

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA



INSTITUT DE GENIE MECANIQUE

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

**EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME
DE MASTER II EN GENIE MECANIQUE OPTION : MATERIEUX ET
TRAITEMENT DES SURFACES**



**L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES
SUR LE COMPORTEMENT MICROSTRUCTURAL ET
MECANIQUE DES SOUDURES EN ACIER
INOXYDABLE DUPLEX 2205**

Présenté(e) par : **Mme BOUFELLAGA Houria.**
Encadré(e) par : **Mme TAHAR CHAOUECH Karima.**

Membres du jury:

Président : Dr.A.Brahimi
Examineur: Mme Hennache
Examineur : Mme

ANNEE 2016/2017

ملخص

في هذا البحث قمنا بدراسة ظاهرة التطور البنيوي الميتالوجرافي و الميكانيكي للفولاذ الامتأكسد الملتحم 2205 ذو التركيبين " الفيريت δ و الأستنتيت γ ، و ذلك بعد إجراء سلسلة من المعالجات الحرارية من 800 إلى 1100°C . بعد عملية التلحيم ، لاحظنا أن توازن المكونات γ/δ للفولاذ قد تعرض إلى اختلال عميق. غير أن عملية المعالجة الحرارية في المجال 800 و 1000°C تسببت في هشاشة المنطقة الملحمة و خاصة المنطقة المجاورة لها المسماة بالمنطقة المتأثرة حراريا (ZAT). هذه الهشاشة تبين أنها ناتجة عن ترسب كربيدات M_{23}C_6 و البنية σ في حواشي الحبيبات δ/δ و γ/δ . تجارب الشد، الصلابة و مقاومة الصدم سمحت لنا بتحديد الخصائص الميكانيكية للفولاذ الملتحم قبل و بعد المعالجة الحرارية.

RESUME

Dans ce travail, on a étudié l'effet des traitements thermiques sur l'évolution des propriétés microstructurales et mécaniques de soudures en acier inoxydable austéno-ferritique « Duplex » 2205.

Une série de traitements thermiques a été réalisée à des températures allant de 800 à 1100°C . L'équilibre des phases δ/γ de l'acier inoxydable duplex 2205 a été considérablement affecté suite à l'opération de soudage.

Le traitement entre 800° et 1000°C a causé une fragilisation de la soudure, surtout au niveau de la ZAT ; Cette fragilisation a été provoquée par la formation des carbures M_{23}C_6 et de la phase intermétallique σ aux niveaux des interfaces ferrite/ferrite et ferrite/austénite.

Des essais de traction, de dureté et de résilience ont été réalisés pour la caractérisation mécanique des soudures avant et après les traitements thermiques

REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce Modeste travail.

J'exprime mes plus profonds remerciements à mon Encadreur Melle Karima TAHAR CHAOUECHE pour avoir encadré ce travail. Je la remercie plus particulièrement pour sa patience et surtout pour sa confiance et son soutien et sa toujours très grande disponibilité et tous ses précieux conseils, et je tiens à lui exprimer toute ma gratitude, pour m'avoir aidé et fait profiter de ses compétences pour mener à bien ce mémoire.

Je remercie tout particulièrement Messieurs : Dr A.Brahimi qui a accepté de juger et de présider le jury ainsi que, Mme le Professeur HENNACHE et Mme..... qui ont également acceptées d'être les examinateurs de ce mémoire.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à tous les personnes qui ont voulu m'aider pour réaliser ce travail et spécialement Mr H.MAZA, Monsieur et Madame BELKESSA, Mr BOUZID et Mr SABOUR son oublier Mr AOUDIA ancien directeur général de Cosider.

Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail :

A ceux qui ont fait de moi ce que je suis : mes chers parents dont je n'oublierai jamais leur grande affection, leur compréhension, leur soutien, leurs sacrifices et leurs encouragements tout le long de mes études.

A mon cher père qui est parti sans crier gare, il n'a pu assister à ma réussite qu'il considérait comme la sienne, Que dieu le tout puissant puisse l'accueillir en son vaste paradis et l'accorder sa sainte Miséricorde.

A mon adorable très chère mère, Que Dieu me la garde et m'aide à rendre un peu de tout ce qu'elle m'a offert.

A petite adorable Boufellaga MALAK et mes très chères copines Rahil Mounira et Tdjine Saida.

TABLE DES MATIERES

RESUME.....	2
REMERCIEMENTS.....	3
DEDICACES.....	4
TABLE DES MATIERES.....	5
LISTE DES ILLUSTRATIONS GRAPHIQUES ET TABLEAUX.....	7
INTRODUCTION.....	10
CHAPIRE I.....	13
I. BIBLIOGRAPHIE : LES ACIERS INOXYDABLES.....	13
1.1 Généralités sur les aciers inoxydables.....	13
I.1.1 Introduction.....	13
I.1.2 Diagrammes d'équilibre de phases des aciers inoxydables.....	14
I.1.3 Les principales familles des aciers inoxydables	16
1.2 Métallurgie des aciers inoxydables duplex.....	19
I.2.1 Microstructure à l'état hyperefflué.....	19
I.2.2 Effet des éléments d'alliage sur l'équilibre de phases dans les aciers.....	22
inoxidables duplex	
I.2.3 Les différentes nuances Duplex et leurs caractéristiques mécaniques.....	25
I.2.4 Facteur influent sur les propriétés mécaniques.....	26
I.2.5 Evolution microstructurales lors d'un traitement thermique.....	28
1.2.5.1 Transformations lors de maintiens à température au-dessus de 1050°C..	29
1.2.5.2 Transformations lors de maintiens entre 600°C et 1050°C.....	30
1.2.5.3 Transformations à températures inférieures à 600°C.....	32
I.3 Soudage des aciers inoxydables	33
I.3.1 Structure de solidification dans les soudures inoxydables duplex	33
I.3.1.1 Rappel sur le principe de base de solidification.....	34
I.3.1.2 Modes de solidification.....	37
I.3.2 Transformation de ZAT.....	39
I.3.3 Reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier 2205.....	41
CHAPIRE II.....	42
II. MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES.....	42
II.1 Introduction	42

II.2	Choix des conditions de soudage.....	42
II.3	Procédure de soudage.....	44
II.3.1	Préparation des éprouvettes pour l’opération de soudage.....	44
II.3.2	Conditions de soudage et mode opératoire.....	44
II.3.3	Procédé de soudage utilisé	46
II.3.4	Exécution du soudage	47
II.4	Prélèvement et préparation des échantillons.....	48
II.5	Les essais de caractérisation mécanique.....	50
II.5.1.	Essais de traction.....	50
II.5.2.	Essai de résilience Charpy	50
II.5.3	Les essais de microdureté	52
II.6	Traitements thermiques d’hypertrempe.....	53
II.7	Caractérisation microstructurale.....	54
II.7.1	Préparation des échantillons	54
II.7.2	Observation au microscope optique (MO) et estimation quantitative des..... proportions des phases	54
II.7.2.1	Détermination de la teneur en ferrite.....	55
CHAPIRE III	57
III.	RESULTATS ET INTERPRETATION.....	57
III.1.	Comportement métallurgique des microstructures dans le cordon de soudure.....	57
III.1.1	Aspect macrographie de la soudure duplex	57
III.1.2	Microstructures des différentes zones.....	58
III.1.2.1	La zone fondue	58
III.1.2.2	la Zone affectée par la chaleur (ZAT).....	64
III.2.	Effet des traitements d’hypertrempe sur l’évolution microstructurale	66
III.2.1.	Effet des traitements d’hypertrempe sur la microstructure MB, ZAT, ZF... ..	67
III.3	Influence des traitements thermiques sur les caractéristiques mécaniques.....	72
III.3.1	Propriétés en traction	72
III.3.2	La Microdureté	73
III.3.3	Essais de résilience.....	75
CONCLUSION	78
REFERENCES	80
ANNEXE	83
LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS	89

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Diagramme d'équilibre Fe-Cr	15
Figure 1.2	Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni [1] montrant l'effet C, Ni et C+N sur les limites des domaines γ et $\alpha + \delta$	15
Figure 1.3	Coupe du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni (à 65 % Fe)	16
Figure 1.4	Coupe du diagramme d'équilibre Fe-Cr- Ni à 1100 °C	16
Figure 1.5	Les différentes microstructures des aciers inoxydables	17
Figure 1.6	Courbes contrainte-déformation typiques des différents types d'aciers inoxydables	19
Figure 1.7	Les microstructures typiques des aciers inoxydables duplex	20
Figure 1.8	Effet de la composition chimique et de la température d'hypertrempe sur les fractions volumique des phases γ/δ	21
Figure 1.9	Diagramme de schaeffler des aciers inoxydables	21
Figure 1.10	Influence de l'azote sur le taux de ferrite dans un système Fe-Cr-Ni : alliage avec 25% chromium and 7% nickel to	24
Figure 1.11	(a) Courbe Temps-Température-Transformation : effet des éléments alliages sur la précipitation et phase intermétalliques (b) Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe	29
Figure 1.12	Formation de l'austénite secondaire et phase σ	31
Figure 1.13	Effets du gradient thermique sur la surfusion	35
Figure 1.14	Représentation schématique des différentes morphologies d'interface S/L en fonction de la vitesse de solidification	35
Figure 1.15	Représentation schématique du bain de fusion : a) schéma en 3D, b) schéma en 2D	36
Figure 1.16	Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe : relation mode de solidification et composition chimique.	38
Figure 1.17	Principe de solidification et formation de l'austénite dans un acier duplex LDX 2101	39
Figure 1.18	Représentation schématique du cycle thermique dans une soudure (monopasse) duplex	40
Figure 1.19	Effet de l'apport de chaleur sur la taille des grains ferritiques	41

Figure II.1	Micrographie optique de l'acier inoxydable duplex 2205 à l'état initial (F ferrite, A : austénite)	43
Figure II.2	Micrographie du Métal de base (2205)	44
Figure II.3	Forme et dimensions du chanfrein préparé	47
Figure II.4	Image montrant la position de soudage TIG avec double protection du cordon	47
Figure II.5	Représentation schématique du mode prélèvement des échantillons à partir du tube soudé	48
Figure II.6	Forme et dimension des éprouvettes de traction selon la norme ASTM	49
Figure II.7	a) Dimensions des éprouvettes de résilience, b) zone de prélèvement des éprouvettes	50
Figure II.8	Schéma illustratif du mouton pendule	51
Figure II.9	Exemple type pour mesure de microdureté sous cordon de soudure	52
Figure II.10	Représentation schématique des différents traitements thermiques	53
Figure II.11	Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique	55
Figure III.1	Macrographie d'une soudure duplex 2205/2205 obtenue avec le réactif A1	57
Figure III.2	Microstructure des différentes zones de la soudure (Gx200)	60
Figure III.3	Illustration de la croissance épitaxiale, a) Micrographie optique, b) Représentation schématique. (Gx200)	60
Figure III.4	Les différentes morphologies de l'austénite dans la zone fondue : influence des cycles thermique successifs (Gx200)	63
Figure III.5	Microstructure de la ZAT en haut au milieu et en bas du cordon (Gx200)	65
Figure III.6	Effet des traitements PWHT sur l'évolution de la microstructure du métal de base MB 2205 (Gx200)	68
Figure III.7	Effet des traitements PWHT sur l'évolution de la microstructure de la ZAT ((Gx200)	69
Figure III.8	Effet des traitements PWHT sur l'évolution de la microstructure du métal fondu (ZF) (Gx200)	70
Figure III.9	Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la température de mise en solution après soudage	71
Figure III.10	Evolution de Rm et A% en fonction de la température de traitement thermique	72
Figure III.11	Evolution de la microdureté en fonction de la distance	74
Figure III.12	Evolution de la dureté Brinell de métal de base traité	75
Figure III.13	Effet des traitements thermique sur l'essai de résilience (Charpy V)	76
Figure A.1	DeLong diagram for predicting weld ferrite content and solidification mode. Reprinted from DeLong (13). Courtesy of American Welding Society.	85
Figure A.2	WRC-1992 diagram for predicting weld ferrite content and solidification mode.	85
Figure A.3	Diagramme d'Espy	86
Tableau I.1	Variétés allotropiques du fer pur	13

