

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et la Recherche Scientifique**

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



وزارة التعليم العالي  
و البحث العلمي  
المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات

**Département Métallurgie**

**Laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux**

**Mémoire de Master**

Réalisé par :

**ZAGAOUI Selma**

**Ingénieur d'Etat en Génie Des Matériaux**

Proposé par :

**Pr. DJEGHLAL Mohamed Lamine**

**Mlle. HACHEMI Hania**

***Thème***

**Influence de la microstructure sur la résistance à la corrosion par piqûration d'une soudure d'un acier inoxydable duplex de nuance 2205 utilisé dans l'industrie pétrolière et gazière.**

**Promotion 2014**



# Remerciement



*Mes premiers remerciements vont à mon encadreur Pr DJEGHLAL Mohamed Lamine, Professeur à l'Ecole Polytechnique d'Alger qui a dirigé mon travail en m'accordant toute sa confiance. Sa gentillesse, sa rigueur scientifique ainsi que ses connaissances dans le domaine de soudage ont été d'une grande importance dans la réussite de cette étude. Plus qu'un Directeur de mémoire je tiens à lui exprimer mon entière gratitude.*

*Ce travail n'aurait pu connaître sa fin sans l'aide de Mlle Hachemi Hania ingénieur de Laboratoire en métallurgie, qui a su avec son expérience orienter ce travail dans les bonnes directions et me proposer des solutions aux différents problèmes que j'ai rencontrés.*

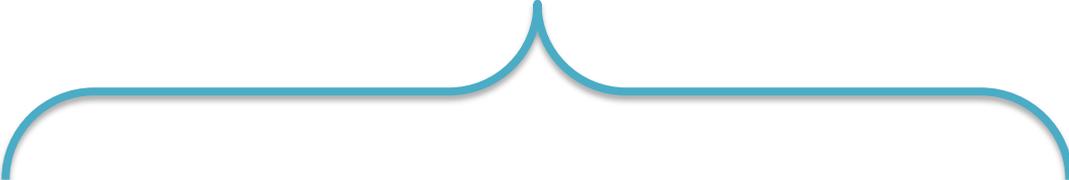
*Je voudrais remercier Mr Kamel ABADLI professeur à l'Ecole Polytechnique d'Alger qui a accepté de présider le jury de cette thèse et pour l'accueil chaleureux qu'il m'a réservé. Je le remercie également pour sa disponibilité et pour les précieux conseils qu'elle n'a cessés de me prodiguer aux moments où ils m'ont été nécessaires.*

*Mes vifs remerciements vont aussi à Mr BELHADEF Ikhlef pour sa gentillesse et pour d'avoir accepté d'être un examinateur de mon mémoire de master, je remercie également Mr KASSER d'avoir accepté de faire partie du jury.*

*Je tiens évidemment à remercier tous mes enseignants de département mécanique pour ses nombreux conseils et leur encouragement le long de mon parcours.*

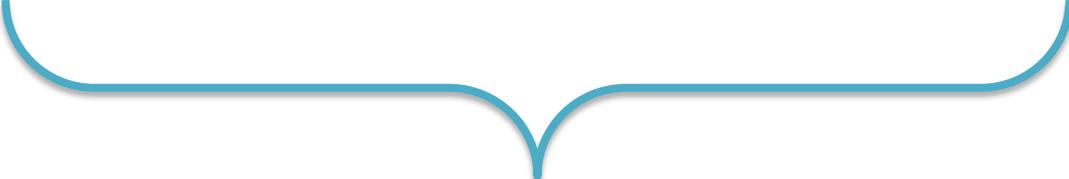
*Je n'oublie pas d'exprimer mes vifs remerciements à toute ma famille : mes parant, mes grands-parents, mes tantes, mes oncles et toute la famille.*

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



*Je dédie ce travail à la personne qui a consacré sa vie pour ma réussite, qui a abandonné tous ses rêves et sa principale préoccupation, était de m'amener au sommet. Mon père, j'espère qu'il sera satisfait de résultat auquel je suis arrivée. Un grand merci du fond du cœur.*

*Selma zagaoui*



# Table des matières

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>i</b>
<b>CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>1</b>
<b>I. 1. Généralités sur les aciers inoxydables .....</b>	<b>2</b>
I. 1. 1. Système Fe-Cr-Ni et Fe-Cr .....	2
I. 1. 2. Principaux constituants de la microstructure .....	4
<b>I. 2. Microstructure des aciers inoxydables duplex .....</b>	<b>4</b>
I. 2. 1. Définitions.....	4
I. 2. 2. Les formes des aciers inoxydables duplex.....	5
I. 2. 3. Evolutions microstructurales du système Fe-22%Cr-Ni .....	7
I. 2. 3. 1. Transformation structurale au-dessus de 1050°C .....	8
I. 2. 3. 2. Décomposition de la ferrite entre 600°C et 1000°C .....	9
I. 2. 3. 3. Transformation aux températures inférieures à 600°C .....	12
<b>I. 3. Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex .....</b>	<b>12</b>
I. 3. 1. Concepts de base sur la solidification .....	12
I. 3. 2. Solidification et formation de l'austénite .....	15
I. 3. 3. Anisotropie de la croissance cristalline lors de la solidification .....	16
I. 3. 4. Transformations en ZAT .....	16
I. 3. 5. Reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier 2205 .....	18
I. 3. 6. Développement de textures dans les aciers inoxydables .....	18
<b>I.4. Etude de la corrosion humide des aciers inoxydables duplex .....</b>	<b>20</b>
I. 4. 1. Phénomènes à l'interface métal-solution .....	20
I. 4. 2. Diagramme d'équilibre Potentiel-pH .....	20
I. 4. 3. Corrosion humide des aciers inoxydables duplex .....	21
I. 4. 3. 1. Le film d'oxydes superficiel .....	21
I. 4. 3. 2. Diagramme de polarisation .....	22
I. 4. 4. Mécanismes de la corrosion par piqure .....	22

<b>CHAPITRE II MATERIAUX ET PROCEDES EXPERIMENTALES .....</b>	<b>24</b>
<b>II.1. Introduction .....</b>	<b>25</b>
<b>II.2. Matériaux utilisés .....</b>	<b>25</b>
II. 2. 1. Composition chimique .....	25
II. 2. 2. Propriétés mécaniques avant soudage .....	26
<b>II.3. Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage .....</b>	<b>27</b>
II.3.1. Conditions du mode opératoire .....	27
II.3.1.1 Préchauffage .....	27
II.3.1.2 Température d'interpasse .....	27
II.3.1.3 Energie de soudage .....	27
II.3.1.4 Protection envers .....	28
II.3.2. Procédés de soudage utilisés .....	28
II.3. 2.1. Conditions de soudage .....	29
<b>II.4. Prélèvement et préparation des échantillons .....</b>	<b>31</b>
II.4.1. découpage des échantillons .....	31
II.4.2. Préparation des échantillons pour les observations microscopiques.....	32
II.4.3. Observation au microscope optique .....	32
<b>II.5. Comportement métallurgique des microstructures dans le cordon de soudure .....</b>	<b>34</b>
II.5.1. Introduction .....	33
II.5.2. Aspect macrographique .....	35
II.5.3. Solidification et formation de l'austénite dans la zone fondue .....	36
II.5.3.1. Soudure en une passe .....	37
II.5.3.2. Soudure en 3 passes .....	39
<b>II.6. Etude des propriétés mécaniques .....</b>	<b>41</b>
II.6.1. Essai de dureté moyenne .....	41
II.6.2. Essai de dureté par filiation .....	42
<b>II.7. Caractérisation électrochimique de la soudure .....</b>	<b>43</b>
II.7.1. Courbe de polarisation de métal de base et zone fondue .....	43

**Conclusion**

**Bibliographie**

# Introduction générale

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

Du fait qu'une grande partie de leurs applications utilise le soudage comme procédé de fabrication ou de maintenance, la compréhension de la métallurgie du soudage de ces aciers joue un rôle primordial dans leur mise en œuvre. Différents procédés de soudage sont appliqués aux constructions réalisées en aciers inoxydables duplex, parmi ces procédés le soudage à l'arc électrique est largement utilisé dans le domaine pétrochimique. Lors du soudage par fusion, les bords du métal de base adjacents à la ligne de fusion sont soumis à une succession de cycles thermiques qui entraînent la création d'une zone affectée par la chaleur (ZAT) où plusieurs transformations microstructurales se produisent affectant la microstructure initiale de l'acier.

Ce nouvel état de microstructure influe sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion de l'acier ; l'obtention d'une part, de forte teneur en ferrite fragilise la ZAT et diminue sa tenue mécanique, et d'autre part la reformation de proportions élevées d'austénite lors du refroidissement induit une forte sensibilité à la corrosion sous contrainte.

La microstructure du métal fondu dépend du mode de solidification et des transformations de phase se produisant à l'état solide. Ces dernières sont dépendantes principalement de la composition chimique du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement. Dans le cas des soudures de fortes épaisseurs, la microstructure de solidification ne possède pas le même ratio de phase que celui du métal de base du fait que la vitesse de refroidissement varie selon qu'on est au centre du bain de fusion ou dans les régions voisines des bords du métal de base.



L'objectif de ce travail est d'étudier l'évolution de la microstructure et de la texture dans les soudures de l'acier inoxydable duplex 2205. Nous avons, pour cela, divisé ce travail en deux parties.

La première partie est consacrée à l'étude bibliographique dans laquelle on présente les aciers inoxydables duplex, leur évolution structurale et les différents phénomènes de précipitation rencontrés; on présente ensuite les aspects liés à la métallurgie de soudage de ces aciers, leur mode de solidification. On termine cette partie par une étude de la corrosion humide des aciers inoxydables duplex.

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

Nous présentons enfin une caractérisation électrochimique du métal de base et la zone fondu. Enfin une conclusion générale termine cette étude.

# CHAPITRE I

**ETUDE**

**BIBLIOGRAPHIQUE**

## I.1. Généralités sur les aciers inoxydables

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.

### I. 1. 1. Système Fe-Cr et Fe-Cr-Ni

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

- en dessous de 11% de Cr, les alliages subissent une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  au chauffage et l'inverse au refroidissement ; ils se comportent donc comme le fer ou l'acier doux,
- au-dessus de 12.7 % de Cr, il n'y a plus de transformation de phases et les alliages restent totalement ferritiques.
- Entre 11 et 13 % de chrome, les deux phases  $\alpha$  et  $\gamma$  coexistent en équilibre. Ainsi, selon la composition par rapport à la boucle  $\gamma$ , les aciers au chrome peuvent avoir des structures différentes : ferritique, martensitique ou semi martensitique.

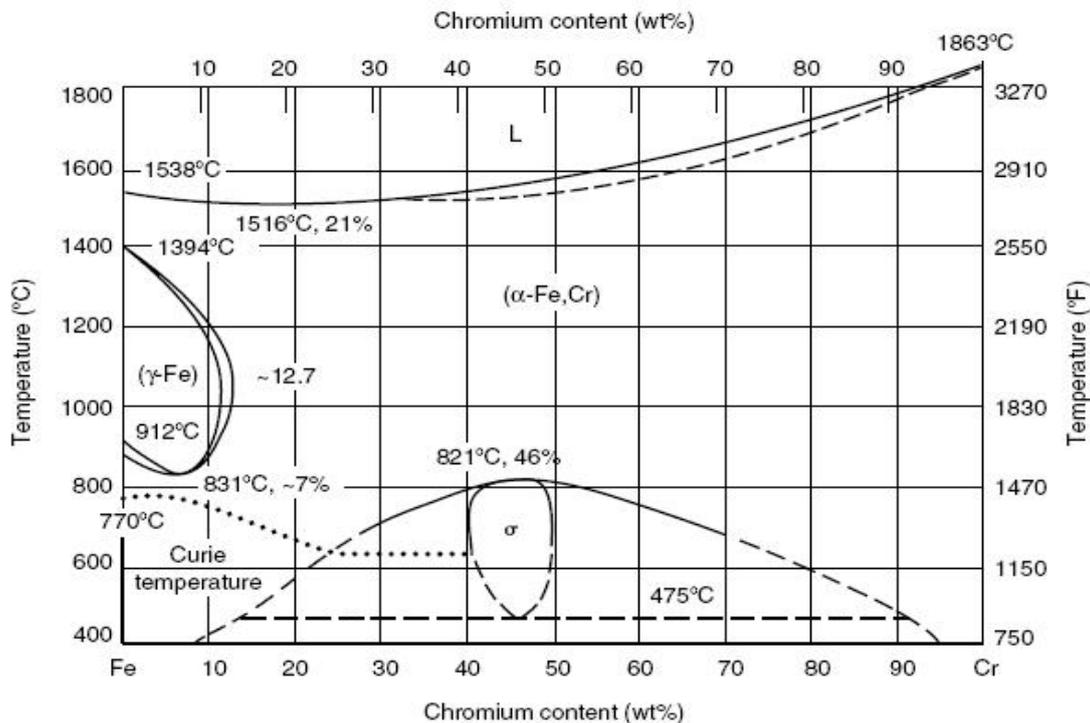


Figure I.1 Diagramme d'équilibre binaire Fe-Cr [5].

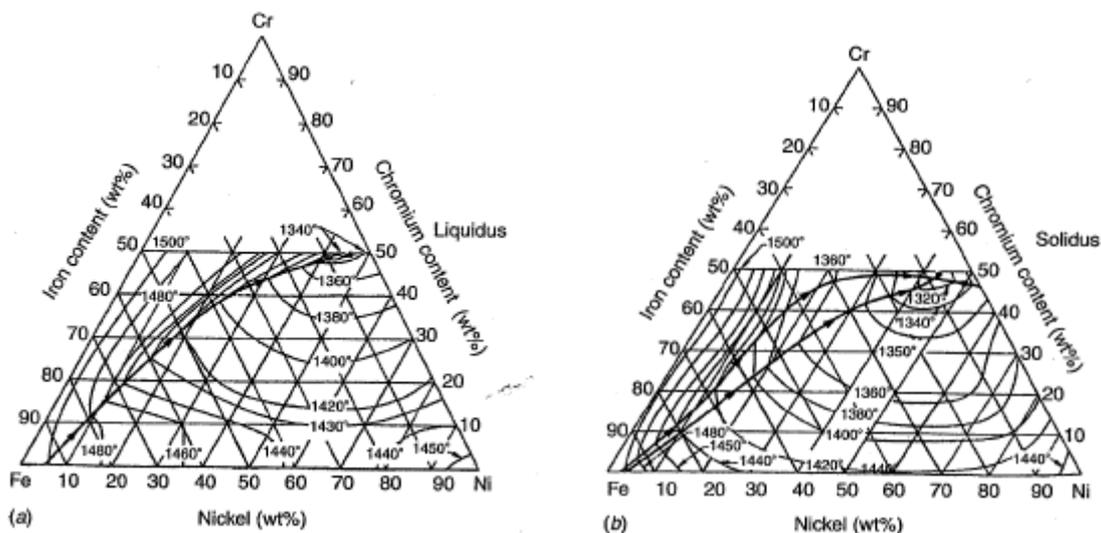
Le diagramme ci-dessus montre la présence d'une autre phase appelée  $\sigma$ , qui se forme en général dans les alliages ayant des teneurs en Cr supérieures à 20 %.

Sur ce même diagramme, on montre aussi par une ligne horizontale tracée à la limite inférieure du domaine ( $\alpha + \sigma$ ) la présence d'un phénomène métallurgique important connu sous l'appellation « fragilisation à 475°C ». Ce phénomène est caractérisé par la formation d'un précipité très riche en chrome appelé phase  $\alpha'$ , dans la matrice ferritique, et dont l'effet fragilisant devient de plus en plus important lorsque la teneur en Cr passe au-delà de 14% [3].

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

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

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

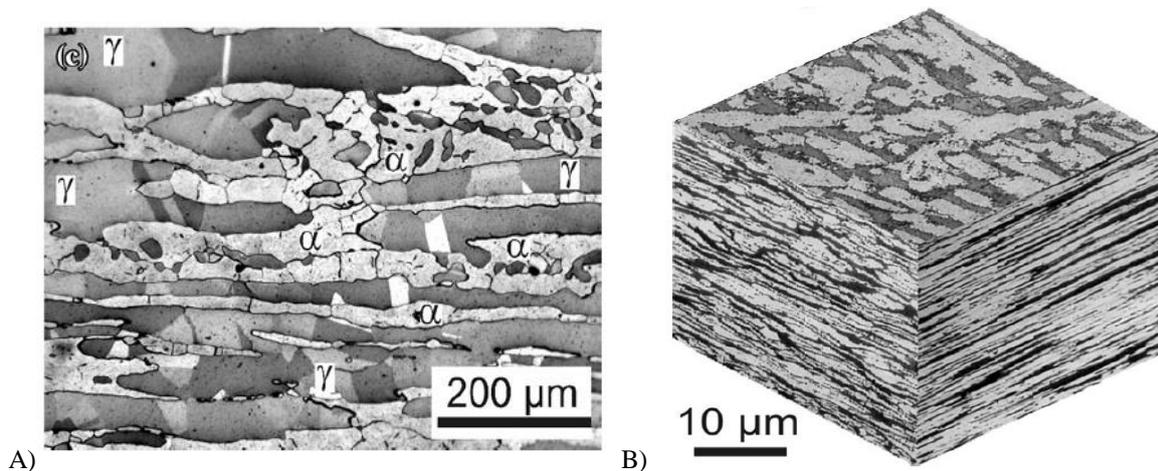


**Figure I.2.** Projections liquidus (a) et solidus (b) du système ternaire Fe-Cr-Ni [5]

## I. 1. 2. Principaux constituants de la microstructure

La microstructure des aciers inoxydables duplex est biphasée et se compose des composants ferritiques ( $\alpha$ ) et austénitiques ( $\gamma$ ), tous les deux présentés dans des proportions approximativement égales dans le matériel. La microstructure brute des aciers duplex montre la phase austénitique précipitée dans la matrice de ferrite. Les phases en acier duplex travaillé sont arrangées en couches alternées (**figure I.3**). Une structure biphasée peut être topologiquement caractérisée en utilisant le rapport de volume combiné avec la distribution de phase, et est divisée en trois types de structure par Becker [4] comme suit:

- I. Duplex
- II. Dispersion,
- III. Structure nette.



