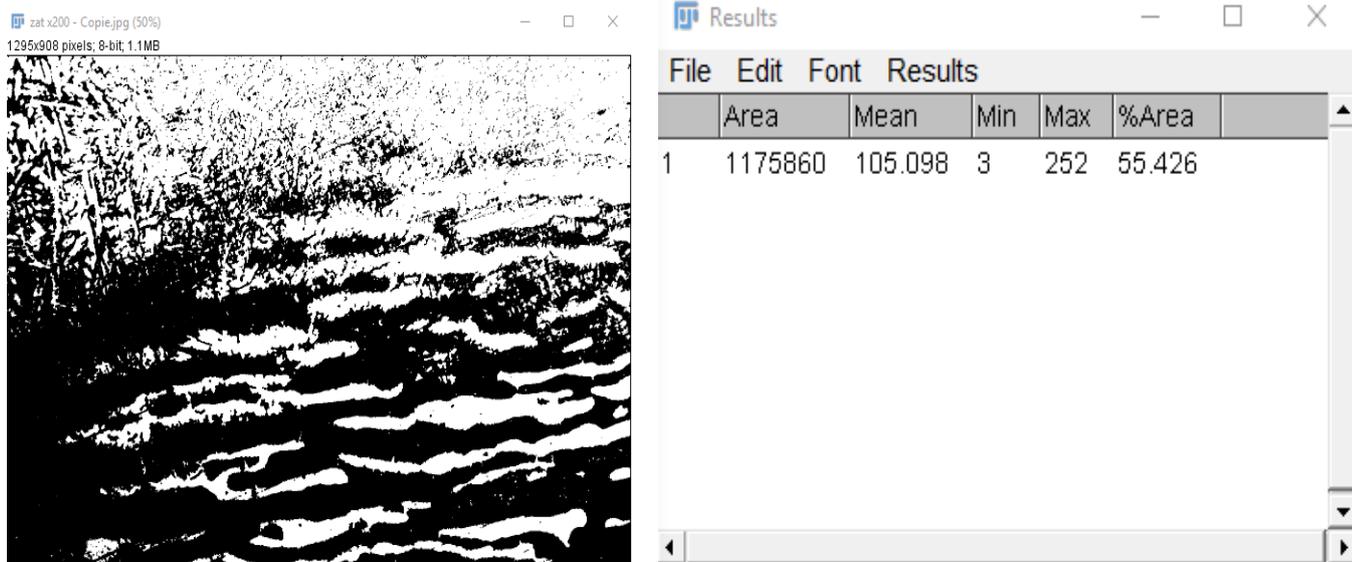


Figure 4-5: Image traitée par « IMAGE J » pour le MB.



**Figure 4-6:** Image traitée par « IMAGE J » pour la ZAT.

les résultats sont résumés dans le tableau 4.1 :

**Tableau 4-1:** Tableau illustrant les résultats de l'estimation du taux de ferrite par ferritoscopie et par traitement d'image.

<i>Zone</i>	<i>Taux de ferrite</i>	
	<i>Traitement d'image</i>	<i>ferritoscopie</i>
<i>ZAT</i>	55.42	54,6
<i>MB</i>	50,81	49,6

D'après ce qui précède, on voit que les pourcentages de ferrite et de l'austénite donnés par l'appareil (49.6% pour la ferrite et 51.4% pour l'austénite) sont acceptables et identiques à celles de l'image J (50.81% pour la ferrite et 49.2% pour l'austénite) ça revient à la précision de ce dernier.

En se rapprochant de la ZAT, le taux de ferrite augmente jusqu'il dépasse 55% et cela est expliqué par la différence de la conductivité thermique des deux phases, la conductivité thermique de la ferrite est plus élevée que celle de l'austénite et donc ça va permettre de former plus de ferrite, de plus les traitements thermiques qu'ont subi les échantillons empêchent la formation de l'austénite à cause de sa grande susceptibilité à la corrosion.

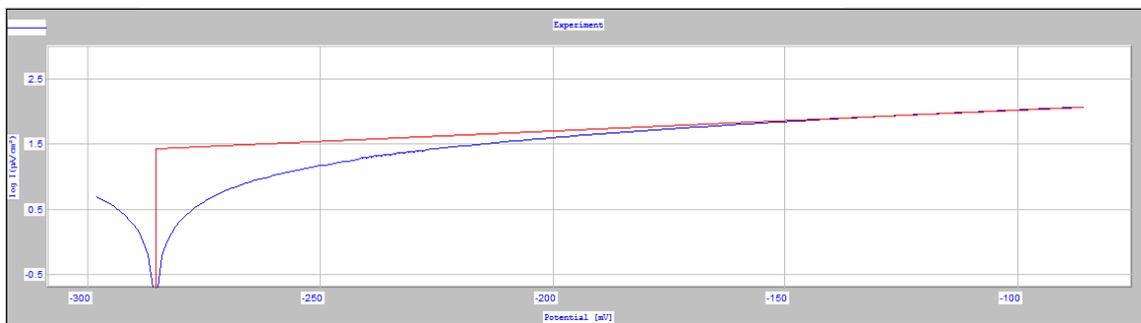
#### 4.5 Caractéristiques électrochimiques

Dans cette partie on va déterminer les différentes courbes de polarisation des 3 zones, courbe de polarisation du métal de base, courbe de polarisation de la ZAT et courbe de polarisation de la zone fondue, de plus on va déterminer à l'aide du logiciel *VoltaMaster4* les différents paramètres des courbes : vitesse de corrosion, résistance à la polarisation...