Tableau I.2	Fourchettes des caractéristiques mécaniques des différents types d'aciers Inoxydables	19
Tableau I.3	Quelques propriétés mécaniques selon la spécification ASTM pour tôles en aciers austéno-ferritiques	26
Tableau I.4	Propriétés mécaniques comparées des aciers biphasés et de l'acier inoxydable austénitique 18/10	26
Tableau I.5	Modes de solidification des aciers inoxydables et microstructures finales	37
Tableau I.6	Types d'austénites formées dans les aciers inoxydables duplex	39
Tableau II.1	Composition chimique du Duplex 2205 et métal d'apport	43
Tableau II.2	Caractéristiques mécaniques	43
Tableau II.3	Paramètres de soudage de tubes en acier duplex 2205	48
Tableau II.4	Les réactifs d'attaque chimique utilisés	55
Tableau II.5	Teneur en ferrite dans les différents procédés	56
Tableau III.1	Taux de ferrite et d'austénite dans la zone fondue	61
Tableau A.1	Composition chimique des différentes familles aciers inoxydables	83
Tableau A.2	Effet des éléments d'alliage sur les différentes familles d'aciers inoxydables	84
Tableau A.3	Composition nominal des éléments d'alliages en fonction de la température	84
Tableau A.4	Formule de calcul de Cr eq et Nieq	84
Tableau A.5	Les différentes formes de soudage	86
Tableau A.6	Mecanical property ranges for various stainless steel classes	87

INTRODUCTION GENERALE

Les conditions de service dans certains environnements très agressifs conduisent souvent à préconiser des aciers inoxydables à forte teneur en chrome et en molybdène, éléments majeurs vis à vis de la résistance à la corrosion. Depuis plusieurs décennies, les aciers inoxydables austéno-ferritiques ou « duplex » occupent des parts croissantes du marché.

Leurs remarquables propriétés d'emploi, alliant des caractéristiques mécaniques élevées, une résistance à la corrosion souvent exceptionnelles et leur intérêt économique lié à leur faible teneur en nickel les rend attractifs dans les industries traditionnellement consommatrice de nuances très alliées : industrie de la cellulose et de la pâte à papier ; industrie pétrolière et pétrochimie ; Traitement des déchets et des effluents ; chimie minérale des dérivés phosphoriques et sulfuriques ; Industries du bâtiment, ...etc.

Les aciers duplex ont été développés en Suède dans les années 1930 pour améliorer la tenue à la corrosion des équipements utilisés dans les procédés de fabrication du papier sulfurisé. Il s'agissait initialement d'alliages de chrome, nickel et molybdène. Ces nuances ont été initialement créés pour lutter contre des problèmes de corrosion causés par la présence de chlore dans les eaux de refroidissement ainsi que d'autres constituants chimiques agressifs présents et véhiculés dans les fluides inhérents aux procédés de fabrication.

Les performances de ces aciers duplex de première génération étaient intéressantes mais, à l'état brut de soudage, elles étaient limitées. La zone affectée thermiquement (ZAT) présentait à la fois une faible ténacité- en raison d'une quantité excessive de ferrite-et d'une tenue à la corrosion nettement inférieure à celle du métal de base [1]. L'invention, 1968, de la décarburation argon-oxygène pour l'affinage des aciers inoxydables ouvrit la voie à un large éventail de nouvelles nuances. Une des avancées fut ainsi la possibilité d'ajouter de l'azote comme élément d'alliage : l'azote permet la ténacité de la ZAT et une résistance à la corrosion après soudage proche à celle du métal de base [1]. Avec une stabilité accrue de l'austénite, l'azote réduit également la vitesse de formation des phases intermétalliques dommageables.

Les aciers inoxydables duplex de seconde génération se caractérisent donc par la présence d'azote. Le développement commercial de ces nouveaux alliages, commencé à la fin

des années 1970, coïncide avec l'exploitation des gisements de gaz et pétrole de la mer du nord qui s'accompagnait d'une demande en aciers inoxydables présentant une excellente résistance à la corrosion en milieu chlorurés, une bonne aptitude à la mise en œuvre et résistance mécanique élevée. C'est ainsi que l'acier duplex 2205 (EN1.4462) est devenu le champion de ces aciers de seconde génération et qui a été employé de manière intensive pour les gazoducs et les applications sur plates-formes offshore. La résistance mécanique élevée de ces duplex de seconde génération permettait de réduire les épaisseurs de parois et donc le poids, avantages décisifs qui encourageaient leur utilisation.

Les propriétés souhaitables des aciers inoxydables duplex mentionnés précédemment sont obtenues lorsque la microstructure consiste en environ un mélange égal d'austénite γ et de ferrite δ . Cette microstructure dépend de la composition en alliage et du traitement thermo-mécanique.

Lors d'une opération de soudage, l'équilibre de la ferrite-austénite est perturbé à la fois dans le métal fondu (MF ou ZF) et dans la zone affectée par la chaleur (ZAC ou ZAT). En effet, les soudures d'aciers austéno-ferritiques sont caractérisées par une élévation de la teneur en ferrite dans la ZAT et dans le métal déposé de même composition que le métal de base. Cet enrichissement est imputable aux cycles thermiques de soudage dont la vitesse de refroidissement est trop rapide pour une retransformation complète en austénite de la ferrite formée au chauffage. Ce nouvel état microstructurale altère les propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion de l'acier.

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

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

La première partie est consacrée à l'étude bibliographique dans laquelle on présente les aciers inoxydables duplex, leur évolution structurale et les différents phénomènes de précipitation rencontrés, on présente ensuite les aspects liés à la métallurgie de soudage de ces

aciers, leur mode de solidification et les diverses transformations de phase qui se produisent à l'état solide. Une attention particulière est accordée à la transformation du δ -ferrite \rightarrow γ (austénite) car elle est l'aspect le plus important dans les soudures 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.

Dans la troisième partie nous rapporterons les résultats des **observations métallographiques des microstructures et des essais mécaniques** obtenus après soudage et différents traitements thermiques réalisés. A l'issue de cette étude l'équilibre γ/δ et son influence sur les propriétés mécaniques sont évalués.

Enfin nous exposerons les **conclusions** de l'étude et nous proposerons de nouvelles **perspectives** de recherche.

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

S	: surface
E	: énergie de soudage
I	: intensité du courant de soudage
U	: tension du courant de soudage
V	: vitesse de soudage
HV	: dureté Vickers
R _{0.2}	: limite élastique
R _m	: résistance à la traction
A	: allongement
ZAT	: zone affectée thermiquement
ZF	: zone fondue
MB	: métal de base
t	: temps
Δm	: masse de métal corrodé
α	: ferrite
γ	: austénite
σ	: phase intermétallique sigma.
λ	: longueur d'onde
θ	: angle de déviation du faisceau

CHAPITRE I**BIBLIOGRAPHIQUE : LES ACIERS INOXYDABLES****I.1 Généralités sur les aciers inoxydables:****I.1.1. Introduction**

Les aciers inoxydables sont des alliages fer-carbone contenant une teneur massique en chrome supérieure à 10.5 % et souvent d'autres éléments d'additions tels que le Nickel. Ils contiennent généralement peu de carbone, pour éviter les précipitations de carbures. On parle alors d'un acier inoxydable comme étant une base d'alliage Fe-Cr et Fe-Cr-Ni [1,4].

La présence de chrome en solution au-delà de 10,5 % (selon la teneur en carbone) dans la matrice d'un acier provoque la formation d'une couche fine d'oxyde de chrome (Cr_2O_3), dite de passivation, qui confère à l'acier la propriété de résistance à la corrosion, d'où leur nom « aciers inoxydables ».

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structure et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. Une des principales raisons est que le fer, élément principal, possède trois variétés de structure cristalline entre, la température ambiante et la température de fusion (Tableau I.1):

Tableau I.1: Variétés allotropiques du fer pur

Intervalle de température	symbole	Structure cristalline
jusqu'à 910 °C	le fer α	cubique centrés (CC);
de 910 °C à 1400 °C	le fer γ	cubique faces centrées (C.F.C.)
de 1400 °C à 1538 °C	le fer δ	cubique centrée (C.C)

Les additions majoritaires, le nickel et surtout le chrome (>13%), les éléments à moindre teneur comme le carbone et l'azote, jouent un rôle très différent sur la structure cristallographique des alliages et donc sur la forme de leurs diagrammes de constitution. Ceux-ci permettent de fixer les conditions de traitements thermiques.

Les aciers inoxydables peuvent subir des modifications de structure essentiellement sous l'action:

- d'un traitement thermique (imposé lors de la fabrication ou subi en service);
- d'une déformation plastique à froid;

- d'un traitement thermomécanique à haute température (imposé par exemple lors du laminage à chaud).

I.1.2 Diagrammes d'équilibre de phases des aciers inoxydables

❖ Diagramme binaire Fe-Cr

La métallurgie physique de base des aciers inoxydables peut être décrite en utilisant le diagramme d'équilibre de phase du système binaire Fe-Cr illustré par la figure.I.1.

Le système **Fe-Cr** a trois caractéristiques importantes:

- l'existence d'un domaine biphasé séparant l'austénite et la ferrite appelé boucle ;
- la formation de la phase intermétallique Sigma¹ σ [1, 2,4] en dessous de 812 °C. Cet intermétallique riche en chrome, est extrêmement dur et a pour effet principal de rendre l'alliage très fragile.
- à plus basse température ($\approx 520^\circ\text{C}$), le système Fe-Cr, montre un eutectoïde avec une réaction de décomposition de $\sigma \rightarrow (\alpha+\alpha')^2$. Ce phénomène s'appelle « *fragilisation à 475 °C* ».

Le détail de la boucle γ montre que pour [26] :

- **%Cr < 11**: les alliages subissent une transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$ au chauffage et l'inverse au refroidissement ; ils se comportent donc comme le fer ou l'acier doux,
- **%Cr > 12.7** : il n'y a plus de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ et les alliages restent totalement ferritiques, excluant ainsi tout affinement de grain et la possibilité de durcissement d'acier.
- **11 < %Cr < 12.7** : les deux phases α et γ coexistent en équilibre. Ainsi, selon la composition par rapport à la boucle γ , les aciers au chrome peuvent avoir des structures différentes : ferritique, martensitique ou semi-martensitique.

L'étendue du domaine γ peut être très fortement influencée par d'autres éléments d'addition. Certains auront tendance à favoriser l'existence de la phase α (structure ferritique) ; ces éléments sont dits alphasènes. D'autres, parmi lesquels le nickel, le carbone et l'azote, auront tendance à favoriser l'existence de la phase γ (structure austénitique) ; ils sont appelés gammagènes (Figure I.2).

¹ La phase sigma est un composé de Fe et Cr à réseau cristallin tétragonale contenant 30 atomes/maille et une composition autour de 50%Cr .