**Figure I.3** : Microstructure du duplex avec le réactif Braha II [4]

Les structures de phases duales contiennent des caractéristiques des trois autres groupes, et peuvent être ajoutées à cette gamme. La structure en cristal, qui se compose de  $\alpha$  cubique à base centrées et  $\gamma$  cubique à faces centrées, peut être décrite par:

- Le Rapport de volume  $V_V(\alpha)$  et  $V_V(\gamma)$ ;
- La Densité des joints interphases  $L_S^{\alpha\gamma}$  ;
- La Densité des joints de grains ferritiques  $L_S^{\alpha\alpha}$  et austénitiques  $L_S^{\gamma\gamma}$ .

## I.2. Microstructure des aciers inoxydables duplex

### I. 2. 1. Définitions

La microstructure des aciers duplex est biphasée à la température ambiante et se compose de deux phases  $\alpha$  cubique à base centrées et  $\gamma$  cubique à faces centrées, statistiquement distribuées

l'une à côté de l'autre comme l'illustre la **figure I.3-B**. La microstructure brute des aciers duplex montre la phase austénitique précipitée dans la matrice de ferrite.

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

$$PREN = \% Cr + 3.3\% Mo + 16\% N$$

## I. 2. 2. Les formes des aciers inoxydables duplex

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

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

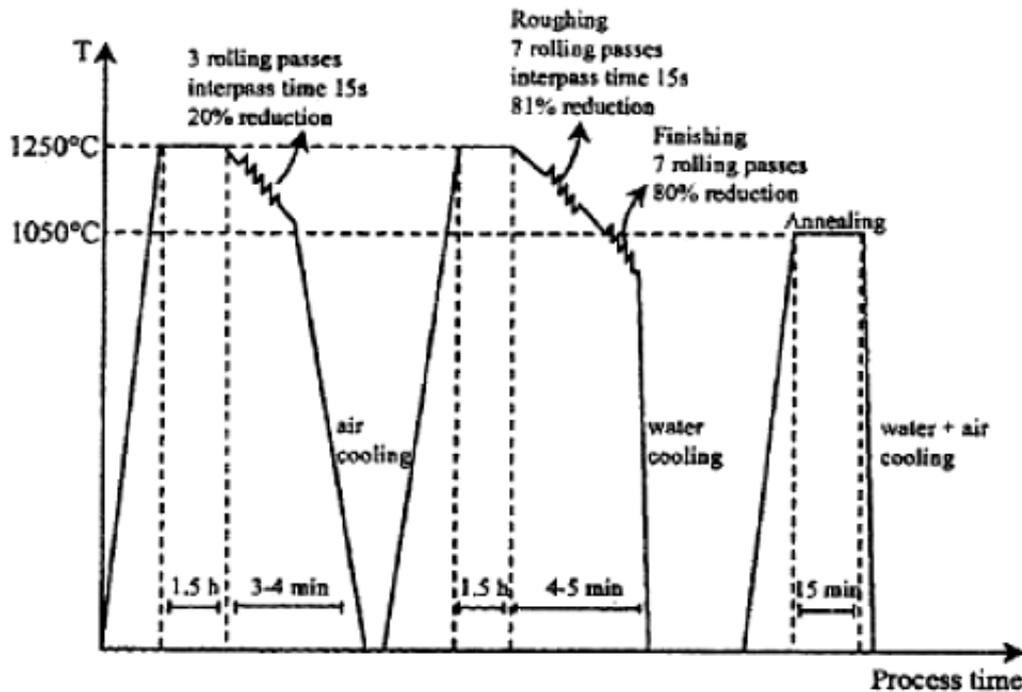
- *Les aciers inoxydables duplex moulés.*
- *Les aciers inoxydables laminés.*

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

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

**Les aciers inoxydables duplex laminés :** Le processus de fabrication de ces aciers suit les étapes de moulage, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Les

différentes étapes de ce processus de fabrication sont présentées à la **figure I.4**. On note que l'acier est parfois de nouveau laminé à froid.



**Figure I.4.** Processus de fabrication de l'acier inoxydable duplex 2205 par laminage à chaud [13]

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

- Les aciers laminés à faible teneur en molybdène de type UNS S 32304 (ou Z3 CN 2304 AZ) qui peuvent être utilisés pour remplacer les aciers austénitiques AISI 304 ou 316.
- Les aciers laminés standards de type UNS S 31803 (ou Z3 CND 2205 AZ) présentés largement dans la littérature. Ils sont également connus par leur appellation commerciale SAF 2205.
- Les aciers laminés fortement alliés spécialement conçus pour les applications maritimes, chimiques ou pétrolières. Ce sont des aciers de type UNS S 32760 (ou Z3CNDU 2506) plus connus sous leur nom commercial Zéron 100. Ils présentent des résistances mécaniques et à la corrosion très élevées ; leur résistance à la corrosion estimée par le PREN (Pitting Resistance Index =  $Cr + 3.3 Mo + 16 N$ ) est supérieure à 40, ce qui leur vaut la dénomination de « super duplex ».

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

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

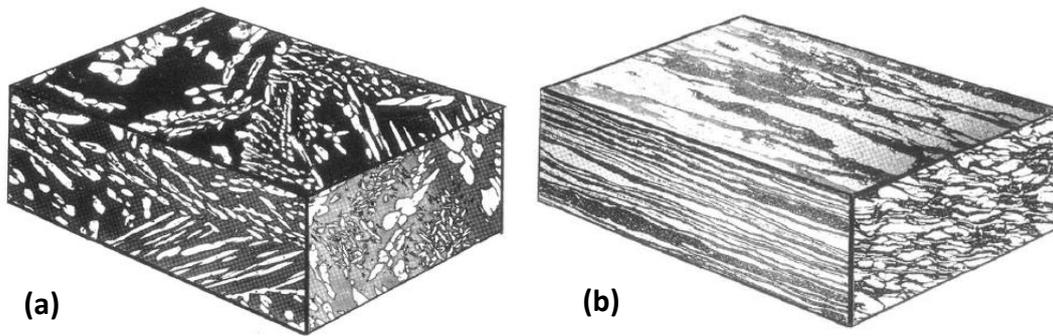


Figure I.5. Microstructure typique d'un acier inoxydable duplex  
a) Moulé, b) laminé [1]

### I. 2. 3. Evolutions microstructurales du système Fe-22%Cr-Ni

L'étude de la structure des aciers inoxydables duplex est basée sur le digramme ternaire Fe-Cr-Ni de la **figure I.6**. Une coupe à 70 % Fe (**figure I.7**) 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.

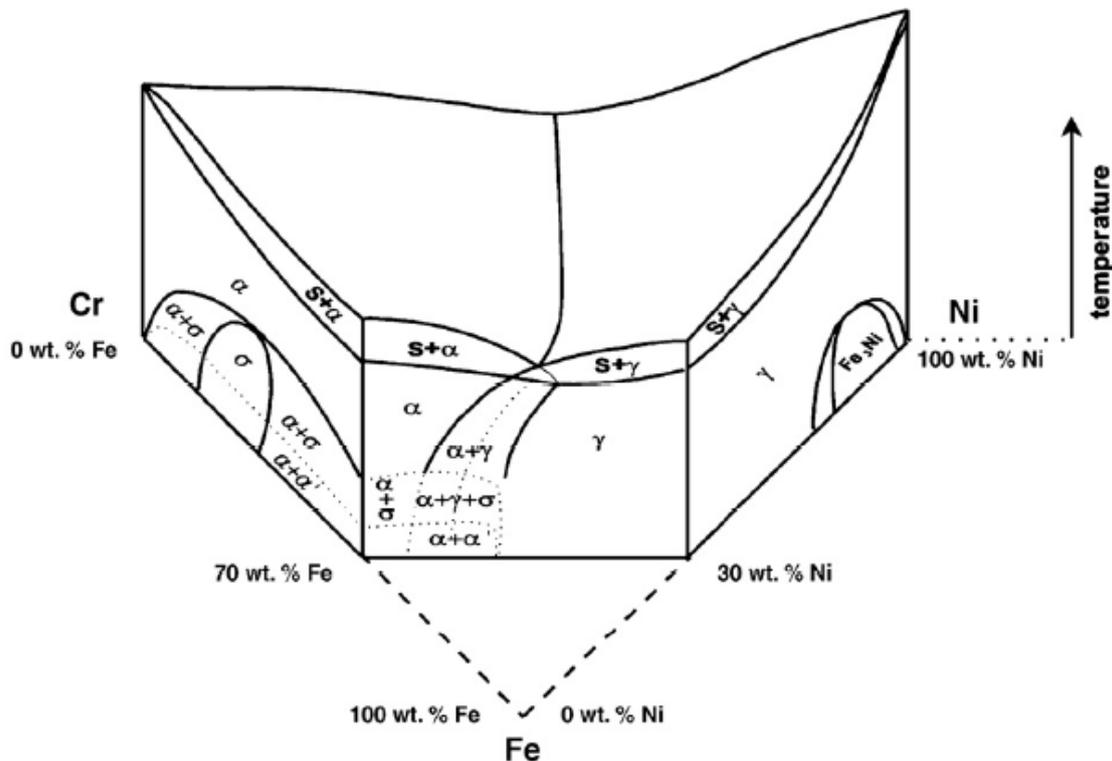


Figure I.6. Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni [8]

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 [9] ;

➤ D'autre part, la solubilité des éléments  $\alpha$ -gènes décroît lorsque la température diminue, augmentant par conséquent la probabilité de la précipitation pendant les traitements thermiques.

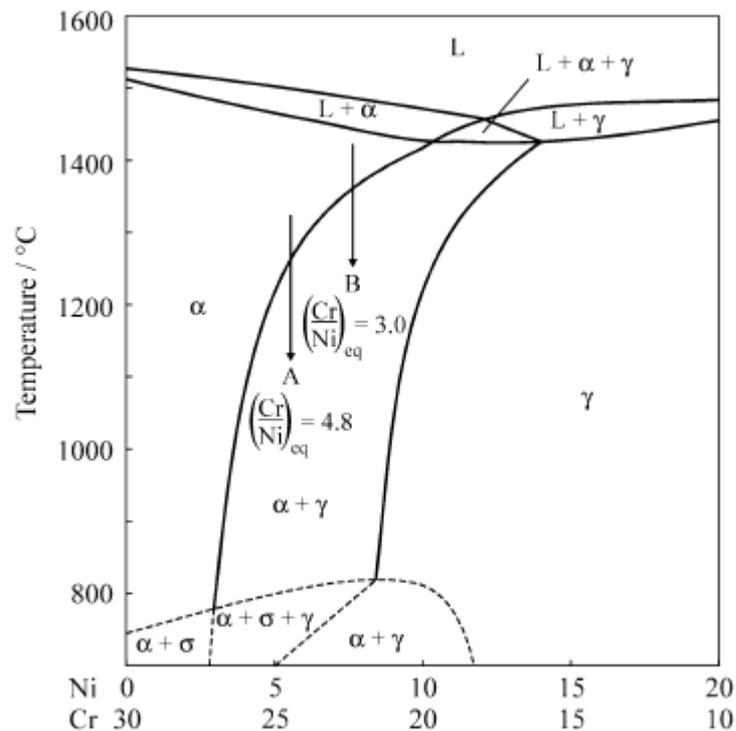


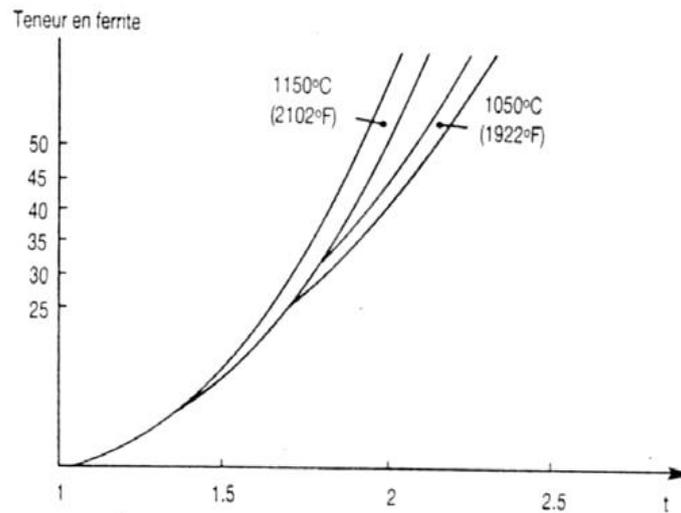
Figure I.7. Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni à 70 % Fe. [4]

### I.2.3.1. Transformation structurales au-dessus de 1050 °C

Suite aux opérations de soudage ou de coulée, les aciers inoxydables duplex se solidifient en mode ferritique (ferrite  $\delta$ ), l'austénite se forme par une transformation ultérieure à l'état solide. Cette transformation est réversible car une augmentation de la température au-dessus de 1050 °C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite dans l'acier. Par conséquent, la concentration en ferrite des alliages austénoferritiques dépend de la température d'hypertrempe et augmente avec cette dernière comme le montre la **figure I.8**.

L'élévation des températures conduit à une réduction de la répartition des éléments entre les deux phases. 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.

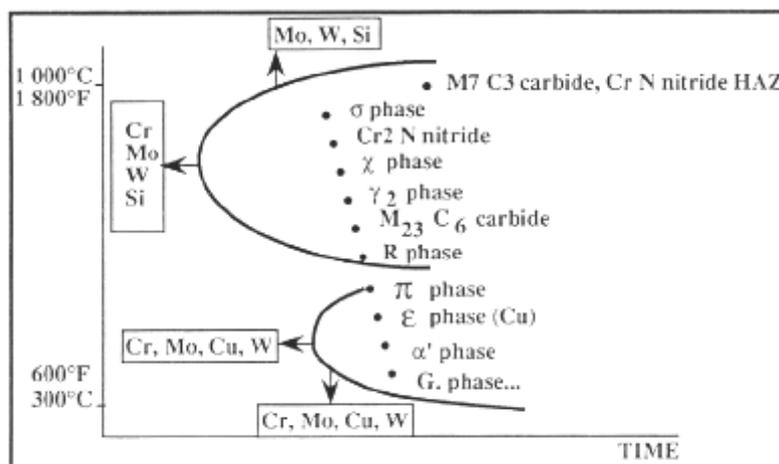


**Figure I.8.** Evolution de la teneur en ferrite fonction de la composition de l'alliage et les températures d'hypertrempe de 1050°C et 1150°C [1,2].

#### I.2.3.2. Décomposition de la ferrite entre 600 et 1000°C

Le chauffage 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  $\delta$  est caractérisée principalement par la précipitation de la phase  $\sigma$ , des carbures de chrome de types  $M_7C_3$  ou  $M_{23}C_6$ , de la phase  $\chi$  et de l'austénite secondaire  $\gamma_2$ .

Le diagramme de la **figure I.9** récapitule les différents précipités qui peuvent se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de températures.

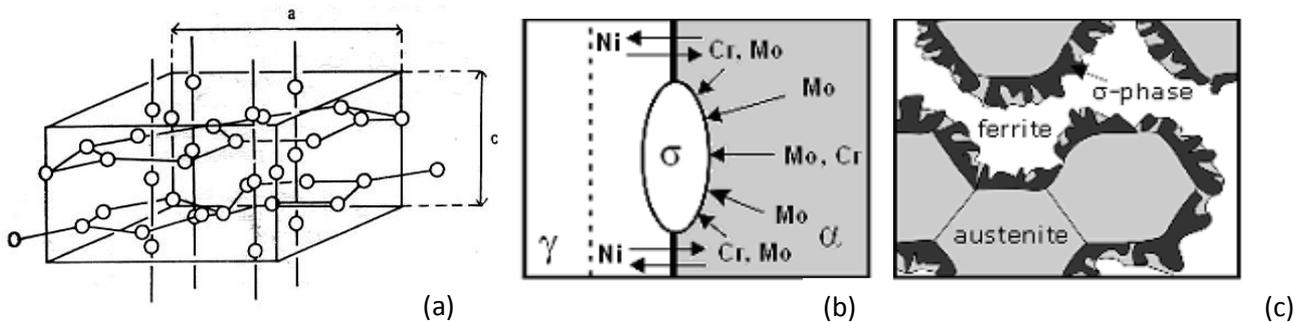


**Figure I.9.** Différents précipités rencontrés dans les aciers inoxydables duplex [4].

### ❖ Phase $\sigma$

Découverte en 1927 par Bain et Griffith,  $\sigma$  est une phase intermétallique, amagnétique, dure et fragile ; son réseau tétragonal contient 30 atomes par maille (**figure I.10.a**). Cette phase précipite généralement dans un large domaine de température allant de 600 à 950 °C.