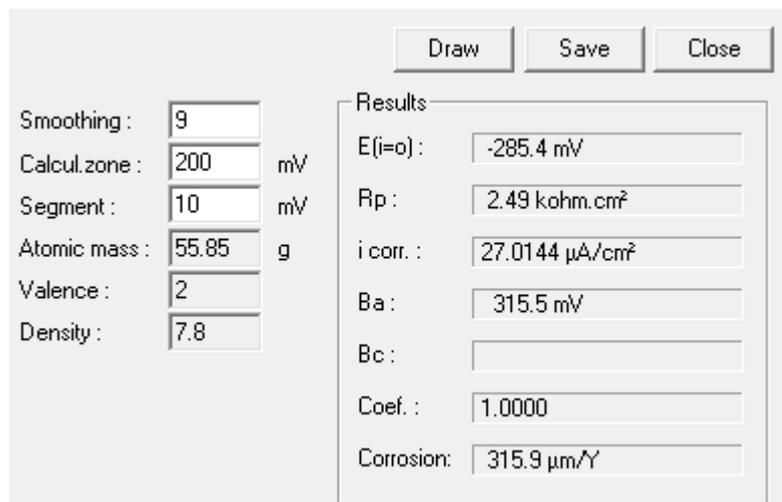
### 4.5.1 Caractérisation de la zone affectée thermiquement



**Figure 4-7:** l'échantillon de ZAT à traiter avec 0.36 cm<sup>2</sup> de surface



**Figure 4-8:** courbe de TAFEL pour la ZAT



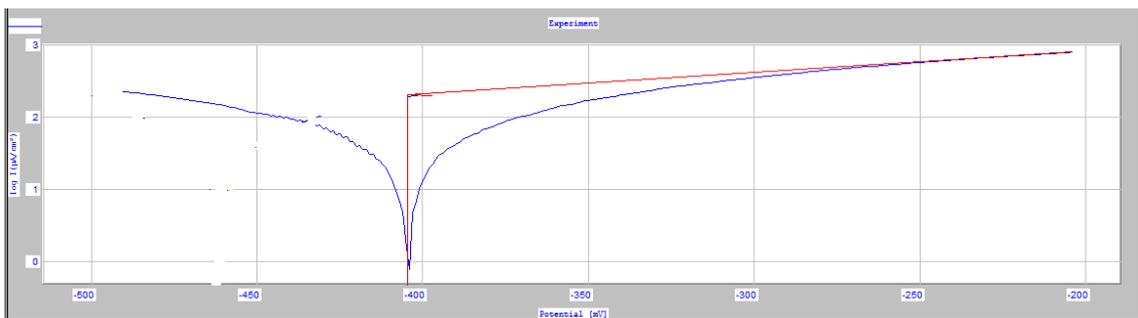
**Figure 4-9:** les résultats fournis par le logiciel pour la ZAT

Dans la figure 4.7 on trouve la surface de la ZAT à attaquer elle est de 0.36 cm<sup>2</sup> sous formes triangulaire, par contre les figures 4.8 et 4.9 représente la courbe de TAFEL et les différentes caractéristiques qu'on peut extraire, le potentiel de corrosion est -285.4 mv et l'intensité de courant de corrosion est de 9.72 µA, il noter que la vitesse de corrosion est de 0.315 mm/an .

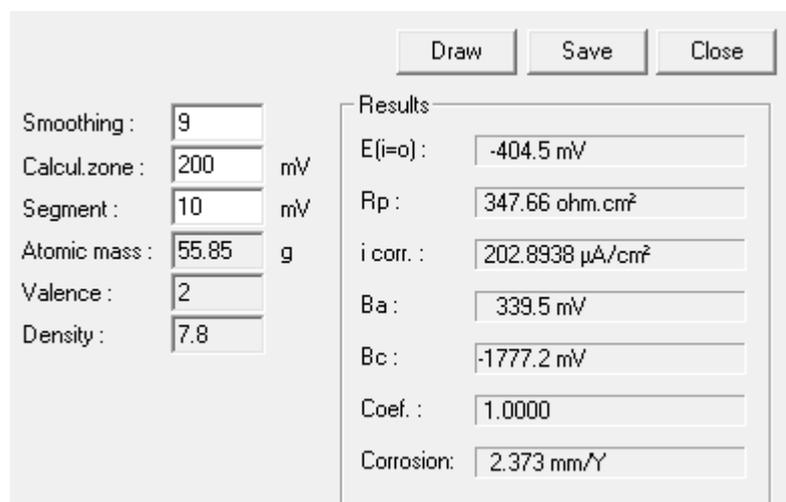
### 4.5.2 Caractérisation de la zone fondue