² α et α' sont des précipités à structure CC très riche en fer et chrome respectivement et dont l'effet fragilisant devient de plus en plus important lorsque la teneur en Cr passe au-delà de 14%

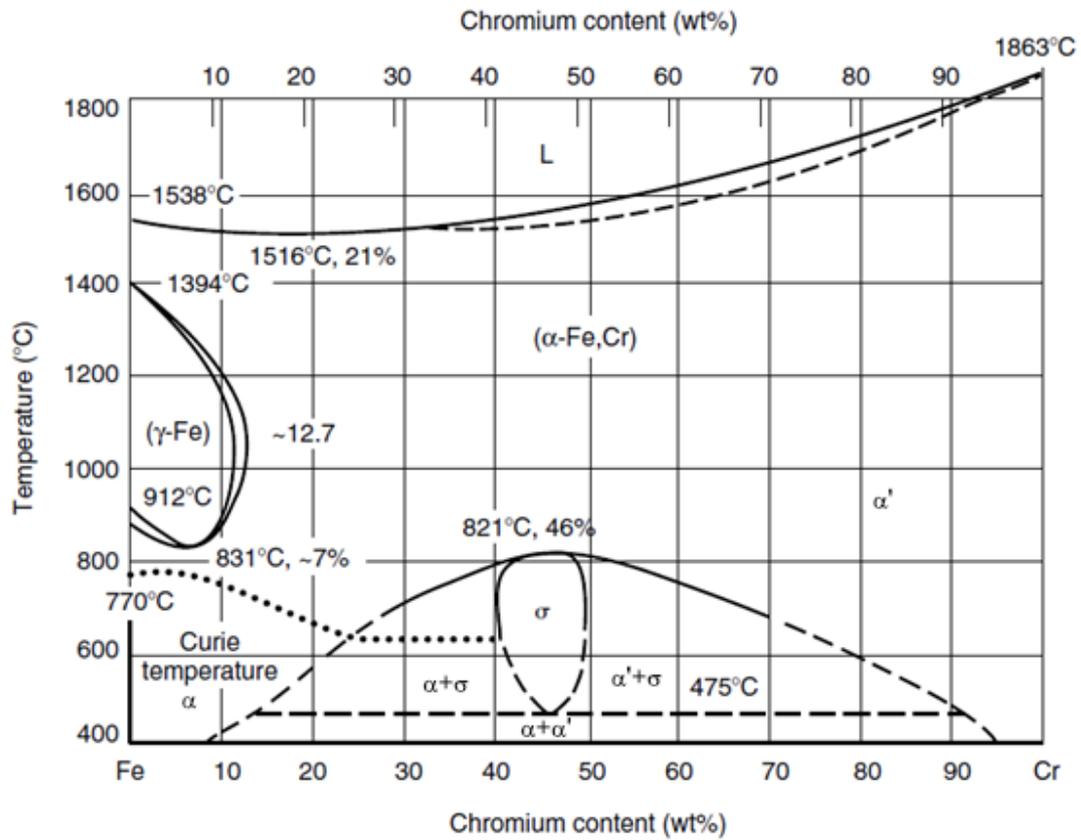


Figure I.1. Diagramme d'équilibre Fe-Cr [1]

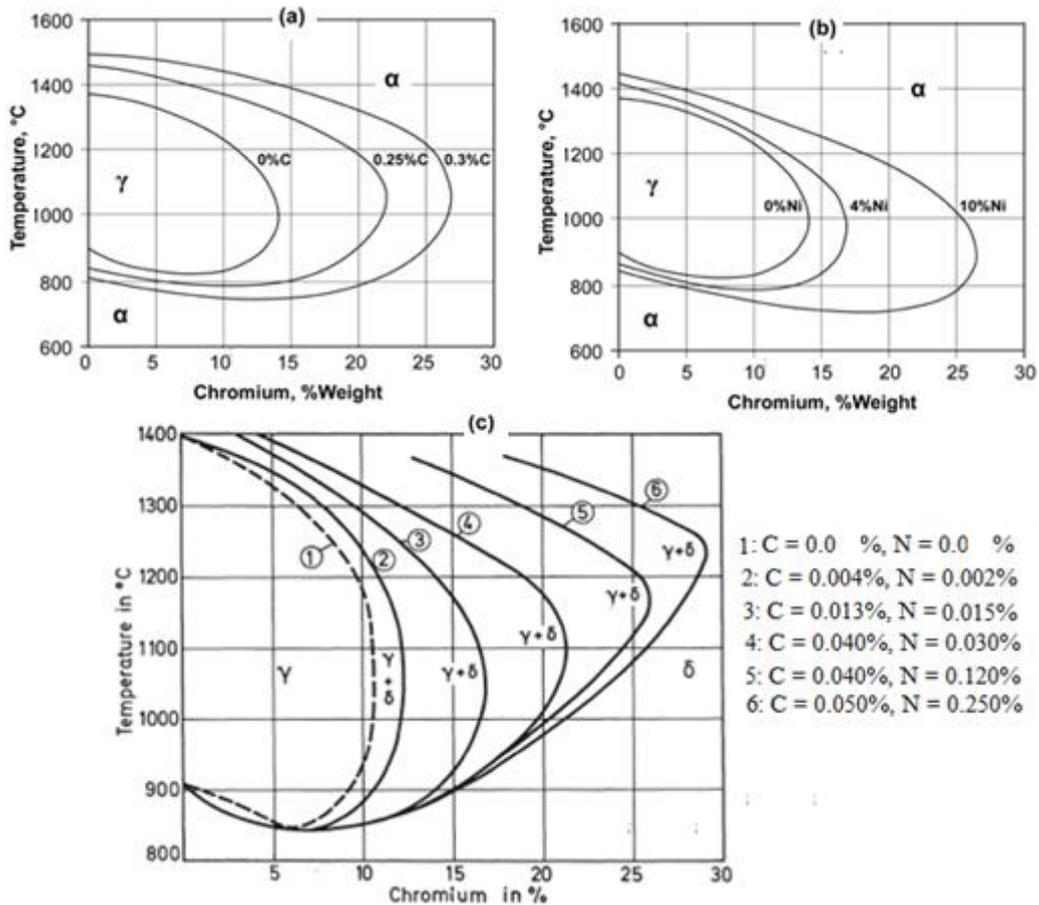


Figure I.2. Coupe du diagramme Fe-Cr-Ni [1] montrant l'effet C, Ni et C+N sur les limites des domaines γ et $\alpha + \delta$

❖ Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni

Les diagrammes ternaires Fe-Ni-Cr, présentés sur les figures 1.3 et 1.4, montrent l'importance relative des teneurs en nickel et en chrome sur la structure de l'alliage [4]. Les phases du système ternaire sont celles des systèmes binaires.

On constate qu'une augmentation de la teneur en chrome (figure I.4), à partir d'un point A où la structure est purement austénitique (18 Cr - 10 Ni), fait apparaître une certaine proportion de phase ferritique, donc une structure biphasée (ferrite + austénite), et qu'une nouvelle augmentation de la teneur en nickel restitue la structure austénitique initiale. Néanmoins il faut souligner que le nickel est connu pour être moins efficace que le chrome en ce qui concerne la variation de la teneur en ferrite [1,4].

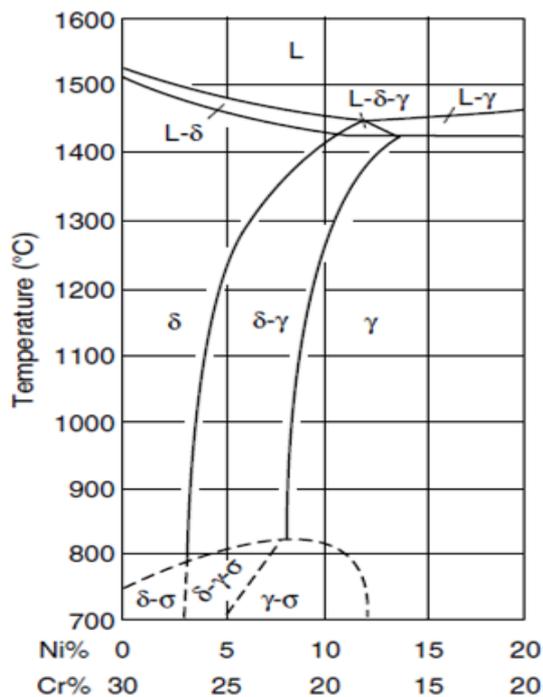


Figure I.3 Coupe du diagramme d'équilibre Fe-Cr-Ni (à 65 % Fe) $\delta = \alpha$ = ferrite, γ = austénite, σ = intermetallic [1,4]

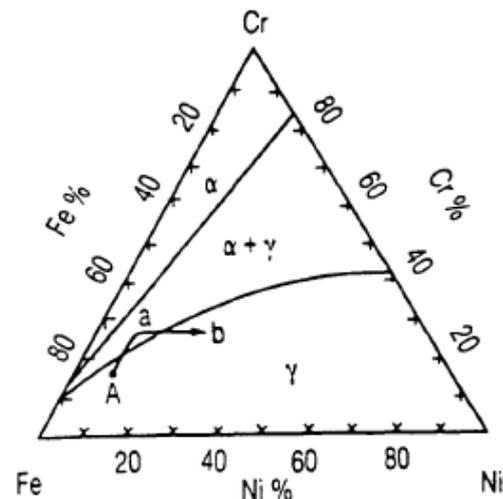


Figure I.4 : Coupe du diagramme d'équilibre Fe-Cr- Ni à 1100 °C. [1,4],
 A= Z2 CND 18-10 (structure austénitique);
 a = Z2 CND 25-07 (Structure austéno-ferritique);
 b = Z2CNDU25-05 (structure austénitique)

I.1.3 Les principales familles des aciers inoxydables

C'est donc la désignation de la structure (associée à celle de la composition chimique) qui permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Les quatre principales familles sont: aciers inoxydables martensitiques, ferritiques, les austénitiques, et les austéno-ferritiques.

a) *Les aciers inoxydables ferritiques* (série 400 ASTM) : ce sont des aciers à faible teneur en carbone (inférieure à 0,1 %) dont la structure reste ferritique dans tout l'intervalle de température (Figure I.5a) c'est-à-dire qu'ils ne subissent pas de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$. La proportion de chrome dans ces alliages varie de 11 à 17 % et peut atteindre jusqu'à 24 à 28 %, on parle alors d'aciers ferritiques à haute teneur en chrome ou encore d'aciers superferritiques. Ces derniers présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses en milieux riches en chlorures.

Les ferritiques disposent de bonnes caractéristiques mécaniques (Tableau I.1). Leur limite d'élasticité est plus importante que celle des austénitiques. Il faut aussi signaler leur plus faible coefficient de dilatation ($12 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$, donc fragiles à basses températures), leur plus grande conductivité thermique, leur insensibilité à la corrosion sous contrainte. Ces aciers sont magnétisables.