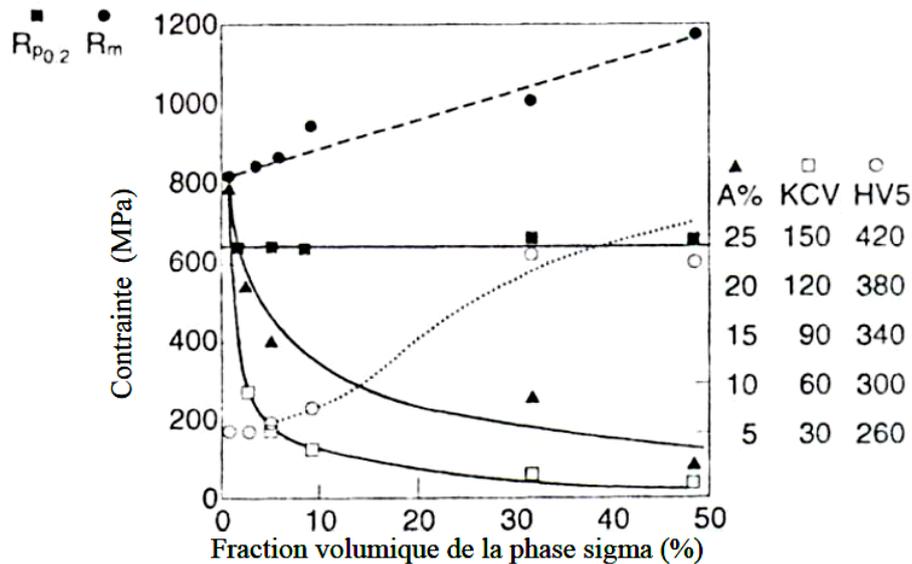
Outre le fer, la phase sigma contient du chrome et du molybdène; elle peut aussi contenir du silicium et du tungstène [11].



**Figure I.10.** a) Maille quadratique de la phase  $\sigma$  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  $\sigma$  ;  
 c) Schéma illustratif de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface  $\gamma/\alpha$  et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [14].

La précipitation de la phase  $\sigma$  dans l'acier duplex 2205 s'amorce préférentiellement dans les interfaces  $\gamma/\delta$  dès les premières minutes de vieillissement, les interfaces  $\delta/\delta$  peuvent aussi être le siège d'une telle précipitation. Ce phénomène se caractérise par la diffusion des atomes d'éléments alphas Cr et Mo, du grain ferritique vers les interfaces comme le schématise les figures **I.10.b** et **I.10.c**. L'absence de toute précipitation intragranulaire de cette phase prouve le caractère hétérogène de cette précipitation [12]. La phase  $\sigma$  peut aussi précipiter dans les interfaces ferrite/carbures  $M_{23}C_6$ , et co-précipite avec l'austénite secondaire  $\gamma_2$  [13]. La phase  $\sigma$  a été observée dans les différentes zones des soudures d'aciers duplex (métal de base, ZAT, métal fondu) [12]. L'augmentation de la température d'hypertrempe préalable au traitement de vieillissement favorise la dilution et peut donc retarder la précipitation de la phase  $\sigma$  [13].

La précipitation de la phase  $\sigma$  dans l'acier duplex 2205 entraîne une forte détérioration de ses propriétés mécaniques (**figure I.11**). 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 [12].



**Figure 1. 11.** Propriétés mécaniques de l'alliage duplex 2205 en fonction de la fraction volumique de la phase  $\sigma$ , précipité par traitement thermique de vieillissement [1].

#### ❖ Carbures de chrome

Lors des traitements thermiques entre 700°C et 950°C, le carbone forme un précipité avec le chrome, il s'agit d'un carbure de formule général  $M_{23}C_6$  où M représente des atomes métalliques, en particulier chrome et fer. Les carbures précipitent préférentiellement aux joints de grains ferrite/austénite. Le carbure est un précipité très riche en chrome, sa formation appauvrit fortement les zones qui l'entourent en cet élément ; la résistance à la corrosion de l'acier se trouve ainsi affectée car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. La précipitation des carbures de chrome dans les aciers inoxydables duplex se fait d'une manière discontinue ; la croissance de ces carbures s'accompagne d'une migration de l'interface  $\delta/\gamma$  de sa position initiale vers l'intérieur du grain ferritique [9]. 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 [8,9]

#### ❖ Austénite secondaire

L'azote est généralement introduit dans les aciers inoxydables duplex pour renforcer la stabilité de l'austénite et améliorer la résistance à la corrosion et la résistance mécanique de l'acier. Grâce à sa solubilité élevée, cet élément est maintenu en solution solide lors du chauffage de l'acier à des températures supérieures à 1100°C [9]. 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 :

- $\gamma_2$  intergranulaire : précipite aux interfaces  $\delta/\gamma$ .
- $\gamma_2$  intragranulaire : précipite dans les grains ferritiques. Celle-ci se forme par un mécanisme de germination et de croissance contrôlé par diffusion.

L'austénite intragranulaire peut prendre deux aspects différents à savoir celle de type Widmanstätten ou de type aciculaire [3].

#### 1.2.3.3. 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  $\alpha'$ . La phase  $\alpha'$  est très riche en chrome, jusqu'à 80%, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la ferrite. Elle se forme par décomposition spinodale ou par germination et croissance selon la teneur en chrome et la température. Dans les références [12] et [13] on trouvera plus de détails sur la fragilisation des aciers duplex par formation de la phase  $\alpha'$ .

D'autres précipités à base de carbone, d'azote ou de chrome principalement, et d'autres phases intermétalliques, telles que les phases  $\pi$ ,  $\chi$ ,  $\varepsilon$ , G ou R peuvent se former par maintien en température. Des informations supplémentaires sur ces précipités peuvent être obtenues en consultant la référence [14].

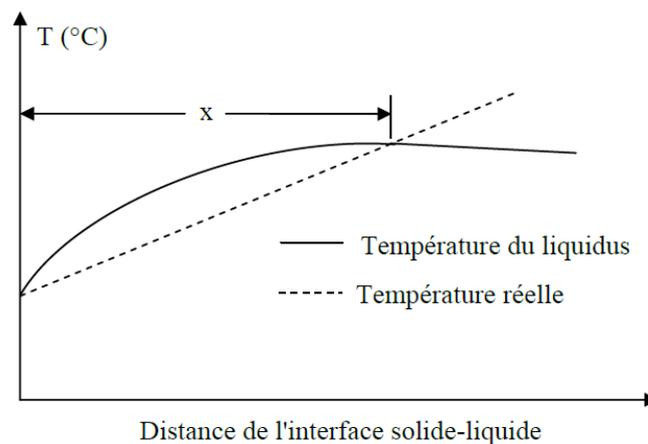
### I. 3. Métallurgie de soudage des aciers inoxydables duplex

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

#### I. 3. 1. Concepts de base sur la solidification

Lorsqu'un liquide de composition uniforme se solidifie, le solide formé restaure rarement cette uniformité chimique. Les atomes de soluté dans le liquide se redistribuent au cours de la solidification. La redistribution du soluté dépend de plusieurs facteurs tels que les conditions thermodynamiques (diagramme de phase), la cinétique (liée à la diffusion), degré de surfusion ...etc. Lors de la solidification d'un alliage, si les conditions d'équilibre sont maintenues, le soluté est rejeté à l'interface solide liquide et diffuse vers le liquide pour former une couche de diffusion en avant de l'interface [10] ; on dit dans ce cas qu'on est en présence d'une solidification à front

plan. Il faut pour cela que la température réelle du liquide soit toujours supérieure ou égale à celle du liquidus. Cela se traduit par un gradient thermique  $G$  élevé, tel que  $G = \frac{dT_L}{dx}$ , où  $T_L$  est la température du liquidus,  $x$  est la distance à l'interface liquide/solide. Lorsque le refroidissement est trop rapide, la diffusion dans le solide est limitée, l'interface solide/liquide contient donc un excédent de soluté qui a pour conséquence le phénomène de surfusion constitutionnelle. Sur une distance  $x$  en avant du front de solidification, la température réelle est inférieure à celle du liquidus, comme indiqué à la **figure I.12**. Cette apparente anomalie s'explique par une situation hors équilibre due à la variation très locale de la température de liquidus, variation elle-même liée aux forts gradients de composition à proximité de l'interface solide-liquide. Le degré de surfusion constitutionnelle est en général inférieur au rapport  $\frac{D \cdot G}{\sqrt{R}}$  ( $G$ : gradient thermique,  $R$  : vitesse de solidification et  $D$  : coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans le liquide) et proportionnel à la concentration  $C_L$  en soluté dans le liquide à l'interface liquide / solide [5].



**Figure I.12.** Influence du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle

On retrouve ainsi des variations dans le mode de solidification et croissance de différents matériaux. Ces variations caractérisées par les sous structures de solidification résultantes, sont présentées dans le schéma de la **figure I.13**. La vitesse de solidification  $R$  est définie comme étant la vitesse de migration de l'interface solide/liquide vers l'intérieur du liquide. Lors de l'exécution des soudures, le mouvement du bain de fusion suit le déplacement de la source de chaleur le long de la partie soudée formant ainsi une géométrie uniforme. Pendant ce déplacement, la vitesse de solidification du liquide est directement liée à la vitesse de soudage.

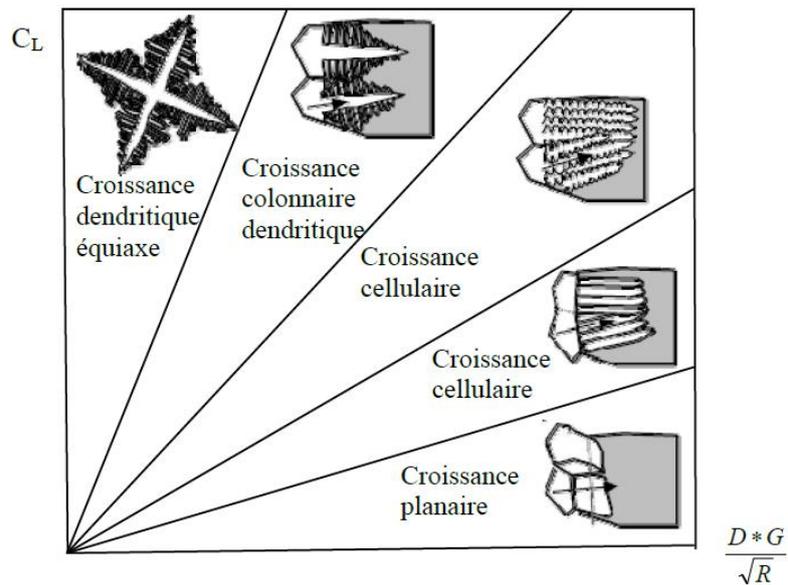


Figure I.13. Types de solidification en fonction des valeurs de  $C_L$  et de  $D*G/R$  [5]

La figure I.14.a est une représentation schématique en 3D du bain de fusion où :

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

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

$$R = V \cdot \cos \theta$$

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

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

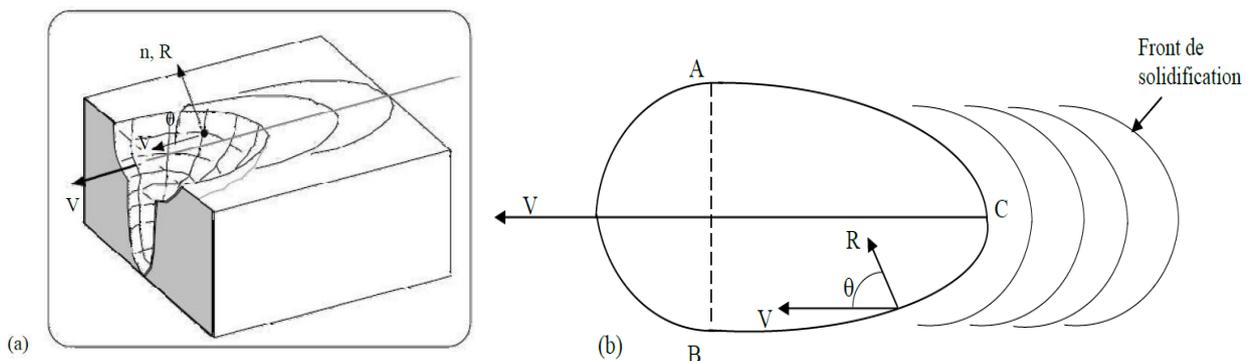


Figure I.14. Représentation schématique du bain de fusion.

a) schéma en 3D, b) schéma en 2D

### I. 3. 2. Solidification et formation de l'austénite

La structure de solidification des aciers inoxydables dépend des influences relatives des éléments d'alliage qu'ils contiennent. Ces effets sont quantifiés par les formules empiriques exprimées en terme d'équivalents chrome et nickel ( $Cr_{eq}$ ,  $Ni_{eq}$ ) proposées par Long et Delon [4] :

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

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

Ainsi, la structure de solidification d'une soudure d'acier inoxydable en fonction de sa composition chimique est souvent prédite en positionnant les équivalents Cr et Ni dans le diagramme de Schaeffer (**figure I. 15**).

Les soudures d'aciers inoxydables duplex se solidifient en mode totalement ferritique. La croissance de la ferrite s'effectue par épitaxie ; les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lequel ils reposent. La croissance des premiers cristaux formés suit le sens du gradient thermique [5]. Cette solidification est suivie d'une transformation ultérieure en austénite à l'état solide.

L'étendue de la transformation  $\delta \rightarrow \gamma$  dans les métaux d'apport de ces aciers dépend essentiellement de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. Dans le cas du soudage multipasses des structures de fortes épaisseurs, les zones internes du métal fondu se refroidissent en dernier, et sont donc caractérisées par de fortes teneurs en austénite par rapport aux passes externes. C'est donc cette transformation qui détermine la balance de phase  $\delta/\gamma$  et la répartition de l'austénite dans le métal fondu. Sur la base de ces considérations métallurgiques, la séquence de transformation proposée pour les aciers inoxydables duplex est donnée comme suit [4]:

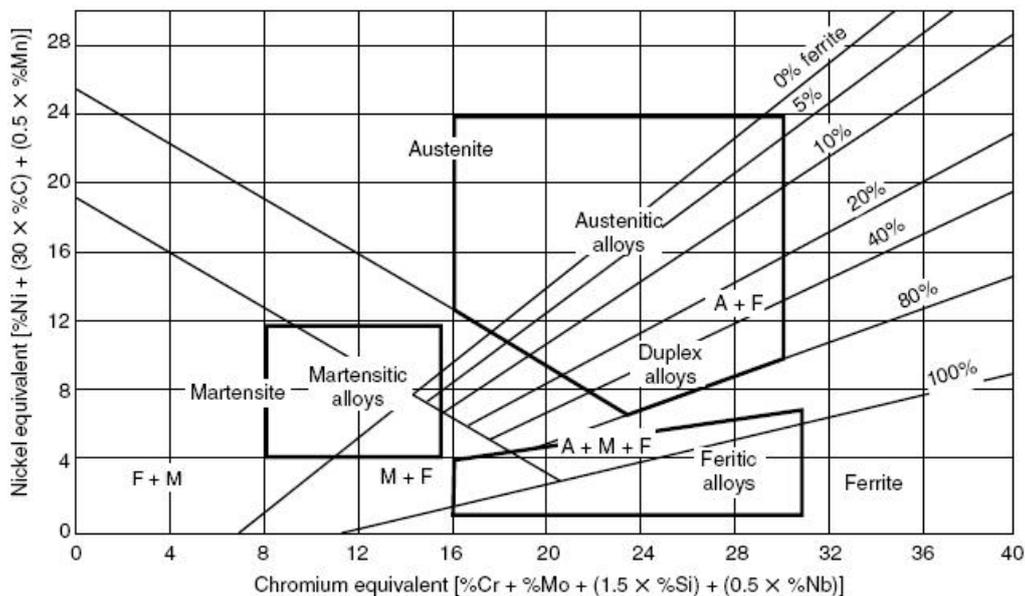
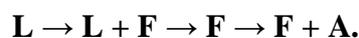


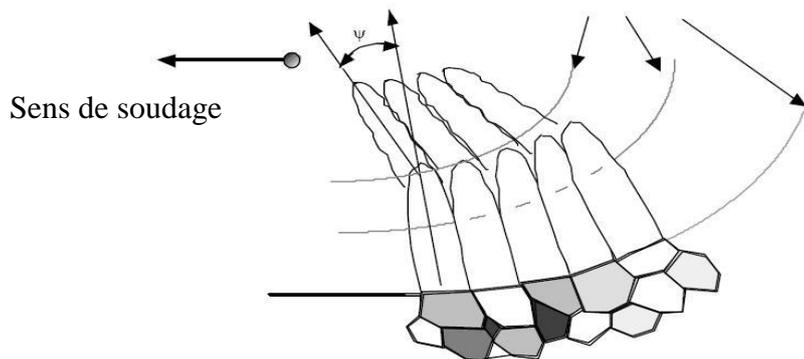
Figure I.15. Diagramme de Schaeffer des aciers inoxydables [6].

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

### I.3.3. Anisotropie de la croissance cristalline lors de la solidification

Pendant la coulée continue des métaux, la solidification débute généralement aux interfaces entre les parois du moule et le métal liquide ce qui entraîne la formation d'une structure granulaire à plusieurs orientations cristallographiques ; une texture aléatoire se développe ainsi. D'autres textures peuvent cependant être obtenues dans des cas de solidification où le transfert de chaleur est contrôlé. L'existence d'un niveau de surfusion élevé favorise la croissance dendritique selon des directions cristallographiques privilégiées constituées principalement de la fibre  $\langle 100 \rangle$ . Cette texture de fibre a été observée dans plusieurs cas de matériaux c.c et c.f.c. Cette texture est aussi observée dans les grains colonnaires lors de la coulée continue des aciers à bas carbone.