**Figure 4-10:** l'échantillon de ZF à traiter avec 0.56 cm<sup>2</sup> de surface



**Figure 4-11:** courbe de TAFEL pour la ZF



**Figure 4-12:** les résultats fournis par le logiciel pour la ZF

Dans la figure 10 on trouve la surface de la ZF à attaquer elle est de  $0.56 \text{ cm}^2$  sous formes triangulaire, par contre les figures 4.10 et 4.11 représente la courbe de TAFEL et les différentes caractéristiques qu'on peut extraire, le potentiel de corrosion est  $-404.5 \text{ mv}$  et l'intensité de courant de corrosion est de  $113.61 \mu\text{A}$  et une vitesse de corrosion égale à  $2.373 \text{ mm/an}$ .

d'après ces résultats on peut dire que la zone fondue est plus sensible à la corrosion que la zone affectée thermiquement.

## **Conclusion générale**

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

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

La caractérisation structurale nous a permis de mener à bien l'étude de cette soudure. L'examen micrographique nous a dévoilé la structure métallurgique de la zone fondue, la zone affectée thermiquement et le matériau de base, ce qui nous a permis d'observer les phases présentes.

La caractérisation électrochimique nous a permis de connaître un peu mieux le comportement électrochimique du joint de soudure en effectuant des essais de corrosion dans les différentes zones : la zone de métal de base ; la zone affectée thermiquement et la zone fondue.

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

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

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

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

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

## Références bibliographiques

- [1]. **Michel Colombié et Coll.** "*Matériaux métalliques 2ème édition*". Dunod (2008).
- [2]. **Nathalie LE BOZEC.** "*Réaction de réduction de l'oxygène sur les aciers inoxydables en eau de mer naturelle. Influence du biofilm sur les processus de corrosion*". Mémoire de doctorat. Université de Bretagne Occidentale, Brest, France (2006).
- [3]. **OUALI Naima.** "*Comportement au vieillissement et à la restauration par traitement thermique de l'acier inoxydable austéno-ferritique SAF 2205*". Mémoire de Magister. Université Saad Dahlab, Blida(2012).
- [4]. **Pierre-Jean CUNAT.** "*Aciers inoxydables- Critères de choix et structure*". Techniques de l'ingénieur M4540, (2000).
- [5]. **LAADJEL Samir.** "*Caractérisation microstructurale et mécanique de la soudure hétérogène des aciers inoxydables : Duplex-Austénitique*". Mémoire de PFE, ENP(2006).
- [6]. **Merouane Riad BENAZZOUZ.** "*Caractérisation microstructurale et mécanique d'une soudure hétérogène d'un couple d'aciers inoxydables (duplex / supermartensitique)*". Mémoire de PFE (ENP 2010).
- [7] **Guy David.** "*Les Aciers Inoxydables : propriétés, mise en œuvre, emploi, normes*". Paris(1990).
- [8]. **Pierre-Jean CUNAT.** "*Aciers inoxydables – propriétés. Résistance à la corrosion*". Techniques de l'ingénieur M4541 (2010).
- [9]. **DUDOGNON Julien.** "*Etude des modifications structurales induites par implantation ionique dans les aciers austénitiques*". Mémoire de Doctorat, Université D'Orléans, France (2006).
- [10]. **A. Mateo, L. Llanes, L. Iturgoyen et M. Anglada.** "*Cyclic stress-strain response and dislocation substructure evolution of a ferrite-austenite stainless steel, Acta Materiala*", Vol. 44, 1996.
- [11]. **A. Desestret & J. Charles.** "*Les aciers inoxydables austéno-ferritiques, Les aciers inoxydables*". Paris 1990.
- [12]. **L.COLOMBIER et J. HOCHMANN.** "*Aciers inoxydables, aciers réfractaires*" Paris 1965.
- [13]. **D. M. Stefanescu.** "*Metals Handbook, Volume 6: Welding, Brazing, and Soldering*".1988.
- [14]. **J.O. NILSSON.** "*Super duplex stainless steel*". Materials Science and Technology (July 1992).
- [15]. **Iris Alvarez-Armas & Suzanne Degallaix-Moreuil.** "*Duplex Stainless Steel*" Wiley (2009).
- [16]. **Riad Badji.** "*Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205*". Mémoire de Doctorat. ENP (2008).

[17]. **Abderrezak CHAA.** *"Etude de la déformation plastique par laminage d'un acier inoxydable ferritique"*. Mémoire de Magister. Université Saad Dahlab, Blida(2013).

[18]. **V.Aubin.** *"Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non proportionnel"*. Thèse de doctorat, Université des Sciences et technologies de Lille, 2001.

[19] **D. Landot.** Corrosion et Chimie de Surface des Métaux, Vol12, presses polytechniques et universitaires Romandes, Lausanne, 1993.

[20] **Jacques LECONTE,** Tuyauteries : Protection contre la corrosion, Techniques de l'Ingénieur, traité Génie mécanique, A 830.

[21] **Bernard TRÉMILLON et Gérard DURAND,** Electrochimie lois régissant les processus, Techniques de l'Ingénieur, traité Génie des procédés, J 1 604.