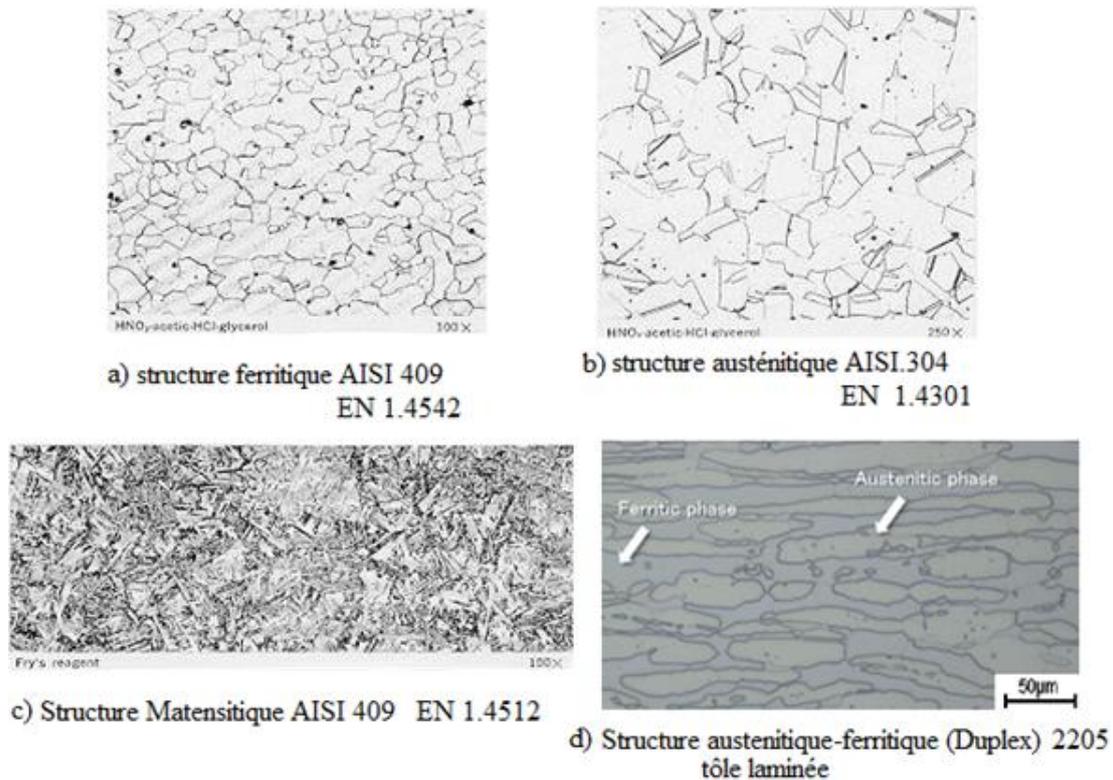


Figure I.5. Les différentes microstructures des aciers inoxydables [13]

b) Les *b) aciers inoxydables austénitiques* (série 300 ASTM): qui à la température ambiante, ont une structure cubique à face centrée (γ) (Figure I.5b). Cet état est obtenu par addition d'éléments gammagènes (nickel, carbone, azote et manganèse).

Ces aciers allient une facilité de mise en œuvre avec une grande aptitude à la déformation et une résistance à la corrosion satisfaisante dans de très nombreux milieux. Une grande stabilité structurale permet leur utilisation à hautes températures (échangeurs de chaleur) et aux basses températures (stockage de gaz liquéfié).

Des aciers austénitiques fortement alliés, appelés aciers superausténitiques, ont été développés pour leur haute résistance à la corrosion en milieu chloruré et à la corrosion sous contraintes. Enfin, cette famille d'acier est paramagnétique à température ambiante au contraire des aciers ferritiques et martensitiques qui sont ferromagnétiques.

c) Les *inoxydables martensitiques*: Ils comprennent en général de 12 à 18% de Cr et des teneurs en carbone pouvant atteindre 1.2%. De nombreux éléments d'alliages (Ni, Mo, Si, Ti, Nb...) permettent un large éventail de propriétés et conduisent à des applications aussi variées que la construction mécanique, l'outillage, la coutellerie...

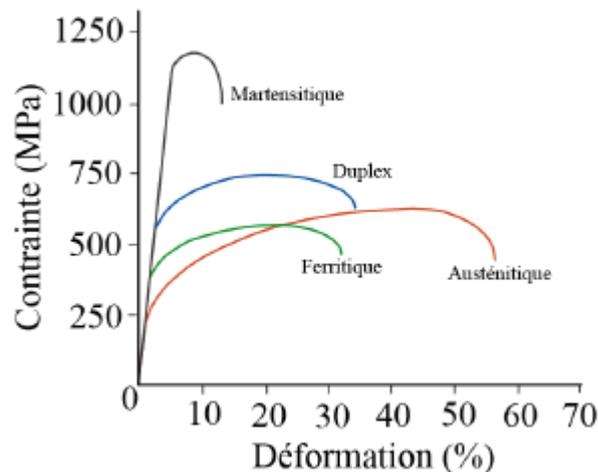
Les aciers inoxydables martensitiques allient une bonne résistance à la corrosion (due au chrome) et des caractéristiques mécaniques élevées (Tableau I.2). Ceci s'explique par la structure martensitique obtenue par refroidissement rapide de l'austénite (Figure I.5c).

d) Les *aciers inoxydables austéno-ferritiques* (Figure I.5d) :

Les aciers austéno-ferritiques sont des mélanges biphasés ferrite et austénite (d'où leur nom anglais de duplex), et contiennent des teneurs en chrome, molybdène et azote relativement élevées. Alliant ainsi les bonnes propriétés de résistance à la corrosion des aciers ferritiques et les hautes résistances mécaniques des aciers austénitiques (Figure I.6), ces aciers sont utilisés dans des conditions relativement agressives : industries chimique, pétrolière et maritime [4,14].

Tableau I.2. Fourchettes des caractéristiques mécaniques des différents types d'aciers Inoxydables

Catégorie d'acier	Propriétés mécaniques			
	Résistance à la rupture, Rm (MPa)	Limite élastique, Re (MPa)	Allongement %	Dureté HRB
Ferritique	300-650	250-400	18-25	88-98
Martensitique	500-1000	540-700	15-20	89-96
Austénitique, séries 200-300	570-900	200-250	50-60	88-96
Austéno-ferritique	450-650	450-650	25-30	15- 105

*Figure I.6. Courbes contrainte-déformation typiques des différents types d'aciers inoxydables*

I.2 Métallurgie des aciers inoxydables duplex

I.2.1 Microstructure à l'état hypertrempé

Les aciers inoxydables duplex sont des alliages du système Fe-Cr-Ni. Les alliages austéno-ferritiques sont formés d'un agrégat de grains austénitiques γ de structure CFC, et de grains ferritiques α de structure CC. Les fractions volumiques de ces deux phases dépendent non seulement fortement de la composition chimique, mais aussi du traitement thermique et thermomécanique. Dans la pratique, les aciers inoxydables duplex existent sous plusieurs formes, entre autres :- Les aciers inoxydables duplex moulés.

- Les aciers inoxydables laminés.

La figure I.7 montre une structure typique, caractérisant les états de moulage et de laminage d'un acier inoxydable duplex.

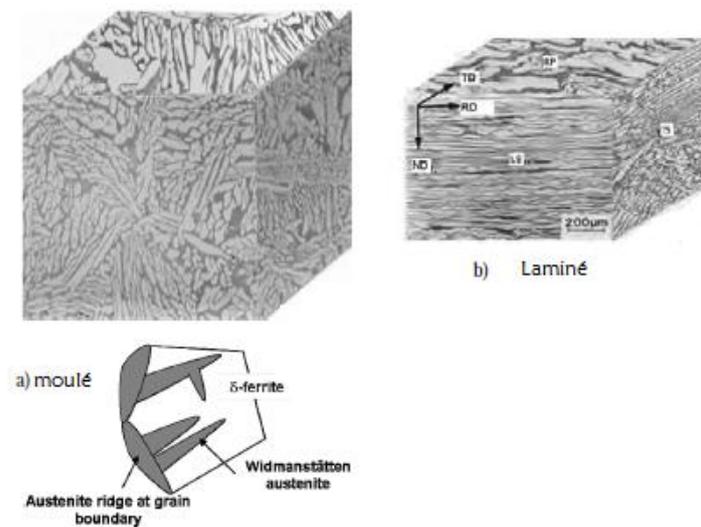


Figure I.7. Les microstructures typiques des aciers inoxydables duplex [1].

Les aciers duplex moulés présentent une structure particulière (structure de Widmanstätten) (Figure I.7 a) : lors du processus de refroidissement à l'élaboration, des lattes d'austénite de quelques dizaines de μm d'épaisseur se forment dans la matrice ferritique ($\delta\text{-Fe}$). Dans ces aciers, la proportion de la ferrite est minoritaire, elle excède rarement 30% en volume. Les grains ferritiques sont beaucoup plus gros, leur taille varie de $30\ \mu\text{m}$ à $1\ \text{mm}$.

La microstructure des aciers duplex laminés (Figure I.7 b) se présente sous forme d'îlots d'austénite allongés dans le sens du laminage, noyés dans la matrice ferritique. Chacune des phases est polycristalline.

La microstructure et les fractions volumiques des deux phases dépendent de la composition chimique en éléments d'alliage, des conditions d'élaboration et des traitements thermiques. Après élaboration, les aciers inoxydables duplex subissent un traitement d'hypertrempe consistant en un maintien d'environ une heure à une température comprise entre 1000 et 1150°C suivi d'un refroidissement à l'eau. Le maintien à haute température est destiné à mettre tous les éléments d'alliage en solution solide dans la matrice austéno-ferritique, de manière à éviter les phases intermétalliques et les précipités. Desestret et Charles [14] ont montré que la teneur en ferrite augmente avec la température d'hypertrempe (Figure I.8).

Les éléments d'addition sont regroupés en deux familles : les éléments alphas (Cr, Si, Mo, Al, Ti) qui favorisent l'apparition et la stabilité de la phase ferritique et les éléments gammagènes (Ni, C, N) qui favorisent celles de la phase austénitique.

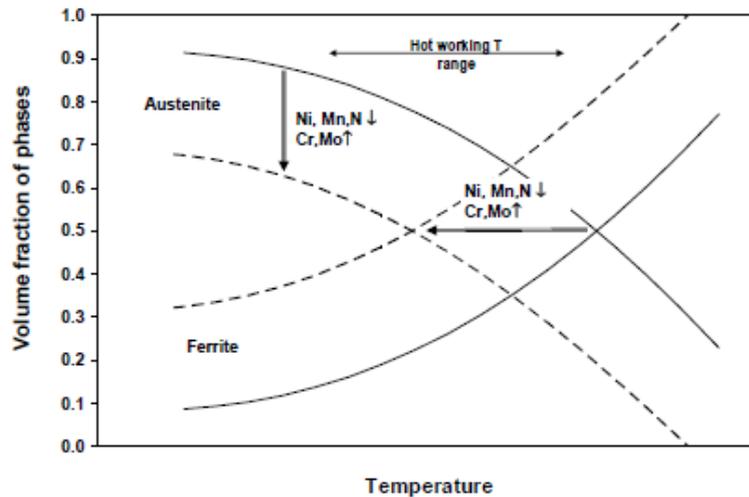


Figure I.8. Effet de la composition chimique et de la température d'hypertrempe sur les fractions volumique des phases γ/δ