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



**Figure I.16.** Représentation schématique de la croissance locale et de la germination de nouveaux grains en fonction du gradient thermique lors de la solidification [5].

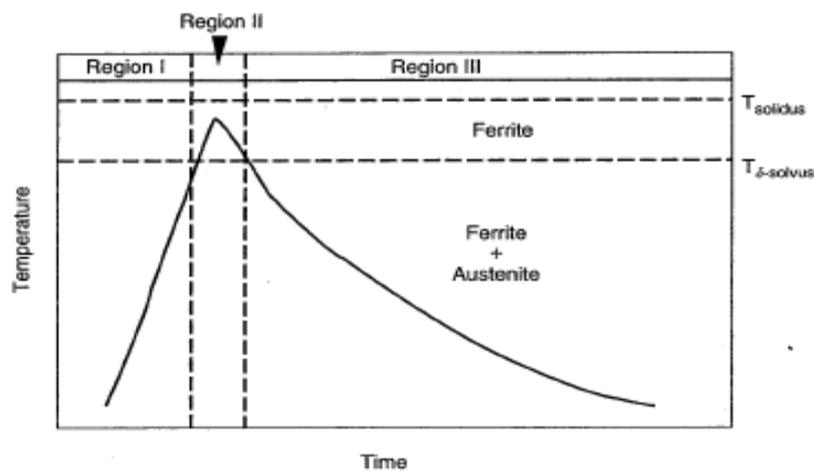
### I.3.4. Transformations en ZAT

Comme dans plusieurs cas de soudage d'aciers, la zone affectée thermiquement des soudures d'aciers duplex est constituée de deux parties principales : la zone de surchauffe (adjacente à la zone fondue) et la zone de recuit partiel (adjacente au métal de base). Dans la zone de surchauffe, le cycle thermique d'un acier duplex 2205 à 0.1 % N peut être partagé en trois régions (**figure I.19**).

❖ **Région I** : le niveau atteint par le cycle thermique déclenche la transformation  $\gamma \rightarrow \delta$  par un mécanisme de croissance contrôlée par diffusion [6]. Cette transformation peut dans certains cas se poursuivre jusqu'à ce que toute l'austénite soit transformée en ferrite.

❖ **Région 2** : le niveau du gradient thermique dans cette zone favorise la forte croissance des grains ferritiques du fait de l'absence de l'austénite qui peut gêner cette croissance. On assiste ainsi à un cas similaire à celui des aciers ferritiques monophasés.

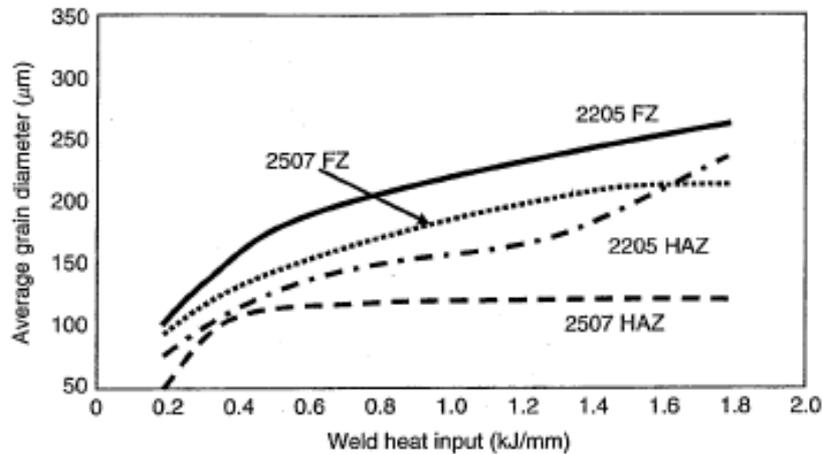
❖ **Région 3** : Lors d'un refroidissement ultérieur à partir de cet état, l'austénite se reforme par précipitation aux joints de grains ferritiques de manière analogue à ce qui se passe lors de la solidification des soudures. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe suivant avec plus de détails.



**Figure I.17.** Cycle thermique d'un acier duplex à 0.1 % d'azote obtenu dans la zone de surchauffe [6]

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

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



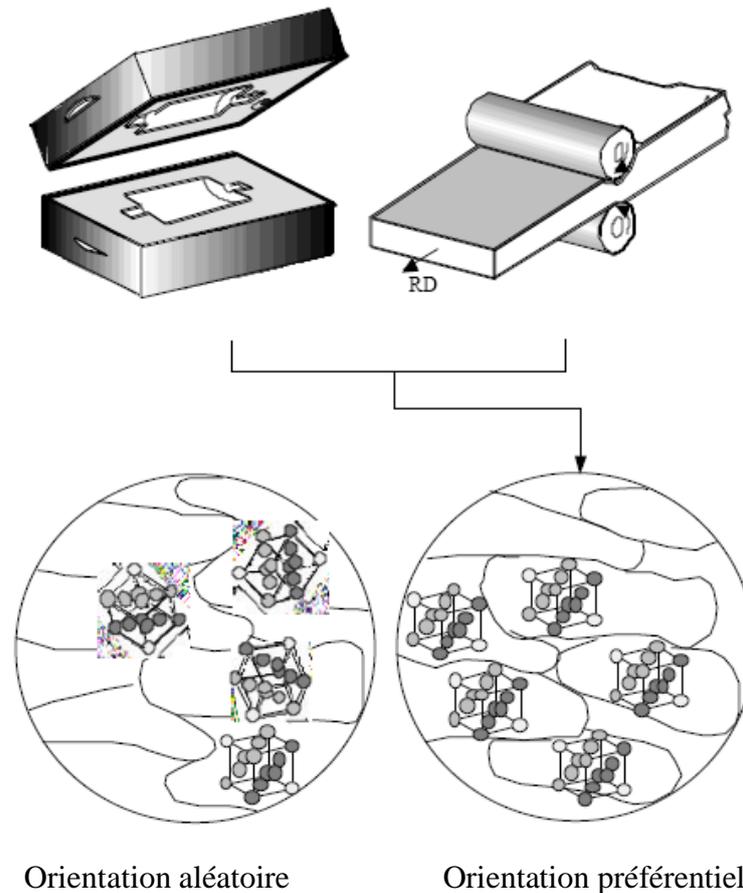
**Figure I. 18.** Effet de l'apport de chaleur sur la taille des grains ferritiques [7]

### I.3.5. Reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier 2205:

Contrairement au métal de base où il est proche de 1, le rapport de phase  $\delta/\gamma$  dans la ZAT des aciers duplex dépend fortement de l'apport de chaleur utilisé. En raison de son importance dans la détermination de la qualité des joints soudés, la reformation de l'austénite dans la ZAT des soudures d'acier duplex 2205 a été étudiée avec beaucoup d'attention dans de nombreux travaux scientifiques. Lors du refroidissement à partir du domaine ferritique monophasé, la précipitation de l'austénite débute aux joints de grains ferrite/ferrite ; elle est suivie par la formation d'austénite Widmanstätten et intragranulaire [6]. L'existence d'une structure ferritique à grains fins augmente la densité de joints de grains et favorise la reformation de l'austénite [7]. La précipitation d'austénite Widmanstätten et intragranulaire nécessite des forces motrices relativement faibles et peut se produire à haute température avec un faible degré de surfusion [7]. La reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier duplex 2205 dépend aussi de la teneur en éléments gammagènes ; l'augmentation de la teneur en nickel élève la température de début de formation de cette phase [7] et l'introduction de l'azote favorise la formation de structures Widmanstätten [6]. La vitesse de refroidissement, la taille des grains ferritiques et la présence ou non d'inclusions sont aussi des facteurs influant sur la reformation de l'austénite dans les soudures de l'acier duplex 2205 [6,7].

### I.3.6. Développement de textures dans les aciers inoxydables duplex

Les matériaux polycristallins sont constitués d'un agrégat de grains pouvant être assimilés à des polycristaux. Chaque grain est caractérisé par une taille, une forme et une orientation cristallographique par rapport à un repère macroscopique lié le plus souvent à l'échantillon étudié.



**Figure I.19.** Formation d'orientations aléatoire et préférentielle [22].

Lorsque la distribution statistique des orientations cristallographiques n'est pas aléatoire, les grains du matériau possèdent des orientations préférentielles; on dit donc que le matériau est texturé ou présente une texture cristallographique. Dans la pratique, une texture dans un matériau peut être créée sous l'action du procédé industriel utilisé pour sa fabrication (**figure I. 20**) tel que la solidification d'un liquide en contact d'une paroi froide, la déformation plastique par laminage, tréfilage, forgeage, ...etc

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

Les textures formées dans les aciers inoxydables duplex sont en général interprétées sur la base de celles des aciers monophasés austénitiques et ferritiques. Une forte anisotropie dans un acier duplex 2205 à forte teneur en azote a été observé suite aux processus de déformation et de recristallisation. Les textures qu'ils ont observées sont constituées des composantes  $\{100\}\langle 110\rangle$  pour la ferrite et  $\{100\}\langle 112\rangle$  pour l'austénite.

## I.4. Etude de la corrosion humide des aciers inoxydables duplex

La corrosion traite la réaction entre un métal et un réactif. Si ce dernier est liquide, on parle de corrosion en solution ; s'il est gazeux, il s'agit de corrosion sèche. La corrosion en solution (humide) ou la corrosion en solution peut avoir différentes sources : corrosion chimique, corrosion électrochimique, corrosion biologique.

### I.4.1. Phénomènes à l'interface métal-solution

Un système électrochimique est constitué par l'assemblage de base de deux matériaux et de milieux corrosifs. Un système élémentaire de corrosion est constitué d'un matériau hétérogène au contact de son environnement, dans des conditions physico-chimiques et mécaniques données. Les variables opérationnelles d'un tel système sont, par exemple, la température, la vitesse de circulation du milieu corrosif, le potentiel du métal, etc.

La prise en compte du système électrochimique, i.e. de l'ensemble métal –milieu corrosif, met en relief le fait que la corrosion d'un métal n'affecte pas seulement le métal lui-même, mais conduit à une modification de la composition du milieu corrosif, ce qui peut conduire à la contamination de l'environnement par les produits de corrosion [9].

### I.4.2. Diagramme d'équilibre Potentiel-pH

Le potentiel de nombreuses réactions d'électrode, notamment celles faisant intervenir des oxydes, dépend du pH. Les diagrammes potentiel-pH, appelé également Diagrammes de Pourbaix, représentent le potentiel réversible, calculé par l'équation de Nernst et sont fonction du pH.

Vu l'importance des aciers dans l'industrie, le comportement thermodynamique à la corrosion du fer est particulièrement important. La **figure I.21**, montre le diagramme potentiel- pH du fer. On y tient compte de deux oxydes :  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$ . La concentration des espèces dissoutes,  $\text{Fe}_2^+$  et  $\text{Fe}_3^+$ , vaut  $10^{-6}$  mol/l. On y remarque également que le fer peut réagir avec les protons en milieu acide et neutre, accompagné d'un dégagement d'hydrogène.

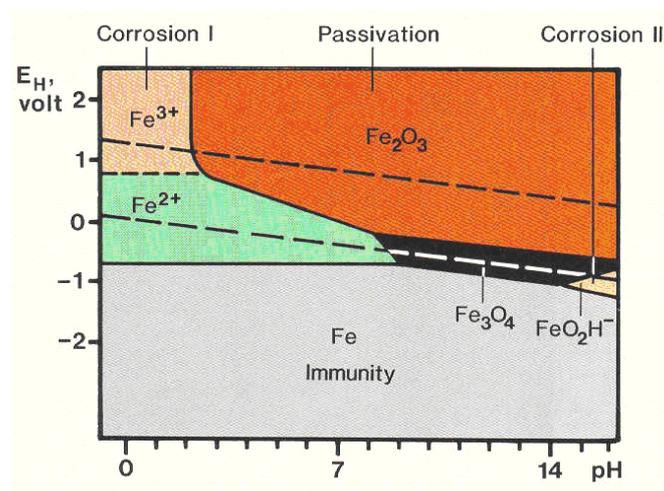


Figure I.20 : Diagramme potentiel – pH du fer ( $T=25^\circ\text{C}$ ) [10].

En milieu alcalin, par contre, il résiste à la corrosion, car les oxydes formés ne se dissolvent pas facilement par réaction avec les ions hydroxydes. Ce comportement correspond aux observations pratiques : en milieu acide et neutre l'acier non protégé se corrode facilement, alors qu'en milieu alcalin, comme le béton, il résiste bien [10].

### I.4.3. Corrosion humide des aciers inoxydables duplex

La réaction électrochimique est généralement une succession d'étapes élémentaires (Figure I.22). La corrosion est avant tout un phénomène électrochimique ; ce qui introduit la notion de **Transfert de Charge Électrochimique**. C'est pour cela qu'il nous faut bien connaître les notions de base en électrochimie, ainsi que les grandeurs et lois qui régissent ce mécanisme.

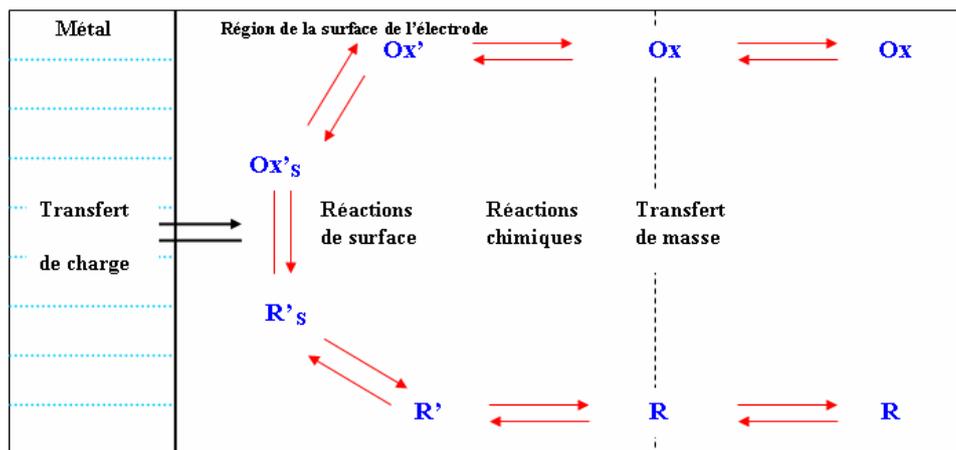


Figure I. 21 : Étapes réactionnelles électrochimiques [13].

#### I.4.3.1. Le film d'oxydes superficiel

Le phénomène de passivité se caractérise par la présence d'un film très mince (épaisseur de l'ordre de 10 à 20 nm), appelé film passif ou couche passive, à la surface de l'alliage métallique qui rend sa vitesse de corrosion négligeable. Le film passif, fortement solidaire du substrat métallique, empêche ou rend insignifiant le contact entre l'alliage et les agents plus ou moins agressifs du milieu environnant. Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, et se maintenir, il est nécessaire que l'alliage fer-chrome ait une teneur minimale en chrome de l'ordre de 11 %.

Le film passif est généralement formé par :

- Une couche interne d'oxyde de chrome,  $Cr_2O_3$
- Une couche externe d'oxyde de fer. Cette couche dépend du potentiel appliqué lors de l'étude électrochimique. Pour de faibles potentiels, l'oxyde de fer est sous forme  $Fe_3O_4$  ( $FeO$ ,  $Fe_2O_3$ ). A des potentiels élevés, l'oxyde de fer est sous forme  $Fe_2O_3$  et  $FeOOH$ .

- Une couche d'oxyde du nickel (NiO) en quantité moins élevée que celle trouvée dans du nickel massif contribue également à la formation du film passif.[11]

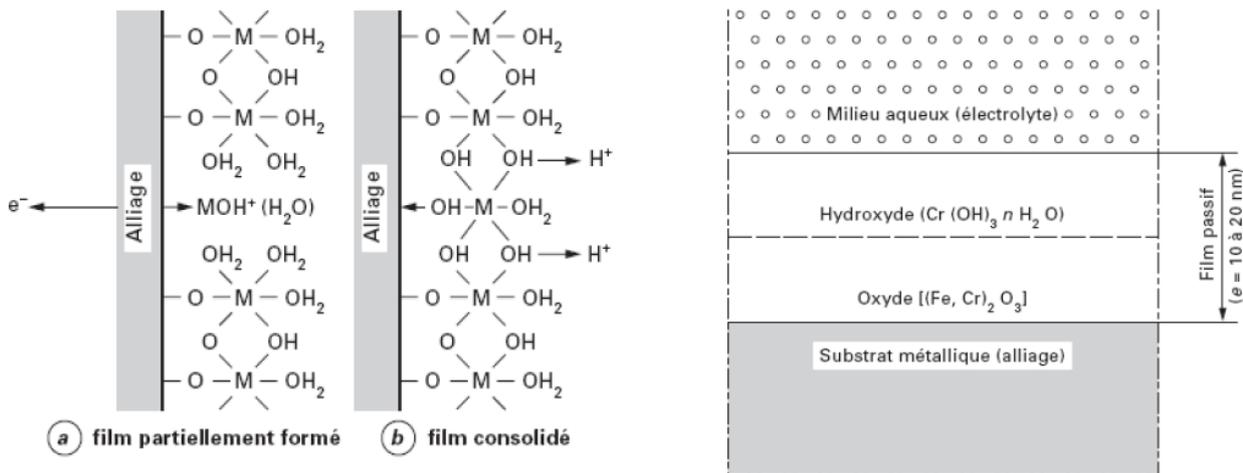


Figure I.22 : Représentation schématique du film passif [11].