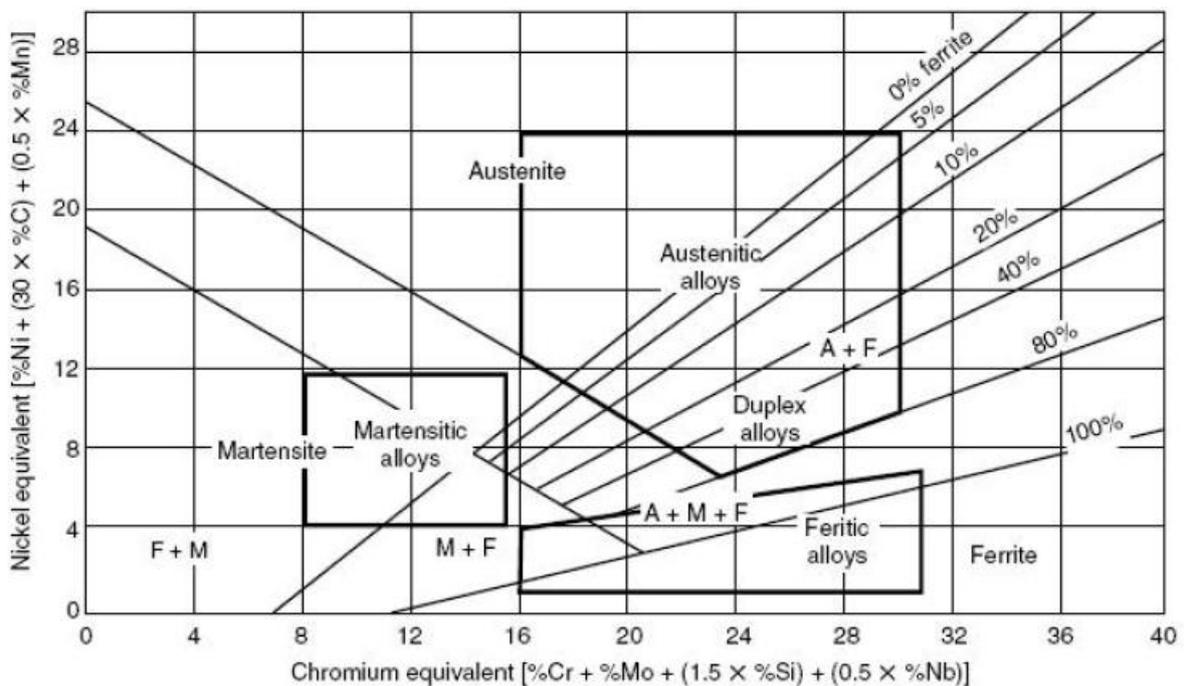


Figure I.9. Diagramme de schaeffler des aciers inoxydables [1,4]

Schaeffler [1,4] a déterminé expérimentalement, pour chaque élément d'alliage, un coefficient qui représente son pouvoir alphas (respectivement gammagène) de stabilisation de la

ferrite (respectivement de l'austénite). Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport aux pouvoirs respectivement alphagène et gammagène du chrome et du nickel, qui sont arbitrairement affectés du coefficient 1. Ces coefficients dépendent au deuxième ordre de la composition globale de l'alliage et de la température d'hypertrempe [Desestret 90]. Plusieurs diagrammes ont été proposés pour prédire la structure des aciers inoxydables après solidification en fonction de leur composition chimique, à l'aide de ces chromes et nickel équivalents (Figure I.9) [14]. Le plus connu de ces diagrammes est celui de Schaeffler tracé pour prédire la structure de joints soudés à l'état brut de soudage. Ensuite, des améliorations ont été apportées à ce diagramme, notamment par Pryce, DeLong et Espy, pour prédire la structure de phase après un traitement à chaud à 1 150°C et dont les équations prennent en compte l'effet de l'azote, au contraire des équations de Schaeffler [11,31].

I.2.2 Effet des éléments d'alliage sur l'équilibre de phases dans les aciers inoxydables duplex.

Les éléments d'alliage ont un rôle important sur les propriétés structurales, physiques et mécaniques des aciers inoxydables duplex.

Les éléments alphagènes (éléments stabilisateurs de la phase alpha) sont le chrome, le molybdène, le titane, le niobium, le zirconium, l'aluminium et le silicium ;

Les éléments gammagènes (éléments stabilisateurs de la phase gamma) sont le nickel, le carbone, l'azote et le manganèse.

La stabilité des phases et leur formation peuvent être influencées par les traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques. Quelques effets des principaux éléments d'alliages des aciers duplex sont décrits ci-dessous.

➤ **Effet du carbone :**

Le carbone est un élément inhérent aux aciers. Il permet d'améliorer la résistance mécanique du fer, en se plaçant dans les sites interstitiels des mailles cristallographiques. Le carbone est plus soluble dans l'austénite que dans la ferrite et par conséquent, il stabilise le domaine austénitique des aciers [1, 11,14]. Le carbone est susceptible de former des précipités de type carbures de chrome, en particulier aux joints de grains, favorisant la corrosion intergranulaire.

Les progrès effectués dans les années 1980 pour contrôler l'addition de carbone ont permis une nette évolution des aciers inoxydables et en particulier des aciers duplex [6,12]. En effet, de faibles teneurs en carbone ($0.01 \%m \leq C \leq 0.08 \%m$, où $\%m$ représente le pourcentage

massique) permettent d'améliorer la ténacité et la ductilité et de ce fait, la mise en forme des aciers duplex, tandis que des teneurs en carbone plus élevées ($0.3 \%m \leq C \leq 0.5 \%m$) apportent une meilleure résistance à l'usure.

➤ **Effet du chrome**

Le chrome est un élément inhérent aux aciers inoxydables puisqu'il permet la formation d'une couche de passivation qui leur confère leurs propriétés de résistance à la corrosion, en particulier à la corrosion uniforme et à la corrosion localisée. Le chrome a une structure cubique centrée (C.C), comme la ferrite et stabilise donc cette dernière. Il favorise également la formation des phases intermétalliques

➤ **Le molybdène Mo.**

Le molybdène améliore la résistance à la corrosion uniforme, ainsi que la résistance à la corrosion par piqûre. Il est d'ailleurs pris en compte par les industriels dans le calcul du PREN (Pitting Resistance Equivalence Number). Cet élément est α -gène et comme le chrome, le molybdène favorise la précipitation de phases intermétalliques nocives. C'est pourquoi sa teneur est limitée à 4% dans les aciers inoxydables austénitiques et duplex.

➤ **L'azote N**

L'azote est sans conteste l'élément qui a permis le développement des aciers duplex modernes [5]. L'azote est un élément qui se place dans les sites interstitiels des mailles de fer, comme le carbone, mais dont le pouvoir durcissant en solution solide est supérieur [SIM 96]. Une des raisons avancées pour expliquer les meilleures propriétés mécaniques des aciers contenant de l'azote est que cet élément augmente la probabilité de maillage de l'austénite (écrouissage) en diminuant l'énergie de faute d'empilement, en particulier pour des aciers à faible taux de nickel [5]. De plus, l'azote est plus soluble que le carbone en solution solide dans l'austénite et la ferrite, ce qui diminue les risques de précipitation de nitrures par rapport aux carbures, à teneurs équivalentes.

L'azote augmente aussi la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable, en particulier vis-à-vis de la corrosion par piqûres [5]. Cet élément est fortement γ -gène et permet de réduire les teneurs en nickel des aciers duplex et austénitiques en conservant une fraction d'austénite équivalente [14]. L'azote améliore aussi la stabilité de l'austénite, à l'égard de la transformation martensitique par exemple. La figure I.10 montre l'influence de l'azote sur la réduction de la teneur en ferrite delta dans le système fer-chrome-nickel [1].

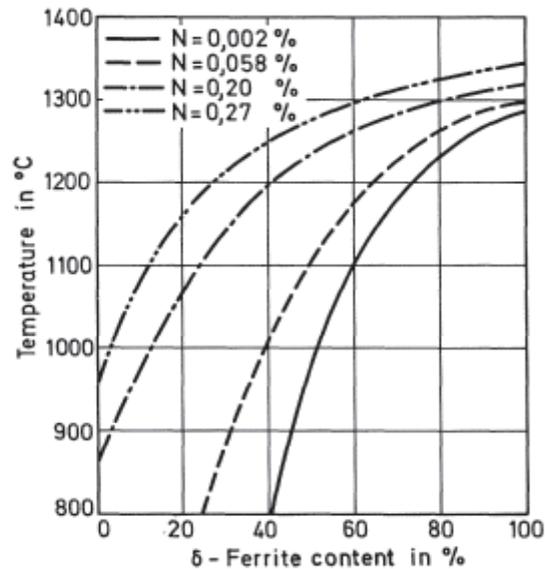


Figure.I.10. Influence de l'azote sur le taux de ferrite dans un système Fe-Cr-Ni : alliage avec 25% chromium and 7% nickel to

➤ l'effet du Nickel

Le nickel est l'élément γ -gène de base. Il a une structure cubique faces centrées (c.f.c.) et stabilise donc fortement l'austénite, comme visualisé sur le diagramme de phases Fe-Cr-Ni (Figure I.2) [14]. L'addition de nickel en quantité suffisante dans un acier Fe-Cr permet l'obtention d'un acier austénitique tandis que des aciers duplex peuvent être obtenus en équilibrant les proportions de chrome et de nickel. Le nickel est aussi connu pour améliorer la ténacité des duplex, ainsi que la résistance à la corrosion caverneuse en milieu chloruré [WES 10]. La figure I.2 montre également l'effet combiné de Ni et C sur le développement du domaine austénitique et du domaine biphasé (austénite+ ferrite) au détriment du domaine ferritique.

➤ Effet du molybdène

Pour augmenter la résistance à la corrosion pour le transport de pétrole et de gaz, l'ajout de molybdène est essentiel. L'alliage avec du molybdène réduit la vitesse de corrosion générale, améliore la résistance à la corrosion localisée à des températures élevées et réduit également la sensibilité au craquage par corrosion et au sulfure (figure I.4) [1, 2, 3,4]. Cependant, étant un élément stabilisateur de ferrite fort (figure I.5), il doit être équilibré par l'ajout d'éléments stabilisants d'austénite tels que le carbone, l'azote ou le nickel. En fonction de la corrosivité de l'environnement, la quantité de molybdène utilisée varie entre 0-3% en poids.

➤ **Autres éléments :**

Les éléments comme le chrome et le manganèse sont connus pour augmenter la solubilité de l'azote dans le fer, alors que le nickel la diminue. C'est aussi le cas des éléments comme le **titane**, le **vanadium** ou le **niobium**, mais ces éléments augmentent aussi la stabilité des nitrures de type MN, pour le titane et le niobium ou de type M₂N pour le vanadium et le chrome [1, 4,6].

I.2.3. Les différentes nuances Duplex et leurs caractéristiques mécaniques

Les aciers inoxydables duplex couvrent différentes nuances classées en fonction de leur composition chimique (Annexe A : Tableau A.1). La première génération de ces nuances d'aciers était basée sur des alliages de chrome, de nickel et de molybdène. Malgré leurs bonnes caractéristiques de résistance à la corrosion, le soudage provoquait une chute de leur ductilité (résilience) due à la présence massive de microstructure ferritique, ce qui en limitait l'usage à quelques applications spécifiques.

Les nouvelles nuances se caractérisent par l'ajout d'azote (gammagène) comme élément d'addition pour améliorer la ténacité du joint soudé et augmenter la résistance à la corrosion par le chlore. Cet ajout d'azote favorise le durcissement structural par un mécanisme de fine dispersion interstitielle, qui augmente la limite d'élasticité et la résistance à la rupture sans dégrader la ténacité.

Les aciers austéno-ferritiques laminés peuvent être classés en 4 grandes nuances :

- **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. Cependant, il offre une meilleure résistance à la corrosion.
- **Les Duplex 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.
- **LDX 2101 (EN 1.4162, UNS S32101)** est un acier duplex récemment développé avec de basses additions de nickel afin de réduire et stabiliser le coût. La basse teneur en nickel est compensée par une plus grande quantité de manganèse et d'azote pour assurer une haute fraction d'austénite. La résistance de cet acier est comparable au 2205 et les propriétés de corrosion sont au moins meilleures que l'austénitique 304.

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

I.2.4 Facteur influent sur les propriétés mécaniques

➤ Influence du taux de ferrite

Les propriétés mécaniques de quelques nuances duplex sont listées dans les aciers duplex structure fine voir (Tableau I.2).

Tableau I.3 : Quelques propriétés mécaniques selon la spécification ASTM pour tôles en aciers austéno-ferritiques [4].

Désignation	UNS	Résistance à la traction	Limite élastique (min)	Elongation (min)	Dureté (min)
					Brinell (HRB)
2304	S 32 304	600	400	25.0	290
2205	S 31 803	620	450	25.0	293
2255	S 32 550	760	550	15.0	302
2507	S 32 550	795	550	15.0	310

Les nuances Duplex offrent un excellent rapport résistance/ductilité. Cet excellent compromis est dû à la structure biphasée de l'alliage. En effet, le haut niveau de résistance est dû à la phase ferritique, alors que la phase austénitique permet de conserver la ductilité et la ténacité. Par conséquent, les propriétés mécaniques des aciers duplex vont fortement dépendre de la fraction volumique des deux phases, donc en particulier à la teneur en ferrite.

Tableau I.4 : Propriétés mécaniques comparées des aciers biphasés et de l'acier inoxydable austénitique 18/10 [28].

Type d'acier	Teneur en Ferrite %	R _{0,02} MPa	R _m MPa	Allong %	KCU J/cm ²
Z6 CN18.10	0	220	590	50	200
Z3 CNDU 21.8	35	400	670	35	200
Z5 CNUD 26.6	80	700	850	20	100

Le tableau I.4 donne les propriétés mécaniques moyennes de deux aciers austéno-ferritiques contenant respectivement 35% et 80% de ferrite et d'un acier austénitique classique de type 18-10, après un traitement d'hypertrempe à l'eau à partir de 1150°C.

On observe que la ductilité des aciers inoxydables austéno-ferritiques est bonne jusqu'à des fractions volumiques en ferrite de l'ordre de 50%. Si la ferrite devient la phase majoritaire, la ductilité et la résilience diminuent. Ajoutons que les aciers entièrement ferritiques et à haute teneur en chrome sont très fragiles.

La variation de la ductilité des aciers biphasés peut être expliquée de deux manières différentes :

- la matrice austénitique fait fonction de "liant" ductile entre les zones ferritiques.
- une ferrite à très basses teneurs en carbone et azote est ductile à la température ambiante.

➤ Influence de la composition chimique

Les éléments d'alliage, en solution solide interstitielle ou substitutionnelle, contribuent également au durcissement des aciers duplex. En effet, une augmentation des teneurs en éléments substitutionnels tels que le chrome, le nickel, le molybdène, ... confère à l'alliage un durcissement qui concerne les deux phases, et qui diffère d'un élément à l'autre ; le durcissement obtenu par addition des éléments en solution solide interstitielle tels que le carbone et l'azote, éléments fortement gammagènes, concerne essentiellement la phase austénitique, étant donné leur faible limite de solubilité dans la ferrite.

Il a été constaté sur des aciers duplex δ/γ type Z2CND 22-05, que des additions d'azote jusqu'à 0,13 % permettent une nette augmentation des caractéristiques mécaniques de l'alliage. Au-delà de cette valeur, le durcissement est plus modéré. On peut dès lors, avec des additions croissantes d'azote, inverser le rapport des propriétés mécaniques des deux phases. En effet, à température ambiante, avec de faibles additions d'azote, c'est la phase austénitique qui sera la première à être plastifiée sous déformations mécaniques ; tandis que pour des additions importantes d'azote, c'est la phase ferritique qui subira les premières déformations plastiques [14, 16,27].

Plusieurs approches ont été faites dans le but de prédire les propriétés de résistance à la traction par des méthodes théoriques. Les équations suivantes estiment en fonction de la composition chimique les caractéristiques de résistance à la traction et sont en concordance avec les données expérimentales [4,16].

$$R_{p0.2} = 120 + 210\sqrt{N + 0.02} + 2(Mn + Cr) + 14Mo + 10Cu + (6.15 - 0.054\delta)\delta$$

$$+ [7 + 35(N + 0.02)]d^{-0.5} \quad (MPa)$$

$$R_m = 470 + 600(N + 0.02) + 14Mo + 1.5\delta + 8d^{-0.5} \quad (Mpa)$$

Où : δ est la concentration en ferrite en %, d est la distance lamellaire en mm

➤ Influence de la température du traitement thermique

Comme il a été précédemment précisé, la teneur en ferrite, donc les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable duplex, dépendent du traitement thermique, et en particulier de la température d'hypertrempe. En effet, lors du refroidissement les caractéristiques de solubilité des différents éléments dans l'alliage sont modifiées ; des précipitations et des phases intermétalliques (Figure.1.11) peuvent alors apparaître provoquant une chute dramatique de la résilience et ductilité. Ce phénomène de fragilisation à basses températures des aciers duplex, doit être pris en compte pour déterminer les températures maximales en service pour un temps d'exploitation donnée.

1.2.5 Evolutions microstructurales lors d'un traitement thermique

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 :

- les vitesses de diffusion d'éléments tels que le chrome et le nickel sont beaucoup plus élevées dans la ferrite (C.C) que dans l'austénite (C.F.C), en raison de la plus faible dimension du réseau cristallin. Par exemple, pour des températures voisines de 700°C, le chrome diffuse environ 100 fois plus vite dans la ferrite que dans l'austénite ;
- la solubilité du carbone et de l'azote sont très faibles dans la ferrite, et celle du cuivre est limitée ;
- la composition chimique des deux phases est différente : la phase ferritique, enrichie en chrome et en molybdène, sera le lieu privilégié pour la germination des phases intermétalliques riches en ces deux éléments ;
- la solubilité des éléments α -gènes décroît lorsque la température diminue, augmentant par conséquent la probabilité de la précipitation pendant les traitements thermiques.

Ces transformations métallurgiques dépendent de la composition chimique, de la température et du temps de maintien (Figure I.11) et sont regroupées en trois catégories

- Celles se produisant au-dessus de 1050°C ;
- Celles se produisant dans l'intervalle 600 et 1050 °C ;
- Celles se produisant au-dessous de 600°C

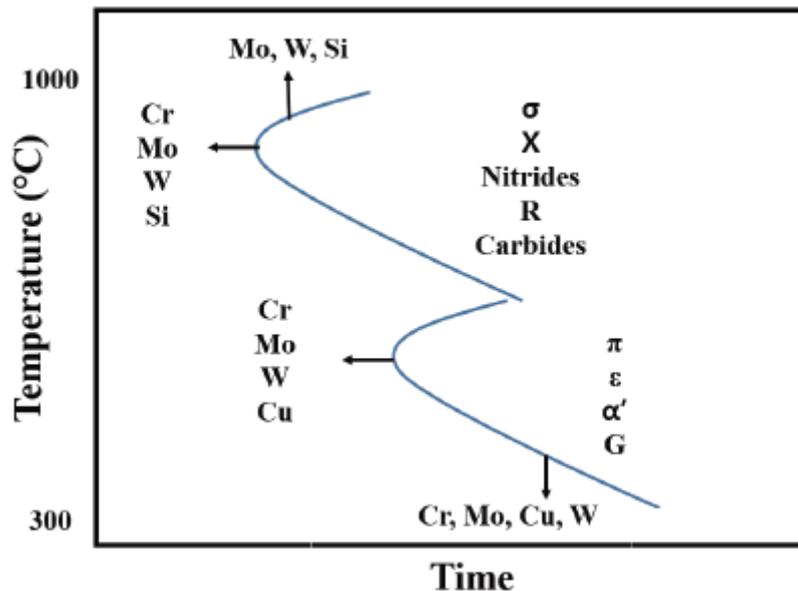


Figure I.11.: (a) Courbe Temps-Température-Transformation : effet des éléments alliages sur la précipitation et phase intermétalliques
(b) Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe

1.2.5.1 Transformations lors de maintiens à température au-dessus de 1050°C :

Lors d'un refroidissement lent à partir des températures supérieures à 1050°C, les aciers inoxydables duplex se solidifient complètement en mode ferritique (ferrite delta), Cette solidification est suivie par une transformation à l'état solide en austénite γ_2 (figure I. 11.ab). Cette transformation est réversible, tout réchauffage au-dessus de 1050°C jusqu'à 1300°C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite.

Cette modifications des fractions volumiques des deux phases γ et α suite à un traitement thermique s'accompagne aussi d'un changement dans les compositions chimiques de ces phases. On constate qu'une hypertrempe à partir d'une température très élevée provoque une répartition des éléments α -gènes et γ -gènes dans les deux phases et un taux de ferrite élevé riche en éléments interstitiels comme le carbone et l'azote [4].

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 [1,6].

1.2.5.2 Transformations lors de maintiens entre 600°C et 1050°C

Cet intervalle de température est le siège de précipitation de la plupart des phases secondaires, tels que les carbures, les nitrures et les phases intermétalliques σ , χ , R et l'austénite secondaire γ_2 . Le diagramme de la figure I.2.4a récapitule les différents précipités qui peuvent se former lors des traitements thermiques des aciers inoxydables duplex dans différentes plages de températures. Ces différentes transformations dépendent de la composition chimique de l'alliage et du temps de maintien et la vitesse de refroidissement.

i) Phases intermétalliques :

❖ La phase sigma σ :

C'est une phase de structure tétragonale compacte et complexe, elle est connue pour être dure et fragile, riche en chrome et en molybdène, entraînant une diminution drastique des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion du matériau.

Dans les aciers biphasés, la phase σ apparaît beaucoup plus facilement avec l'augmentation de la teneur en chrome, molybdène (cet élément augmente la stabilité à haute température), tungstène (augmente la vitesse de précipitation), manganèse et d'autres éléments dits σ -gènes³. La ferrite contenant des teneurs en éléments σ -gènes plus élevées que l'austénite est plus sujette à subir la précipitation de la phase σ , d'autant plus que les cinétiques de diffusion sont plus rapides dans la ferrite. La précipitation de cette phase est préférentielle aux joints de grains δ/γ et aux interfaces γ/γ et δ/δ [4,6].

❖ L'austénite secondaire γ_2 :

Il est possible d'obtenir cette phase par décomposition de la ferrite, dans un grand intervalle de température. Cette décomposition est due au fait que la structure biphasée est obtenue par trempe depuis les hautes températures, où la fraction volumique à l'équilibre de la phase δ est plus élevée. Cette austénite secondaire peut être obtenue à partir de trois mécanismes différents [4] :

³ Les éléments σ -gènes sont Cr, Mo, Si, W, V, Ti, Nb, Mn, Co, Al, C et N, entravent la précipitation de la phase sigma (σ)

1) par la réaction semblable à une réaction eutectoïde $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$; Cette réaction se produit entre 700 et 900 °C où la phase δ est moins stable que la phase σ , due à la réduction de la quantité de chrome et de molybdène ; encourageant ainsi la précipitation des phases riches en ces deux éléments, tels que les carbures de Chrome et la phase sigma. Comme montré sur la figure I.12 [17].