#### 1.4.3.2. Diagramme de polarisation

Si à l'aide d'une source de courant extérieur, on fait varier le potentiel métal/solution, on obtient une courbe dite *courbe de polarisation* du matériau, qui est la somme de la caractéristique anodique du matériau et du courant de toutes les autres réactions électrochimiques qui se produisent sur la surface du matériau. La détermination des courbes de polarisation des matériaux en milieu corrosif est un outil fondamental de l'étude des phénomènes de corrosion. Elle se fait généralement à l'aide d'un dispositif de régulation à trois électrodes, en mode potentiostatique, qui permet d'imposer un potentiel métal/solution déterminé à un coupon métallique en fournissant un courant entre la surface à étudier et une contre électrode immergée dans la solution.

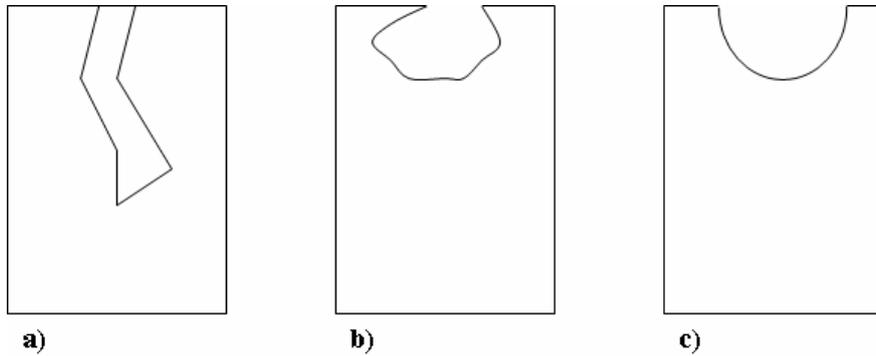
Les courbes de polarisation sont obtenues soit en mesurant le courant stabilisé pour des valeurs croissantes du potentiel métal/ solution (*conditions potentiostatiques*), soit en faisant varier de façon continue le potentiel métal/ solution et enregistrant continûment le courant (*conditions potentiodynamiques*).

#### 1.4.4. Mécanismes de la corrosion par piqûre

La corrosion par piqûres (pitting) est une forme de corrosion localisée au cours de laquelle le métal se dissout très rapidement en certains sites discrets de la surface, le reste de cette surface n'étant sensiblement pas attaqué. Cela se traduit souvent par la formation d'orifices de faibles dimensions mais de profondeur importante. La plupart des matériaux sont sensibles à la corrosion par piqûres mais la présence d'espèces agressives spécifiques est nécessaire. Cette forme d'attaque

induit typiquement des cavités de quelques dizaines de micromètres de diamètre. Le nombre et la forme des piqûres varient selon les conditions expérimentales (Figure I.23).

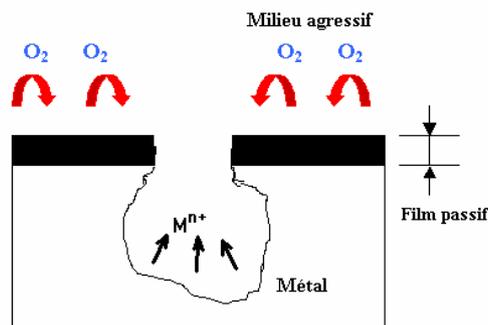
Elle est fréquemment associée à la rupture du film passif, ou à une passivation incomplète en milieu corrosif (inhibiteur en quantité insuffisante).



**Figure I. 23** : Morphologie de piqûre : (a) piqûre profonde, (b) piqûre occluse, (c) piqûre hémisphérique [10].

La corrosion par piqûres est un processus complexe se produisant en plusieurs étapes sur les surfaces métalliques passives [10]. La formation des piqûres nécessite la présence d'anions agressifs, notamment les ions  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  et d'un oxydant. Le nombre et la forme des piqûres de corrosion varient selon les conditions expérimentales.

La **figure I.24** présente schématiquement le mécanisme de la corrosion par piqûres.



**Figure I.24** : Amorce et réduction des piqûres [10].

Le film passif est rompu à certains endroits fragiles mettant à nu le matériau et créant ainsi une pile. En présence d'oxygène, ou d'un oxydant tel que  $\text{FeCl}_3$ , une pile de corrosion se forme entre la surface extérieure passive ayant le rôle cathodique, et l'intérieur de la piqûre active jouant le rôle de l'anode, le matériau est alors mis à nu [10].

Le mécanisme de la corrosion par piqûres se fait suivant deux étapes successives :

- Amorçage (initiation) des piqûres.
- Croissance des piqûres.

# CHAPITRE II

## **MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES**

## II.1. Introduction :

Des techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation ont été utilisées pour caractériser la microstructure des échantillons. Dans cette partie nous présentons ces techniques et les matériaux utilisés pour la réalisation de ce travail.

## II.2. Matériaux utilisés

### II. 2. 1. Composition chimique

Le matériau utilisé dans la présente étude est un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance SAF2205 selon la désignation américaine. Le prélèvement des échantillons a été fait à partir d'un tube de diamètre 8 pouces (179,2 mm) et d'épaisseur 8,18mm, fourni par l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (GTP) à Réghaia. Les fiches techniques livrées par le fournisseur nous ont renseigné sur la composition chimique du métal de base et celle du métal d'apport utilisés au soudage (**tableau II.1 et II.2**). Son état initial est caractérisé par la présence d'une structure biphasée constituée de deux phases, l'austénite  $\gamma$  de structure c.f.c et la ferrite  $\delta$  de structure c.c.

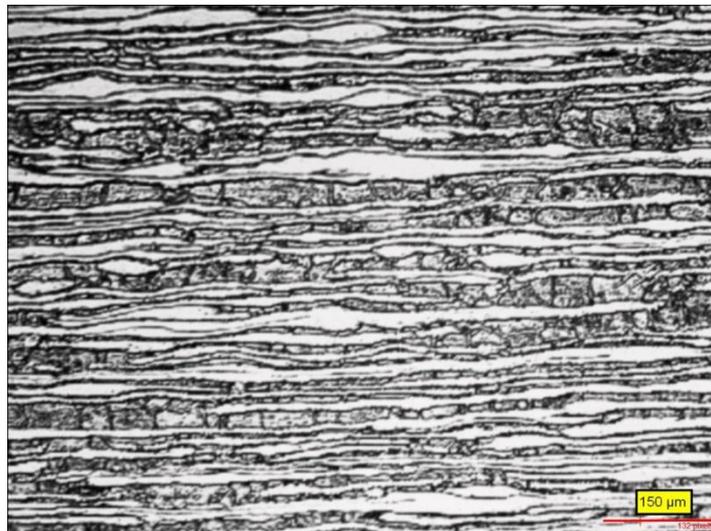
**Tableau II.1.** Composition chimique du métal duplex 2205.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N <sub>2</sub>	Cu
%	0.012	0.42	1.7	0.014	0.006	22.93	3.06	8.82	0.159	0.03

**Tableau II.2.** Composition chimique du métal d'apport utilisé.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N <sub>2</sub>	Cu
%	0.026	0.88	0.70	0.022	0.01	22.97	3.08	8.58	0.177	0.12

Un examen au microscope optique de l'état initial de l'acier a permis d'obtenir la micrographie ci-contre :



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

## II. 2. 2. Propriétés mécaniques avant soudage

Dans les applications industrielles des structures soudées, une étude microstructurale est insuffisante pour décider de la qualité du joint si celle-ci n'est pas complétée par une étude de ses propriétés mécaniques. Dans cette étude on s'est intéressé à suivre l'évolution des différentes propriétés mécaniques du joint en fonction des changements de phase dus au soudage. Une présentation des propriétés mécaniques du matériau de l'étude avant soudage (**Tableau II.3** et **Tableau II.4**) à partir des fiches techniques.

**Tableau II.3.** Caractéristiques mécaniques du métal d'apport utilisé.

ESSAI DE TRACTION				ESSAI DE RESILLENCE
Limite élastique app MPa	Limite élastique MPa	La rupture MPa	L'allongement %L0=5d	Valeur de résilience minimale KV
510	550	680	20	70

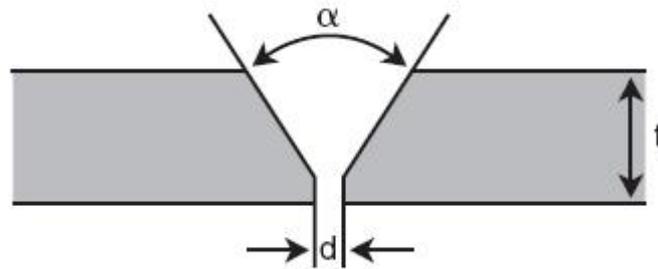
**Tableau II.4.** Caractéristiques mécaniques du métal duplex 2205.

ESSAI DE TRACTION				ESSAI DE RESILLENCE
Limite élastique app MPa	Limite élastique MPa	La rupture MPa	L'allongement %L0=5d	Valeur de résilience minimale KV
540	580	690	22	47

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

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

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



*Figure II.2. Forme et dimensions du chanfrein préparé*

#### II.3.1. Conditions du mode opératoire

##### II.3.1.1 Préchauffage

En général, le préchauffage des aciers inoxydables duplex et superduplex n'est pas exigé sauf lorsque des effets de bridage sévère sur des structures à forte teneur en ferrite (ZAT) peuvent provoquer la fissuration par hydrogène. Dans de tels cas, un préchauffage jusqu'à 150 °C est recommandé.

##### II.3.1.2 Température d'interpasse

Pour les aciers duplex à 23 % Cr sans Mo et 22 % Cr, la température entre passes ne doit pas dépasser 200 °C ; elle ne doit pas dépasser 150°C pour les nuances duplex et super duplex. Une température maximale de 100 °C est recommandée pour obtenir des propriétés optimales pour le métal fondu. Lorsqu'un traitement d'hypertrempe doit être appliqué après soudage, il n'est pas exigé de limite particulière aux temps entre passes [1].

##### II.3.1.3 Energie de soudage

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

$$E_{skJ/mm} = \frac{I_{(A)} \times U_{(V)}}{V_{S(mm/min)}} \times \frac{60}{1000}$$

où

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

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

#### II.3.1.4 Protection envers

Les procédés de soudage à l'arc, et particulièrement le soudage TIG, impliquent nécessairement des moyens de protection du bain de métal en fusion contre le phénomène d'oxydation. La protection externe est assurée par un courant d'argon amené par la torche et la protection interne par un balayage d'argon [11]. Les soudures mal protégées présentent en général un certain état d'oxydation du métal fondu et de la zone affectée thermiquement [11]. Dans le soudage des aciers inoxydables duplex, l'argon est le plus utilisé comme gaz de protection pour son moindre coût et son faible potentiel d'ionisation qui favorise la formation d'un plasma au passage de l'arc électrique. De plus, l'argon étant plus lourd que l'hélium, il enveloppe plus longtemps la surface de soudage assurant ainsi une meilleure protection. On notera que l'utilisation de l'hélium comme gaz de protection, de par son potentiel d'ionisation élevé et sa meilleure conductivité thermique, conduit à une tension d'arc supérieure et donc à une énergie transférée plus importante ; cependant sa densité plus faible entraîne une distribution spatiale de température plus large. Le débit optimal de gaz ne doit pas perturber le bain liquide et un écoulement laminaire est préférable.

#### II.3.2. Procédés de soudage utilisés

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

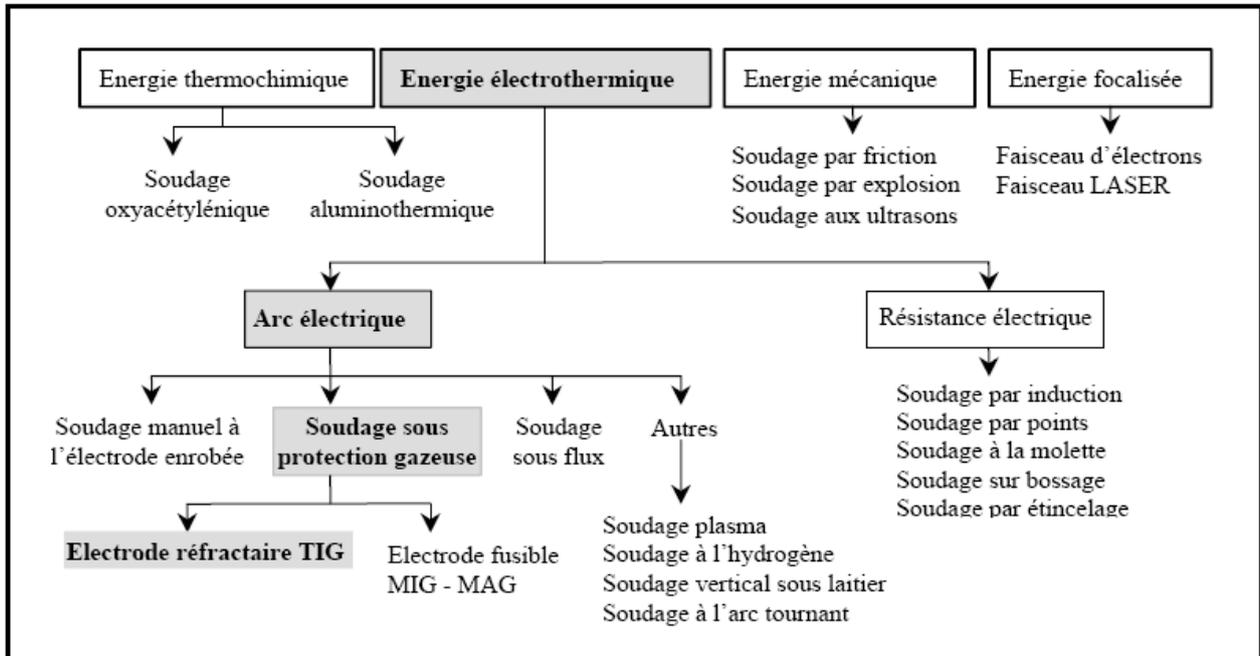


Figure II.3: Classification des procédés de soudage [12]

Le choix d'un procédé de soudage pour assembler les aciers inoxydables duplex est dicté par des impératifs technologiques et économiques. Parmi les procédés utilisés pour l'assemblage de ces aciers on trouve le SMAW, SAW, MIG, et le TIG. Pour le soudage des tubes, il est de pratique courante d'exécuter la passe de fond par soudage TIG puis les passes de remplissage en soudage manuel avec électrode enrobée.

### II.3. 2.1. Conditions de soudage

#### ➤ Procédé utilisé

L'assemblage par soudage est réalisé par une torche de soudage. L'alimentation en gaz et en courant électrique se fait par la torche. Les électrodes réfractaires sont en tungstène, d'où l'abréviation couramment utilisé T.I.G = Tungstène Inerte Gaz. C'est le procédé utilisé pour effectuer les soudures bout à bout de notre étude, fais en trois passes avec un métal d'apport de type duplex 2205. Dans ce qui suit nous présentons brièvement le procédé TIG.

#### Le procédé TIG

Le procédé TIG est souvent utilisé pour le soudage de tubes et de tôles de faible épaisseur, il est également utilisé dans les premières passes des structures de forte épaisseur. Le soudage TIG assure l'intégrité de la zone fondue par sa protection gazeuse. L'absence de transfert de métal dans l'arc assure un comportement d'arc et de bain très stable garantissant des qualités de cordons optimales, lisses en endroit et en envers, exempts de défauts tels que les caniveaux, les morsures ou les projections de métal. La torche de soudage (**figure II.4**) est composée de l'électrode de tungstène,

d'une arrivée de gaz, et d'une buse en céramique permettant de canaliser le flux gazeux, et éventuellement d'un circuit de refroidissement. Pour le soudage manuel, la torche est équipée d'une gâchette qui permet d'amorcer l'arc électrique et le cycle de soudage [12].

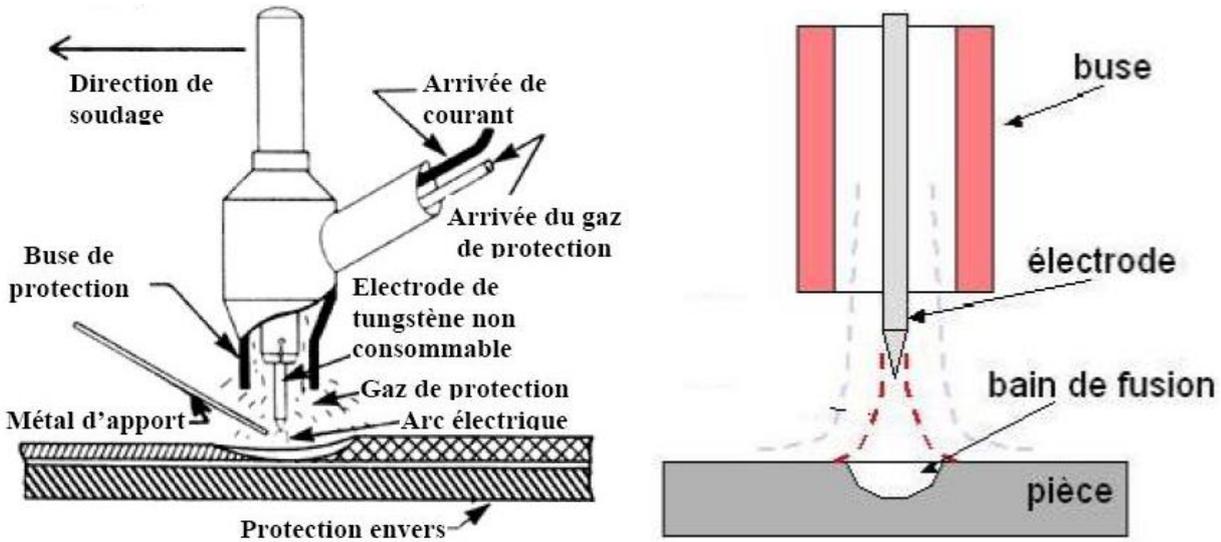


Figure II. 4. Représentation schématique du principe du soudage TIG [12]

Pour éviter l'oxydation du métal et des zones thermiquement affectées au cours du refroidissement, on utilise des systèmes de protection du cordon endroit et envers qui confinent sous atmosphère neutre les zones sensibles. L'arc électrique est créé dans une veine de gaz inerte grâce à une électrode réfractaire en tungstène qui peut contenir des éléments d'addition comme le thorium ou l'yttrium pour favoriser l'émission électronique. Cet arc engendre un champ magnétique auto induit qui crée à son tour des forces de Lorentz qui vont entraîner le gaz de protection vers la surface de la pièce. L'énergie calorifique provenant du plasma constitué des particules d'ionisation du gaz de protection, des électrons de l'arc électrique et d'éléments métalliques vaporisés, permet de faire fondre localement les bords à souder formant ainsi le joint soudé après refroidissement [11,12].

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

#### ➤ Spécification des paramètres de soudage

L'opération de soudage a été réalisée à l'atelier de soudage à **GTP-Sonatrach Réghaia** avec le procédé **TIG** manuel. Le métal d'apport devant avoir une composition chimique aussi proche que possible de celle du métal de base pour assurer la continuité métallique ce qui nous a fourni une soudure homogène d'un aspect bon. Le choix du métal d'apport se porte sur l'acier inoxydable

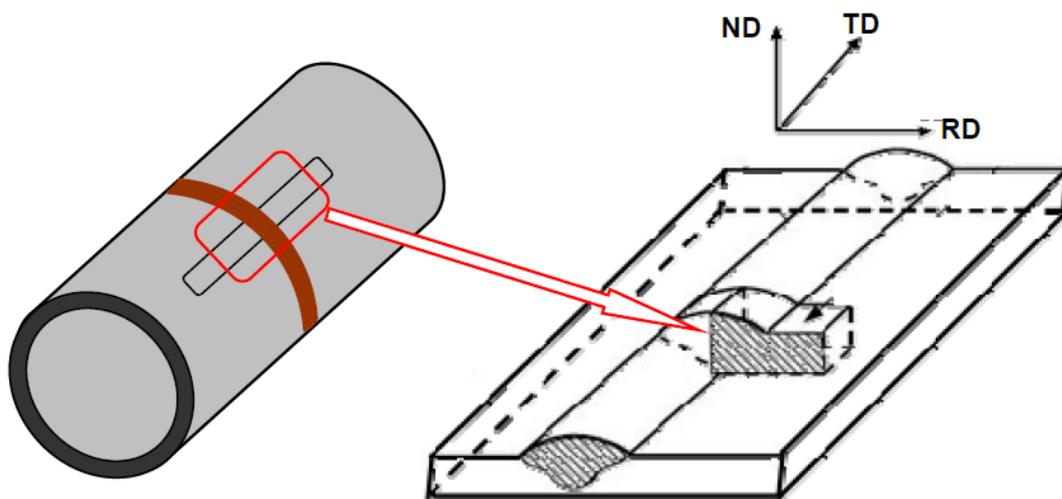
duplex *ER39553 (UNS Number)* selon les recommandations de la spécification *AWS A5-9-93* de la norme *ASME section IX* (2010).

Les électrodes réfractaires doivent être parfaitement épointées pour que la densité de courant soit la plus élevée possible. L'arc est établi entre une électrode non fusible en tungstène et la pièce à souder (**figure II.4**). La chaleur dégagée permet la fusion des bords à assembler et, si besoin est, du métal d'apport. L'électrode et le bain de fusion sont protégés de l'oxydation par une atmosphère de gaz inerte. L'argon pur, l'hélium ou l'azote hydrogéné sont les gaz les plus fréquemment utilisés. Hormis la protection du bain de fusion, ces gaz n'ont aucune action bénéfique sur le métal fondu d'où l'importance du choix du métal d'apport adéquat.

## II.4. Prélèvement et préparation des échantillons

### II.4.1. découpage des échantillons

La connaissance des propriétés d'un matériau nécessite une évaluation de la forme, de la distribution, de la quantité et de la nature des constituants (phases) qui le compose. Pour une technique d'analyse donnée, le mode de prélèvement des échantillons à partir des composants industriels dépend de l'information recherchée. Dans le cas du soudage, le suivi de l'évolution structurale en fonction des passes de soudage nécessite le plus souvent un prélèvement d'échantillon dans la direction transverse à celle du soudage. Pour notre travail, nous avons effectué des coupes transversales dans le cordon de soudure. Le sens de soudage correspond à la direction TD de l'échantillon. Le sens de prélèvement de l'échantillon par rapport aux directions RD, TD et ND est représenté schématiquement dans la figure II.5. Ce mode de prélèvement a été adopté pour toutes les observations microscopiques effectuées dans ce travail.



**Figure II.5.** Représentation schématique du mode prélèvement des échantillons à partir du tube soudé

### II.4.2. Préparation des échantillons pour les observations microscopiques

Après découpage à froid de la tôle d'acier soudé au niveau de l'atelier d'usinage à l'entreprise ALTUMET Spa Réghaia. Les différents échantillons ont ensuite subi une succession d'étapes de préparation pour l'observation au microscope optique :

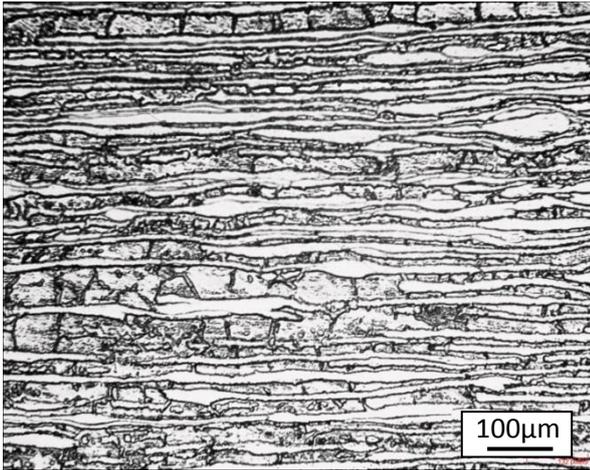
- Enrobage des échantillons dans une résine phénolique à froid.
- Polissage mécanique au papier émeri de grosseurs décroissantes : 120, 240, 400, 600, 800, 1000 et 1200.
- Polissage de finition réalisé sur drap en feutre avec utilisation de l'alumine. Ensuite, la surface polie est rincée abondamment à l'eau et séchée.
- Révélation de la microstructure au moyen d'attaques chimiques : En microscopie optique le choix du réactif d'attaque chimique dépend des détails microstructuraux recherchés (contraste de phase, joints de grains, précipités, ...etc). Pour l'analyse microstructurale des soudures de l'acier duplex 2205 utilisé dans ce travail, on a utilisé l'attaque électrolytique au KOH. Contrairement à l'attaque ordinaire réalisée à l'eau régale glycinée, cette attaque est réalisée à l'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 10 N (56g KOH, 100ml H<sub>2</sub>O). L'attaque est faite à température ambiante avec des durées allant de 5 à 30s sous une tension de 6V ; elle révèle et teint la ferrite, les carbures de chrome et l'austénite ; les joints de grains et les joints de macle ne sont pas révélés par cette attaque.

### II.4.3. Observation au microscope optique

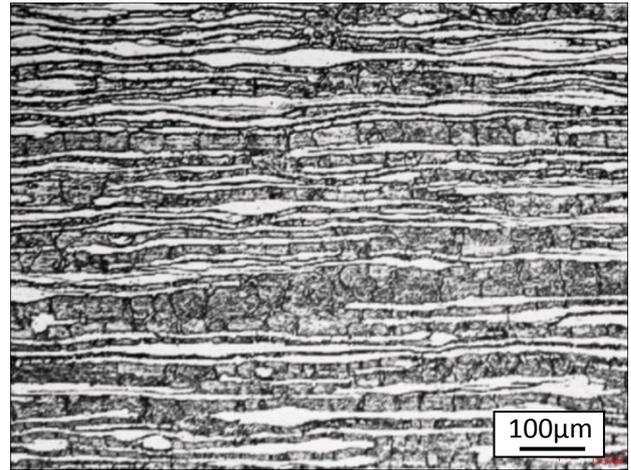
Nous avons utilisé un microscope optique de marque **EUROMAX** équipé d'une caméra numérique avec logiciel permettant l'acquisition et la sauvegarde des différentes images. Et un système d'acquisition d'images numériques qui permet l'enregistrement et le traitement des micrographies sous format *TIFF*. Positionnement des plages d'observation selon la morphologie du cordon de soudure. L'estimation des proportions des différentes phases est basée sur le traitement des images obtenues de l'attaque électrolytique.

On a révélé des plusieurs observations des principales zones constituants la soudure avec des différents grossissements.

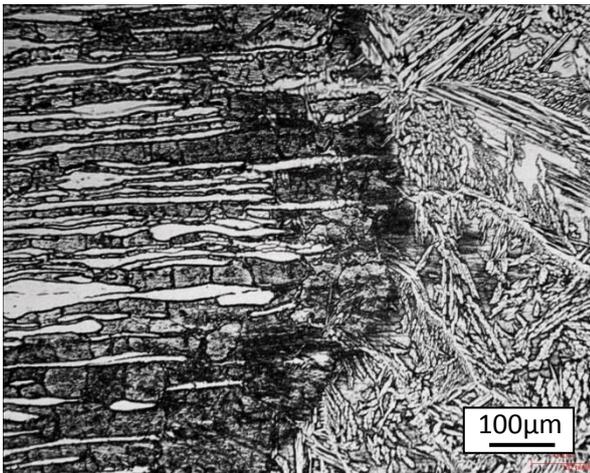
G 100



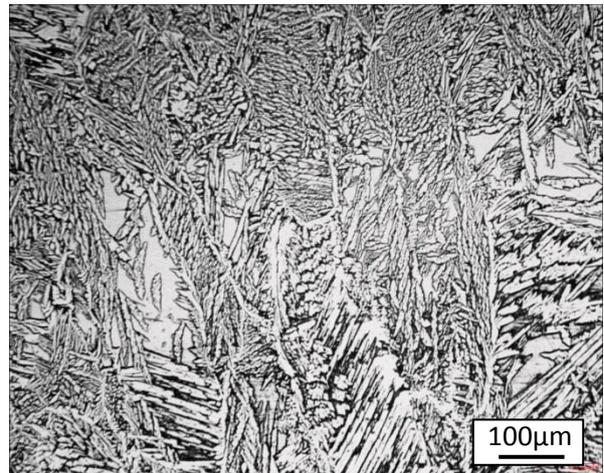
MB



ZAT

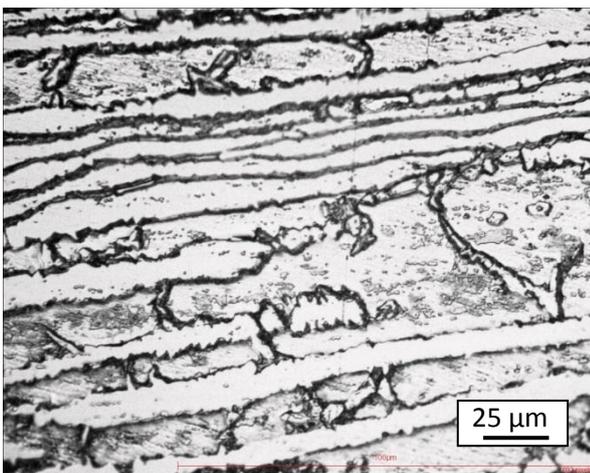


LF

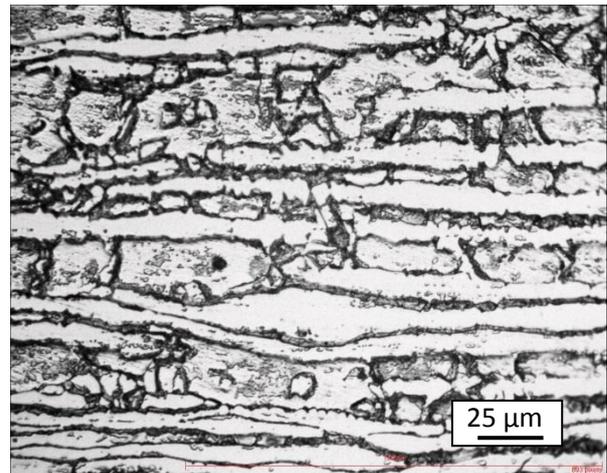


ZF

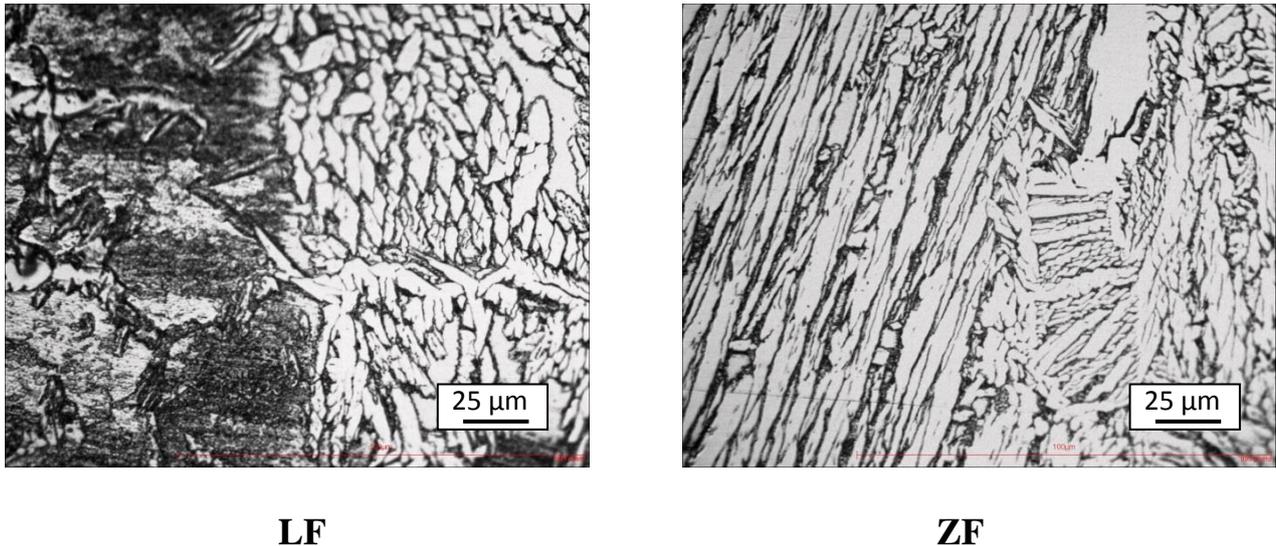
G 400



MB



ZAT



**Figure II.6 :** observations à l'aide d'une microscopie optique de principales zones constituantes la soudure avec des différents grossissements de l'acier inoxydable duplex 2205.

## II.5. Comportement métallurgique des microstructures dans le cordon de soudure

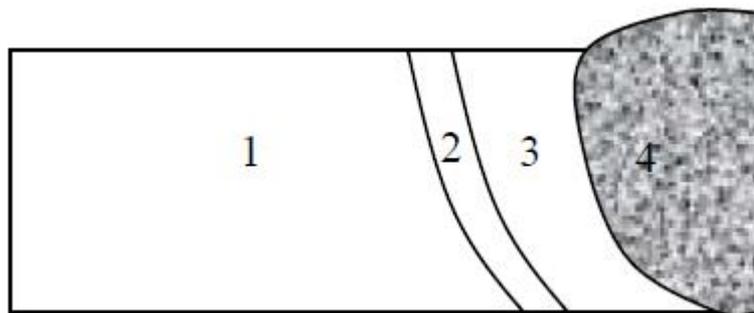
### II.5.1. Introduction

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 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 en acier inoxydable duplex peut changer de manière significative par rapport à celle du métal de base. Cette variation compromet souvent leur tenue à la corrosion et leur comportement mécanique dans les conditions de service. La maîtrise des microstructures de la ZAT des aciers inoxydables duplex dépend d'une meilleure compréhension des transformations de phase.

Dans ce chapitre nous présentons les différents états de structure du joint de soudure suite à l'opération de soudage. Le métal d'apport utilisé permet d'obtenir des taux de ferrite pouvant aller jusqu'à 45% dans certains endroits de la soudure.

### II.5.2. Aspect macrographique

Les cycles thermiques de soudage induisent des transformations métallurgiques complexes au niveau du cordon de soudure. Ces transformations engendrent une hétérogénéité structurale importante dans cette zone. Une coupe métallographique effectuée perpendiculairement au plan de soudage est nécessaire pour caractériser ces différents états structuraux. Cette évolution structurale dans le cordon de soudure varie d'un acier à un autre en fonction de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. D'une manière générale, les zones constituant les soudures d'aciers inoxydables duplex sont les mêmes que celles rencontrées dans les soudures d'autres types d'alliages métalliques à savoir la zone fondue et la ZAT. Une illustration schématique de ces différentes zones est représentée dans la **figure II.7**.