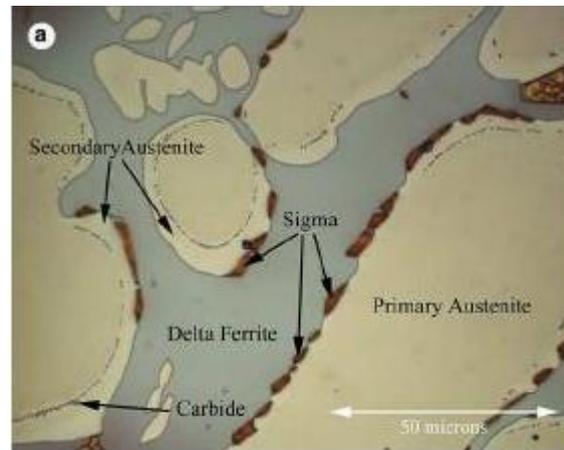


Figure 1.12. Formation de l'austénite secondaire et phase σ

2) par formation des structures de Widmanstaetten (photo I.6), à des températures supérieures à 650°C (entre 650 à 800°C), là où la vitesse de diffusion est très grande, et l'austénite est plus pauvre en chrome, surtout s'il y a précipitation simultanée de Cr₂N ;

3) par un mécanisme "martensitique" à des températures inférieures à 650°C, où la vitesse de diffusion est trop faible pour permettre la diffusion des éléments chimiques ; cette austénite a la même composition chimique que la ferrite environnante ;

- ❖ **Phase Chi χ** : Cette phase précipite entre 700°C et 900°C, en quantité plus faible que la phase σ , et peut contenir jusqu'à 28% en poids de Cr et 22% en poids Mo. L'enrichissement de la ferrite en éléments favorisant la formation des phases intermétalliques (σ -gènes) lors d'une exposition à des températures relativement basses (700°C) favorise la formation de la phase χ . Les sites de nucléation sont principalement les interfaces δ/δ et γ/γ avec une croissance vers l'intérieur du grain ferritique. Cette phase influe sur la résistance à la corrosion par piqûres et la ténacité des aciers inoxydables duplex de manière semblable à celle de la phase sigma, et comme ces deux phases précipitent souvent simultanément (en fait, la phase chi précipite relativement en retard par rapport à la phase sigma et est plus stable aux basses températures), il est donc difficile d'étudier leurs effets séparément [11,12].

❖ Phase R :

Cette phase précipite soit dans la matrice, soit dans les joints de grains, entre 550 et 700°C. Cette phase a une composition chimique d'environ 16 à 30% en poids de Cr et 25-40% en poids Mo, 3-5% en poids de Ni (le reste est le Fe) et une structure tétragonale [4, 29,30].

ii) Précipitation de carbures et nitrures

Lors du refroidissement, les caractéristiques de solubilité des différents éléments dans l'alliage sont modifiées (Figure I-4). Entre 700°C et 900°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. Ce carbure se forme préférentiellement aux joints de grains. La résistance à la corrosion de l'alliage diminue alors, car le chrome n'est plus libre dans la matrice pour assurer son rôle protecteur. Deux solutions sont possibles : blocage du carbone en solution sous forme de carbures fins de titane ou de niobium dans la matrice, ou limitation de la teneur en carbone au-dessous de 0,03% pds.

Quant à la précipitation de nitrures (Cr_2N ou CrN) dans l'intervalle de température 700-900 °C est importante lorsque la teneur en azote est élevée. La précipitation intergranulaire de nitrures est facilitée par un refroidissement rapide depuis les hautes températures, grâce à la supersaturation de l'azote dans la ferrite [29,30].

1.2.5.3 Transformations à températures inférieures à 600°C**❖ Précipitation de la phase α' (ou démixtion)**

A température inférieure à 600°C, les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter une fragilisation de la ferrite par transformation localisée de la ferrite α en phase α' . La phase α' est très riche en chrome, jusqu'à 80%, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la ferrite α (**riche en fer**). Elle se forme par décomposition spinodale⁴ (pour entre les températures comprises entre 280°C à 475°C) ou par germination et croissance pour des températures voisinant les 500°C. Cette transformation appelée **démixtion** (ou fragilisation à 475°C) conduit à la fragilisation de la ferrite et donc du matériau duplex. Une étude de la fragilisation des aciers duplex par formation de la phase α' peut être trouvée chez [6, 7,9].

⁴ La **décomposition spinodale** est un processus par lequel un mélange de deux constituants ou plus peut se séparer en régions distinctes avec des concentrations des matériaux différentes. Dans ce cas, la diffusion n'intervient pas. La décomposition spinodale est possible car la variation d'enthalpie libre est favorable dans ce processus de réarrangement de la solution solide.

❖ Autres phases :

D'autres phases, telles que τ , π , et ε , peuvent également précipiter dans DSS à des températures plus basses et des temps plus longs (Voir le tableau récapitulatif Tableau A.2 en annexe A). Ces phases, cependant, ne précipitent généralement pas lors du soudage et n'ont donc aucun effet sur les propriétés finales des joints soudés, nous ne les étudierons donc pas plus en détail. Des informations supplémentaires peuvent être obtenues dans [4,14].

I.3 Soudage des aciers duplex

Dans le chapitre précédent (Fig.1.2), nous avons discuté l'influence d'un traitement thermique sur l'évolution microstructurale des aciers duplex. Dans la pratique, les traitements thermiques d'hypertrempe sont bien maîtrisés (les paramètres temps de maintien, température max, refroidissement sont généralement contrôlables) ce qui permet de produire des aciers duplex à proportions approximativement équivalentes d'austénite et de ferrite ; notamment de s'affranchir de la présence de précipitations souvent néfastes pour les propriétés mécaniques et/ou la résistance à la corrosion.

Cependant, les modifications microstructurales apportées à l'acier par l'opération de soudage peuvent dégrader plus ou moins la tenue en service des assemblages soudés. Les soudures d'aciers austéno-ferritiques sont caractérisées par une élévation de la teneur en ferrite dans la ZAT et dans le métal déposé de même composition que le métal de base. Cet enrichissement est imputable au cycle thermique de soudage dont la vitesse de refroidissement est trop rapide pour une retransformation complète en austénite de la ferrite formée au chauffage.

Par ailleurs, la multiplicité des réaffectations thermiques en soudage multipasse pour les aciers austéno-ferritiques peut provoquer des précipitations de phases intermétalliques, des carbures ou nitrides.

De ce fait, 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 Structure de solidification dans les soudures inoxydables duplex

Afin de mieux comprendre l'évolution microstructurale dans une soudure inoxydable duplex et les inhomogénéités chimiques, il paraît utile d'abord de rappeler certains concepts de base sur solidification des alliages.

1.3.1.1 Rappel sur le principe de base de 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'équilibre⁵ (dans le cas $k < 1$) 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 [33] ; la solidification est alors dite 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 en avant de l'interface élevé ($G = dT_L(x)/dx$ 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" : c'est-à-dire que le gradient thermique est suffisamment faible pour que sur une certaine distance x en avant du front de solidification la température réelle du liquide T_L soit inférieure à la température d'équilibre T_{eq} (Figure.I.13).

La conséquence de cette instabilité d'interface est la disparition du front plan. L'interface présente alors une structure de type cellulaire ou dendritique selon la vitesse de solidification (figure I.14).

⁵ Si l'on estime que le solide qui se dépose est en équilibre avec le liquide à l'interface, la composition du solide C_S est alors différente de celle du liquide C_L et donnée par $C_S = k.C_L$, k est le coefficient de partage des éléments.

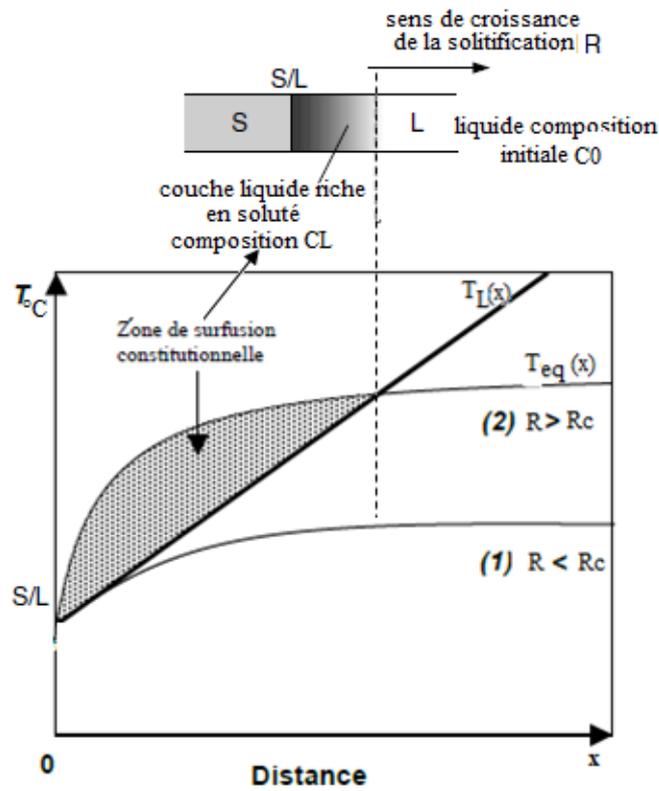


Figure 1.13. Effets du gradient thermique sur la surfusion

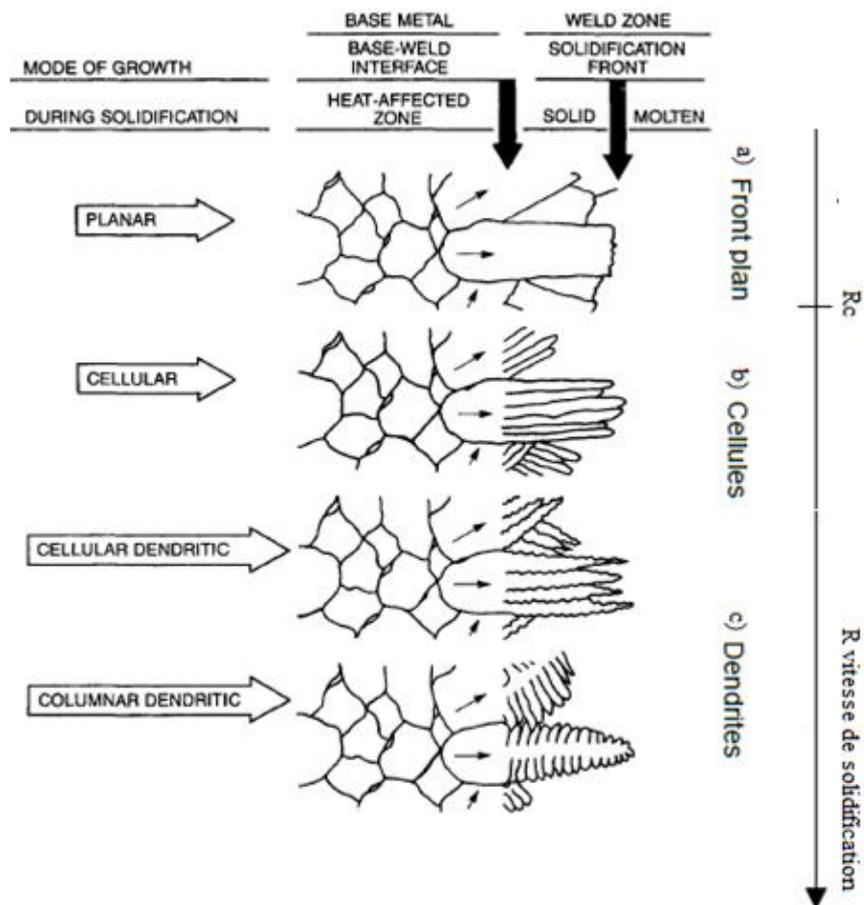


Figure 1.14. Représentation schématique des différentes morphologies d'interface S/L en fonction de la vitesse de solidification [33]

❖ **Relation vitesse de solidification avec la vitesse de soudage :**

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.