*Figure II.7* représentation schématique des différentes zones constituant la soudure.

La zone 1 est le métal de base non affecté par les cycles thermiques de soudage. Dans cette zone le métal ne subit pas de transformation et donc conserve sa structure initiale. Les zones 2 et 3 constituent la ZAT ; dans cette zone les cycles thermiques de soudage provoquent à partir de l'état initial de l'acier une ou plusieurs transformations à l'état solide. Dans le cas de l'acier inoxydable duplex 2205, on enregistre la transformation  $\gamma \rightarrow \delta$  au chauffage et  $\delta \rightarrow \gamma$  au refroidissement. Cependant certaines structures de forte épaisseur où on a un refroidissement lent, peuvent être sujettes à une transformation de la ferrite en phases et composés intermétalliques ( $\sigma$ ,  $\chi$ , carbures ...etc.).

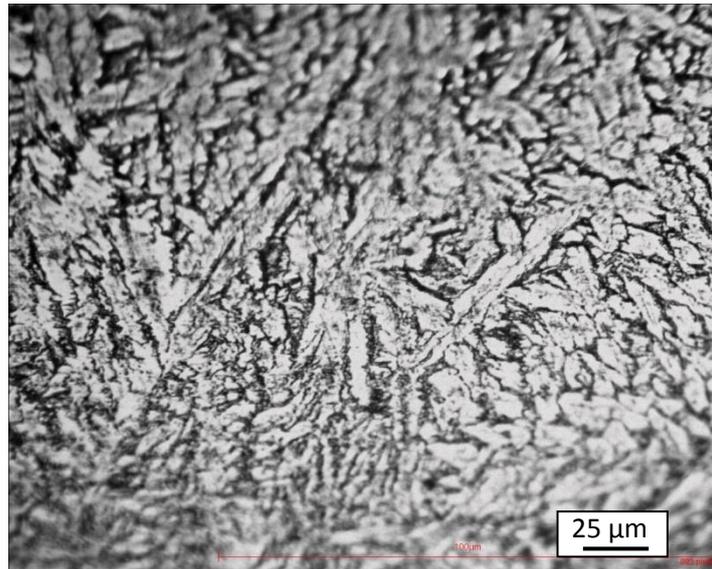
La zone 4 désigne le métal fondu caractérisé par la présence d'une structure de solidification. Dans ce qui suit nous présentons en détail l'évolution structurale dans chacune de ces zones de l'acier inoxydable duplex 2205.

### II.5.3. Solidification et formation de l'austénite dans la zone fondue

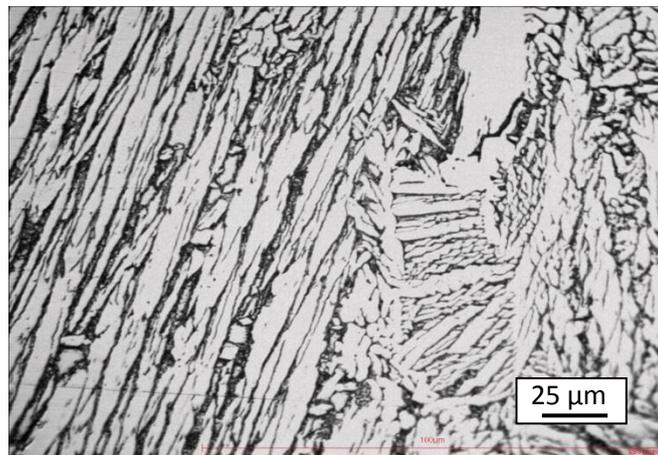
La structure du métal fondu des soudures des aciers duplex est différente de celle des métaux de base à cause de la différence de composition chimique et de l'historique thermique.

Lors du soudage de l'acier duplex 2205, la solidification se produit en mode ferritique. Lors du refroidissement, l'austénite apparaît par transformation à l'état solide comme le montre la coupe du diagramme Fe-Cr-Ni. Afin d'étudier l'effet de la superposition des passes de soudage sur la microstructure et l'équilibre ferrite/austénite dans la zone fondue.

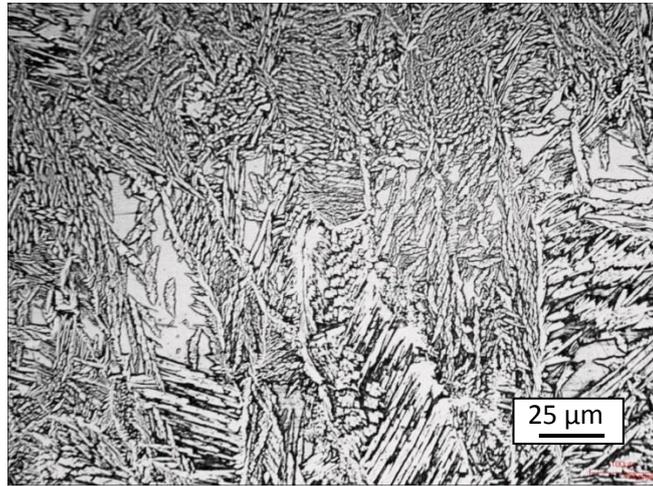
La figure II.8 présente l'observation microscopique pour chaque passe de soudage avec un grossissement 400.



a) La première passe



b) La deuxième passe



c) La dernière passe

**Figure II.8 :** Observation microscopique des 3 passes de soudure de l'acier inox duplex 2205.

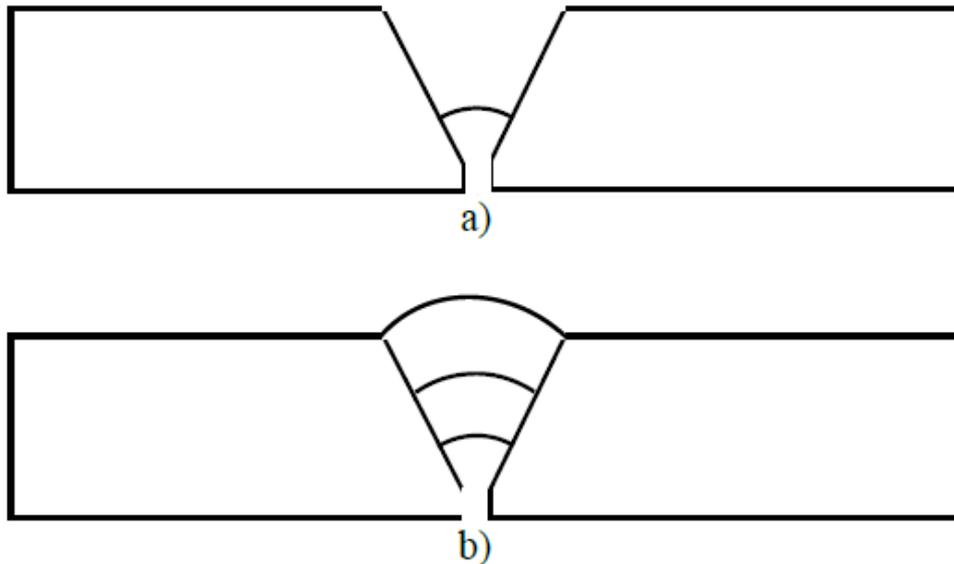
L'observation microscopique a permis de visualiser les grains ferritiques et leurs contours en observant la répartition continue des grains d'austénite. La figure II.8a montre une structure de solidification duplex caractérisée par de gros grains ferritiques (qu'on voit de façon plus claire dans la figure II.8b), dans lesquels apparaît l'austénite sous différentes morphologies. Ce mode de solidification est accompagnée d'une croissance épitaxiale avec les grains du métal de base.

La nature compétitive de la croissance des grains ferritiques dans les soudures d'aciers duplex est l'un des facteurs responsables de la formation de gros grains ferritiques .

#### II.5.3.1. Soudure en une passe

En plus des cycles thermiques de soudage et de la vitesse de refroidissement, la structure de solidification dans les soudures d'aciers duplex est fonction de l'action conjuguée des teneurs en éléments stabilisateurs de la ferrite et de l'austénite. On doit donc s'attendre à une solidification en mode ferritique.

Une représentation schématique sur la première passe de soudure est donnée sur **la figure II.9a.**



**Figure II.9** représentation schématique d'échantillons à partir des soudures

a) une passe,      b) 3 passes

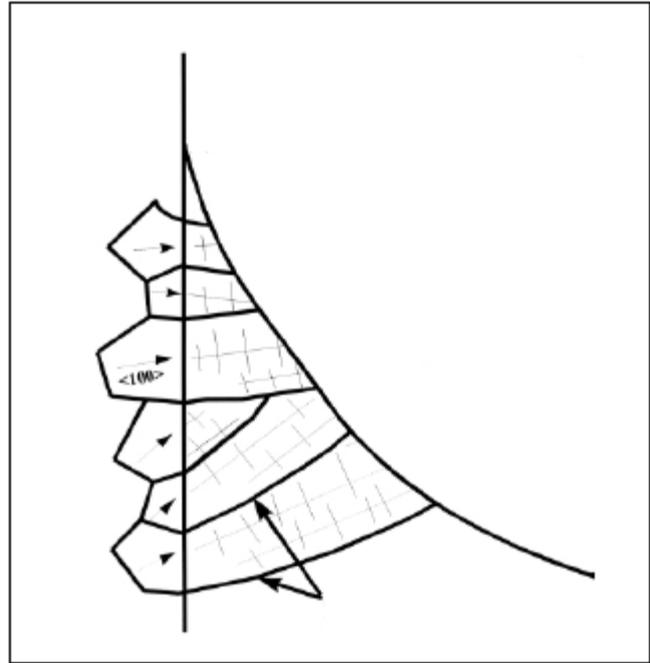
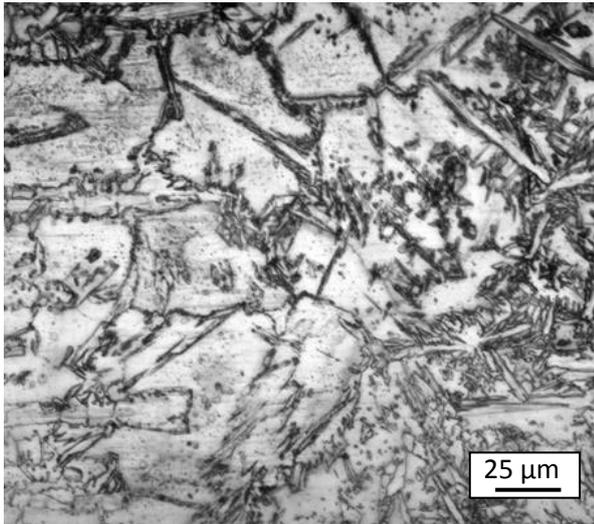
En bordure du joint soudé, la solidification s'amorce au contact des cristaux du métal de base demeurés à l'état solide. Il en résulte qu'au lieu de se développer à la faveur de germes répartis au niveau de la paroi froide où s'amorce la solidification, les grains de solidification de la zone fondue s'orientent sur ceux du métal de base.

Il en résulte, comme le montre la micrographie optique de la **figure II.10.a** et la représentation schématique de la **figure II.10.b**, que les joints de grains du métal de base trouvent leur prolongement dans le métal fondu. Dans ce cas précis, le phénomène est caractérisé par une microstructure de type cellulaire très géométrique. On peut expliquer sa formation par la mise en solution d'une fraction de métal de base, on parle alors de dilution, qui affecte localement la composition du métal d'apport.

La transformation en austénite est due à la redistribution des éléments Cr, Ni, Mo, N entre la ferrite et l'austénite.

L'austénite formée à ce niveau présente deux morphologies principales :

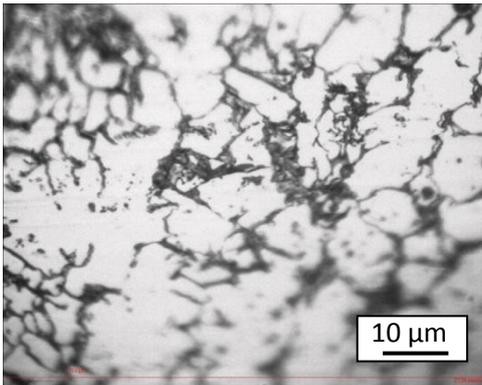
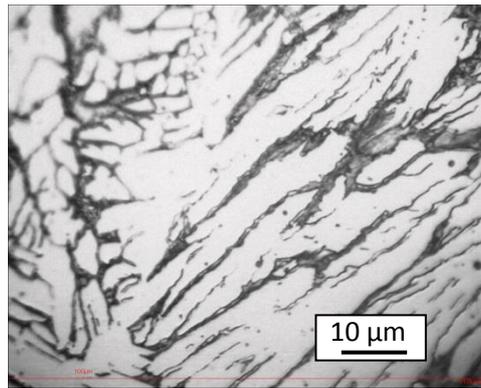
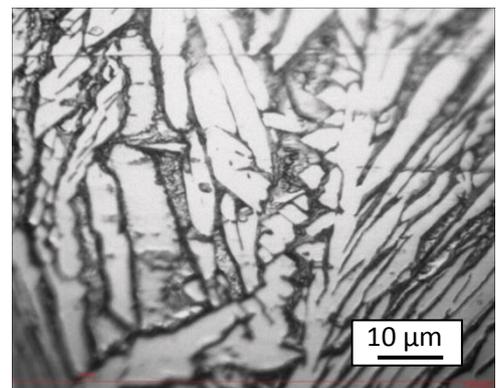
- Structure allotrimorphe au niveau des joints de grains.
- Structure Widmanstätten inter et intragranulaire répartie aléatoirement dans les grains ferritiques.



**Figure II.10** Illustration de la croissance épitaxiale, a) micrographie optique, a) représentation schématique.

### II.5.3.2. Soudure en 3 passes

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

a) 1<sup>ère</sup> passeb) 2<sup>ème</sup> passec) 3<sup>ème</sup> passe

**Figure II.11** observation microscopique du métal fondu réalisé en 03 passes de soudage G1000.

Les différentes morphologies des grains d'austénite observées dans notre cas (**figure II.11**) sont :

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

## II.6. Etude des propriétés mécaniques

On a montré précédemment que les joints soudés en acier inoxydable duplex 2205 sont caractérisés par une hétérogénéité structurale importante caractérisée par un déséquilibre de phase  $\delta/\gamma$  entre le métal de base, la zone fondue et la ZAT ainsi qu'un grossissement de grains dans cette dernière. Cette nouvelle répartition microstructurale à travers le joint soudé affecte ses propriétés mécaniques.

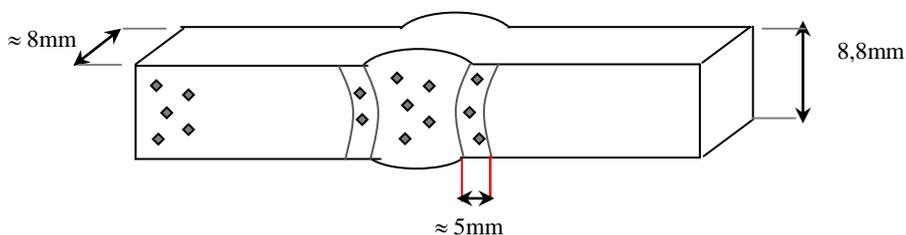
Cette investigation microstructurale reste insuffisante pour décider de la qualité du joint si ses propriétés mécaniques ne sont pas soigneusement étudiées.

Dans ce qui suit, on présente l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction de l'opération de soudage.

### II.6.1. Essai de dureté

On effectue des mesures de dureté HV à différentes charges afin de voir l'influence de la charge de l'essai sur la dureté moyenne et étudier les variations de dureté moyenne entre les différentes zones microstructurales de la soudure : métal de base (MB), zone fondue (ZF), zone affectée thermiquement (ZAT). .

- Nombre d'empreinte : 5 empreintes par zone microstructurale
  - Dureté moyenne dans le métal de base loin du cordon = moyenne des 5 mesures
  - Dureté moyenne dans la zone fondue (dans le cordon) = moyenne des 5 mesures
  - Dureté moyenne dans la zone affectée par la chaleur (5mm de largeur après la frontière du cordon) = moyenne des 5 mesures



**Figure II.12 :** Représentation schématique de l'essai de dureté moyenne effectuée sur l'échantillon de l'acier 2205.

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

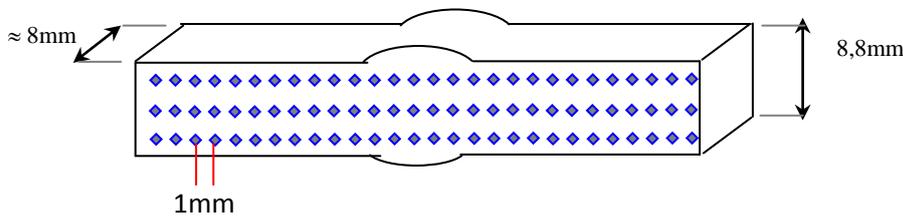
**Tableau III.5.** Caractéristiques mécaniques mesurées à l'état brut de soudage.

	<b>HV0.2</b>
<b>MB</b>	283.85
<b>ZAT</b>	318.92
<b>ZF</b>	339.12

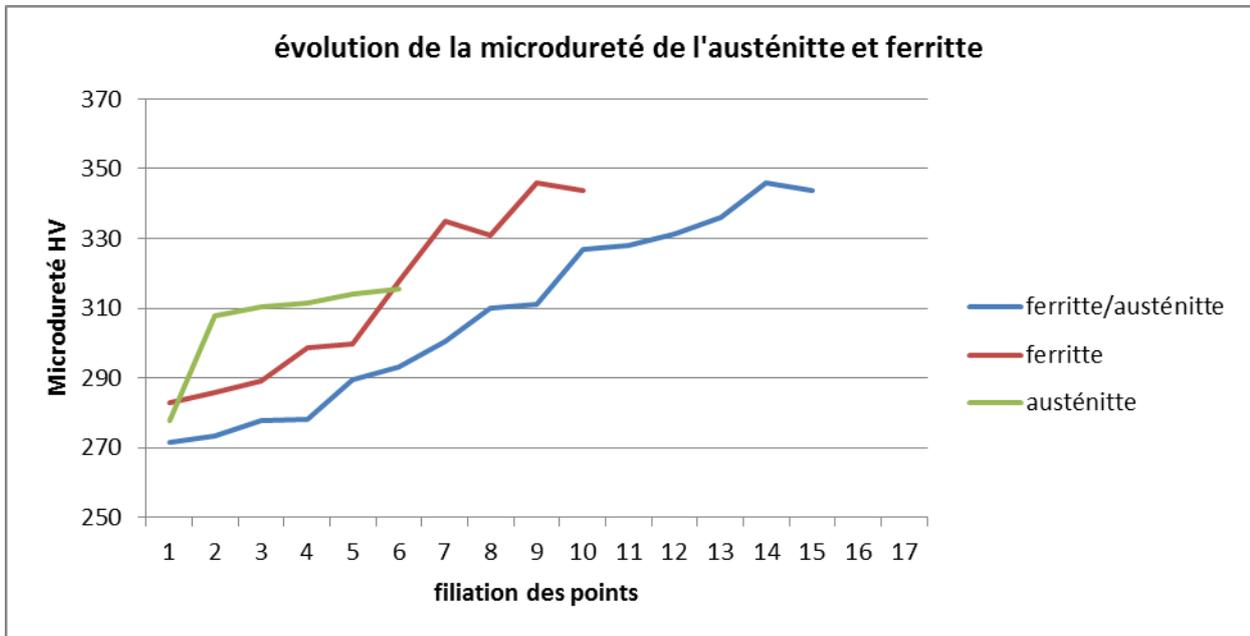
**II.6.2. Essai de dureté par filiation**

Le but est d'effectuer 3 rangés de mesures de dureté HV pour voir l'effet du soudage sur la dureté aux trois niveaux de la soudure qui correspondent au nombre de passes de soudage.

- Dureté Vickers HV
- Charge = 5Kgf
- Distance entre empreinte : 2mm



**Figure II.13** Représentation schématique de l'essai de dureté par filiation effectuée sur l'échantillon de l'acier 2205.



**Figure II.14 :** Evolution de la dureté de l'austénite et ferrite suite à une filiation des points.

La figure II.11 montre une élévation très significative de la dureté. Au-delà la dureté de l'acier se remet à accroître du fait de l'augmentation du taux de ferrite.

## II.7. Caractérisation électrochimique de la soudure

On fait varier le potentiel métal/solution, on obtient une courbe dite courbe de polarisation du matériau, qui est la somme de la caractéristique anodique du matériau et du courant de toutes les autres réactions électrochimiques qui se produisent sur la surface du matériau. Le tableau II.6 montre la composition chimique de l'eau de mer qu'on a utilisée comme solution.

**Tableau II.6:** Composition chimique à  $T = 25^{\circ}\text{C}$  de l'eau de mer en **mg/litre**.

Nom	Formule	Eau de mer naturelle
Chlore	Cl	19.497
Sodium	Na	11.049
sulfate	SO4	2.750
Magnésium	Mg	1.318
Calcium	Ca	4.22
Potassium	K	4.08
Brome	Br	6.7
Strontium	Sr	8.1
Fluor	F	1.3
Ammonium	NH4 :N	0.003
Nitrite	NO2 :N	0.002
Azote	N2	11
nitrate	NO3 :N	0.003

### II.7.1. Courbe de polarisation de métal de base et zone fondue

L'interprétation, en termes de corrosion, des courbes de polarisation tracées repose sur l'extrapolation des pentes de Tafel. Le traitement de données électrochimiques met en évidence des parties linéaires sur les branches cathodiques, descendantes et montantes respectivement, et obtention des droites cathodiques et anodiques avec leurs coefficients directeurs  $bc$  et  $ba$ , d'où on repère le point de corrosion. Les tableaux II.6 et II.7 présentent les résultats du calcul effectués à partir des courbes de polarisation en coordonnées logarithmiques.

**Tableau II.7 :** Résultats des essais électrochimiques de MB.

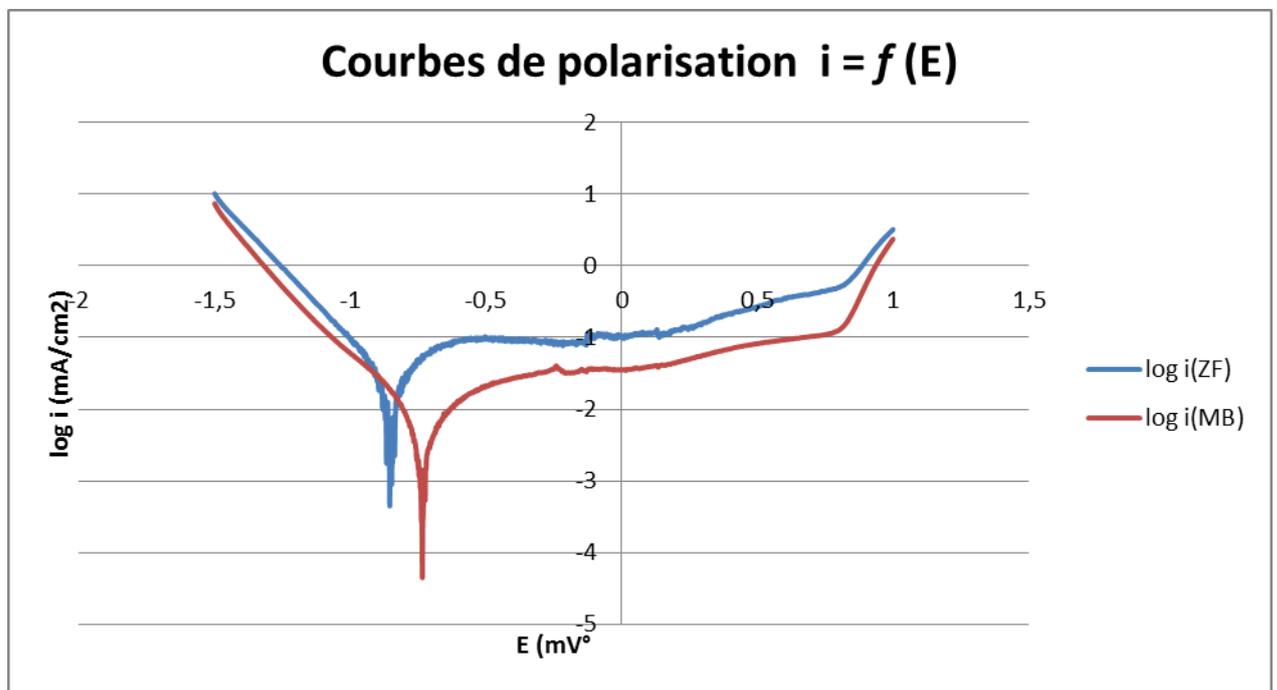
	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	$R_p$ ( $K\Omega.\text{cm}^2$ )	$V_{corr}$ (mm/an)	$Ba$ mV	$Bc$ mV
Métal de base	-739.5	1.0114	8.29	12.07	64.8	-54.1

**Tableau II.8** : Résultats des essais électrochimiques de ZF.

	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	$R_p$ ( $\text{K}\Omega.\text{cm}^2$ )	$V_{corr}$ (mm/an)	$Ba$ mV	$Bc$ mV
Zone fondue	-858.1	6.9761	2.60	83.27	67.8	-80.1

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

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

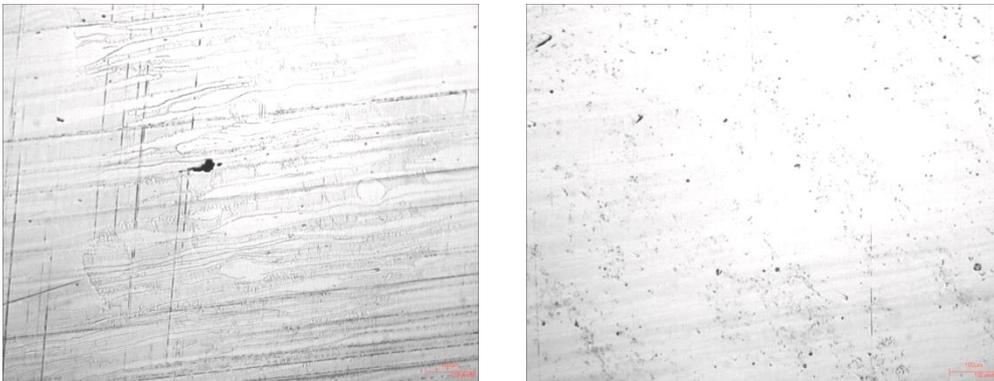
**Figure II.15** : Courbes de polarisation  $i = f(E)$  de MB et ZF dans l'eau de mer.

L'extrapolation de *Tafel* prouve que la densité de courant de corrosion dans une solution d'eau de mer au niveau de la zone fondue était plus élevée que celle dans la ZAT et le MB.

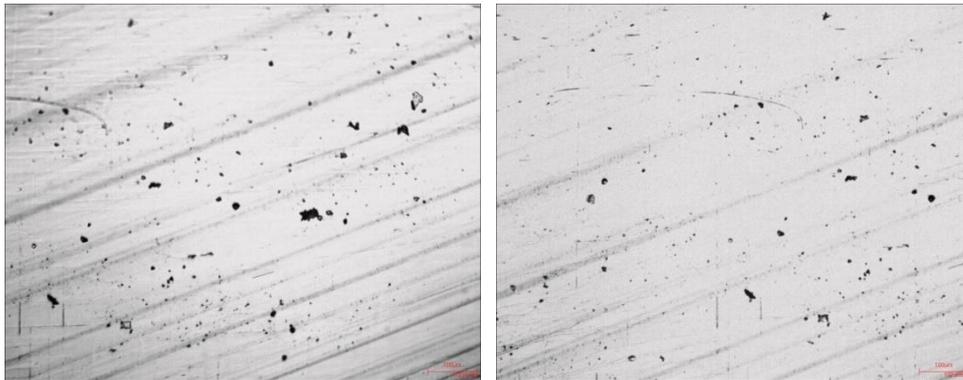
Du côté anodique de la courbe, la dissolution accrue en métal à de grandes tensions anodiques peut mener à l'accumulation des cations dissous près de la surface d'électrode.

La corrélation entre la microstructure et les propriétés électrochimiques

La résistance à la corrosion de l'acier inoxydable duplex 2205 a été évaluée dans une solution d'eau de mer contenant une concentration élevée en ions chlorures ce qui implique une corrosion localisée par piqûration. Après essai de corrosion, le métal de base présente une surface légèrement attaquée avec de rares piqûres comme l'illustre la figure II.16. Les piqûres observées à la zone fondue sont nombreuses sont dispersées et parfois regroupés comme l'illustre la figure II.17.



**Figure II.16** : Piqûres observées au G100 Métal de base.



**Figure II.17** : Piqûres observées au G100 Zone fondue.

Selon les paramètres électrochimiques obtenus, la solution était agressive. Dans la zone fondue de la soudure, la valeur du potentiel ( $-739,5 \text{ mV /ECS}$ ) est moins nobles comparées à celle du métal de base ( $-858,1 \text{ mV /ECS}$ ). La vitesse de corrosion augmente sensiblement de près de 7 fois entre le Métal de base et la zone de fusion (de  $12,07$  à  $83,27 \text{ } \mu\text{m/an}$ ) à cause de la structure hétérogène aciculaire dans le cordon. En effet, l'analyse métallographique nous a permis de distinguer une microstructure dendritique à cause du refroidissement à vitesse incontrôlée lors du soudage, contrairement au métal non soudé qui présente une structure biphasé d'équilibre.

# Conclusion générale

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

La microstructure et l'équilibre de phase  $\delta/\gamma$  change de manière significative lors du soudage TIG de l'acier inoxydable duplex 2205. Dans la zone de surchauffe (partie de la ZAT adjacente à la ligne de fusion), la microstructure de l'acier est portée jusqu'au domaine ferritique monophasé lors du chauffage par le cycle thermique du soudage. En raison du refroidissement rapide, une grande partie de cette ferrite persiste à température ambiante. La microstructure résultante est donc caractérisée par de fortes teneurs en ferrite. La reformation de l'austénite dans cette zone se fait par germination hétérogène lors du refroidissement.

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

La transformation  $\delta \rightarrow \gamma$  consécutive à cette solidification s'amorce par un mécanisme de germination et croissance. La morphologie de l'austénite dépend de la vitesse de refroidissement. Les grains d'austénite tendent plus vers la forme aciculaire lorsque la vitesse de refroidissement est faible. L'étude de l'évolution microstructurale a été faite dans les différentes zones du cordon de soudure.

Dans la zone fondue de la soudure, la valeur du potentiel est moins noble comparée à celle du métal de base. La vitesse de corrosion augmente sensiblement de près de 7 fois entre le Métal de base et la zone de fusion à cause de la structure hétérogène aciculaire dans le cordon.

# Bibliographie

- [1]. R. N. GUNN. Duplex Stainless Steels. 2000.
- [2]. P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERANGER. Les aciers inoxydables.1990.
- [3]. M. Colombié. "Aciers inoxydables", Techniques de l'Ingénieur, M320, 1991.
- [4]. J. C. Lippold, D.J. Kotecki. Welding metallurgy of stainless steel.
- [5]. ASM metals Hand book,8th edition, vol. 8, ASM international, Materials Park, OH, P. 291
- [6]. R. Castro, R. Tricot. Etude des transformations isothermes dans les aciers inoxydables semi ferritique à 17 % de chrome. La revue de métallurgie, Part 1, 59:571-586 ; Part 2, 59:587-596 1962.
- [7]. J. Charles. Composition and properties of duplex stainless steel. Welding in the world, 36 (1995) 43-54.
- [8]. S. L. F. GARFIAS-MESIAS, J. M. SYKES, C. D. S. TUCK. The Effect of Phase Compositions on the Pitting Corrosion of 25Cr Duplex Stainless Steel in Chloride Solution. Corrosion Science, Vol.38, No.8, 1996.
- [9]. V. Aubin. Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austénoferritique sous chargement biaxial non proportionnel. Thèse de Doctorat, Ecole centrale de Lille. 2001
- [10]. DIETER- LANDOT. Traités des Matériaux, Corrosion et Chimie de Surface des Métaux. Ed, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, V12. 1993.
- [11]. J.H.QIU. Surf. Interface Anal, Vol 33, page 830-833. 2002
- [12]. K.L WENG, T.H. CHEN, J.R. YANG. The High-Temperature and Low-Temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel. Bulletin of The College of Engineering. NTH, N° 89, page 45-61. October 2003.
- [13]. G.S. REIS, A.M. JORGE JR., O. BALANCING.S. REIS, A.M. JORGE JR., O. BALANCIN. Influence of the Microstructure of Duplex Stainless Steels on their Failure

Characteristics During Hot Deformation. Material Research. (Vol.3), N° 2. São Carlos Apr. 2000.

[14]. W.CURTIS. KOVACH. High Performance Stainless Steels. Technical Marketing Resources, Inc. Pittsburg. PA. USA.

[15]. R.A.RERRENT, T.SUTER, C.SOLENTHALER, G.GULLO, P. J UGGOWITZER, H. BOHNI, M.O SPEIDEL. Corrosion Resistance of Super duplex Stainless Steels in Chloride Ion Containing Environments : Investigations by Mean of a New Microelectrochemical Method II. Influence of Precipitates. Corrosion Science 43, page 727-745. 2001.

[16]. D.Y. KUBAYASHI, S. WOLYNEC. Evaluation Of The Low Corrosion Resistant Phase Founded During The sigma Phase Precipitation in Duplex Stainless Steel. Materials Research. (Vol 2), N°4, page 239-247. 1999.

[17]. I.ZUCATO, M. C. MOREIRA, I. F MACHADO, S. M. GIAMPIETRI LEBAO. Microstructural Characterization and The Effect of Phase Transformation on Toughness of The UNS S31803 Duplex Stainless Steels Aged treated at 850°C. Material Research (Vol 5), N°3, page 385-389. 2002.

[18]. S. S. M.TAVARES, M. R. DE SILVA, J. M NETO. Magnetic Property Changes During Embrittlement of a Duplex Stainless Steels. Journal of Alloys and Compounds 313, page 168-173.2000.

[19]. I. F. MACHADO, A. F. PADILHA. Aging Behaviour of 25Cr-17 Mn High Nitrogen Duplex Stainless Steel. ISIJ International, (Vol 40), N°7, page 719-724. 2000.

[20]. G.OKAMATO & T.SWIBATA. Passivity of metals. Frankenthal (R-P) et Kruger Edit, Electrochem. Soc. Peddington, Nj-USA, page 646. 1978.