La figure I.15 est une représentation schématique en 3D du bain de fusion où :

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

Partant du fait qu'en n'importe quel point du bain de fusion (figure I.15.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:

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

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

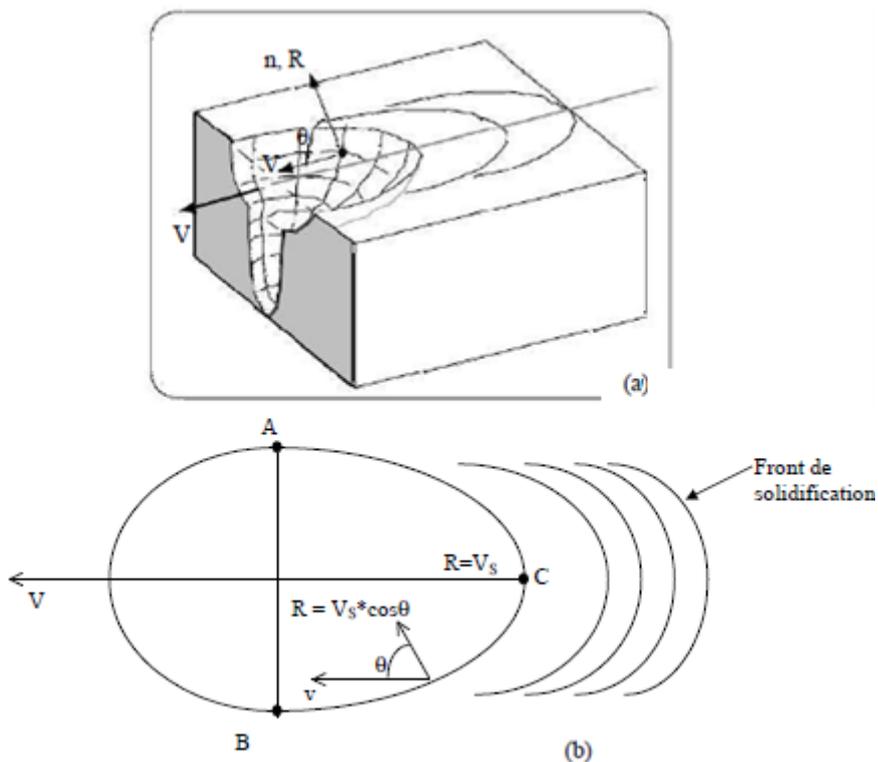


Figure I.15. Représentation schématique du bain de fusion :
a) schéma en 3D, b) schéma en 2D [26].

On constate alors que R est minimale sur les bords du bain de fusion et maximale et égale à V au centre du bain. A l'opposé, le gradient thermique $G = \partial T / \partial x$ est maximal sur les bords (croissance planaire) et minimal au centre (croissance dendritique). La solidification se produit à l'arrière du bain, entre les points A et B ($\theta = 90^\circ$) et le point C ($\theta = 0^\circ$).

1.3.1.2 Modes de solidification

Un point capital concernant la microstructure des aciers inoxydables austéno-ferritiques, est la manière dont ils se solidifient. Pour comprendre la séquence de solidification et de transformation de ces aciers, il faut observer le diagramme d'équilibre de l'alliage. Un diagramme ternaire Fe-Ni-Cr est nécessaire. Une section à 70% de Fe est montrée sur la Figure (I.16). On note sur ce diagramme qu'on peut avoir 4 séquences de solidification selon la composition chimique (Tableau I.5):

- solidification austénitique (A),
- austénito-ferritique (AF) (l'austénite est la phase primaire) ;
- solidification ferrito-austénitique (FA)
- et ferritique (F) (la ferrite est la phase primaire).

Tableau I.5: Modes de solidification des aciers inoxydables et microstructures finales

Phase primaire	Mode de solidification	réaction	microstructure
Austénite (γ)	A $Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.25$	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$	100% austénite
	AF $1.25 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.48$	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta$	Ferrite δ eutectique à la frontière des structures cellulaires et dendritiques
Ferrite δ	FA $1.48 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.95$	$L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \delta + \gamma$	Ferrite squelettique et/ou lattes de ferrite issues de la transformation $\delta \rightarrow \gamma$
	F $Cr_{eq}/Ni_{eq} > 1.95$	$L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \gamma + \delta$	Ferrite aciculaire δ ou matrice ferritique avec de l'austénite Widmanstätten aux joints de grains.

Les soudures d'aciers inoxydables duplex se solidifient en mode totalement ferritique [1,4, 6].

La croissance de la ferrite s'effectue par épitaxie ; les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux du métal de base sur lequel ils reposent. La croissance des premiers cristaux formés suit le sens du gradient thermique [26,32, 33]. Cette solidification est suivie d'une transformation ultérieure en austénite à l'état solide.

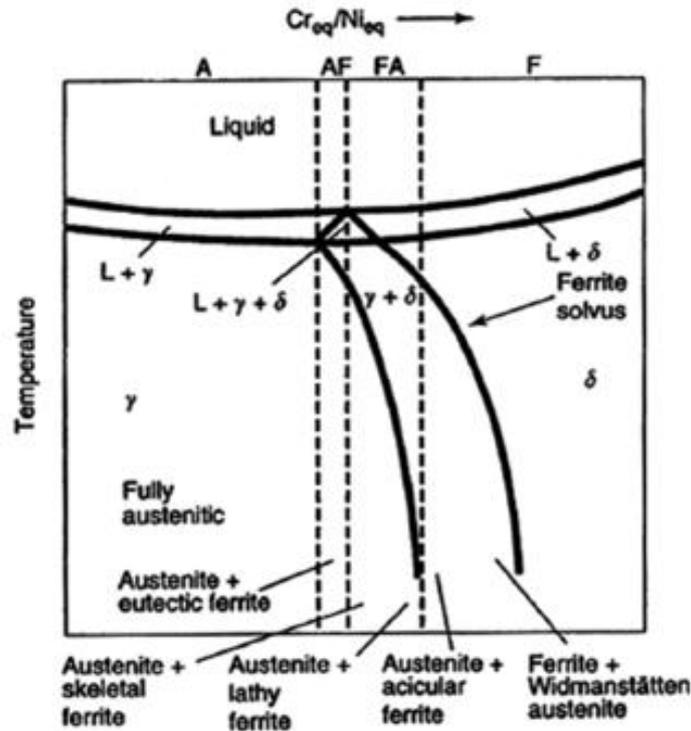
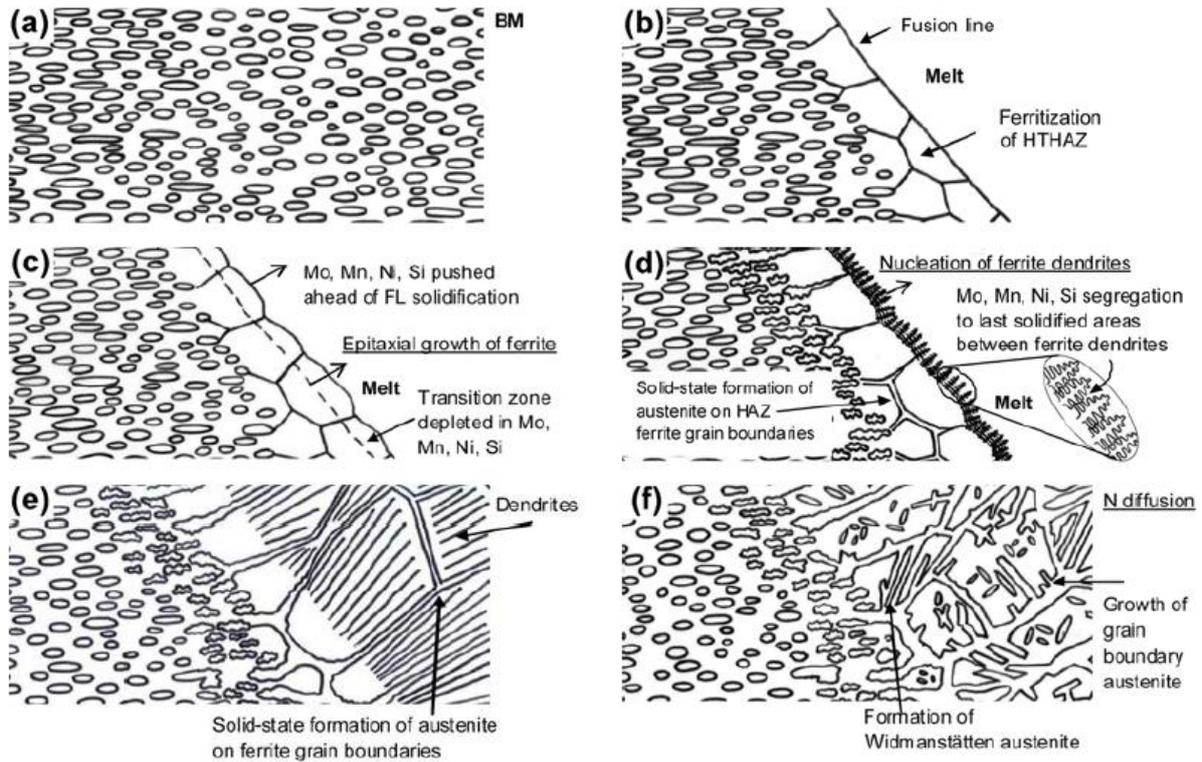


Figure I.16. Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe : relation mode de solidification et composition chimique.

L'étendue de la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ dans les métaux d'apport de ces aciers dépend essentiellement de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement.

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

Au début de la transformation, l'austénite se forme dans les joints de grains ferritiques par un mécanisme de germination et de croissance et prend souvent des aspects de type Widmanstätten ou allotrimorphe. Cette transformation se poursuit avec le refroidissement et donne lieu à la formation d'austénite intragranulaire. La figure I.17 illustre la solidification et la formation de l'austénite dans un acier duplex LDX 2101.



La figure I.17. Principe de solidification et formation de l'austénite dans un acier duplex LDX 2101

Enfin, il convient de mentionner que certains auteurs [3,21] classent l'austénite dans les aciers inoxydables duplex selon le mécanisme de formation de l'austénite (voir tableau I.6).

Tableau I.6 : Types d'austénites formées dans les aciers inoxydables duplex [3]

Type	Formation
Austénite primaire γ_1	Durant la solidification $L \rightarrow \delta + \gamma_1$
Austénite secondaire γ_2	Précipitation à partir de la ferrite $\delta \rightarrow \delta + \gamma_2$
Austénite ternaire γ_3	Réaction eutectoïde $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_3$

I.3.2. 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 (ZAT- Haute Température)
- la zone de recuit partiel adjacente au métal de base (ZAT- Moyenne Température)

Le cycle thermique dans la ZAT d'un acier duplex peut être subdivisé en trois régions voir (figure I.18.).

❖ **Région 1** : le niveau atteint par le cycle thermique déclenche la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ par un mécanisme de croissance contrôlée par diffusion [8,26]. 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.

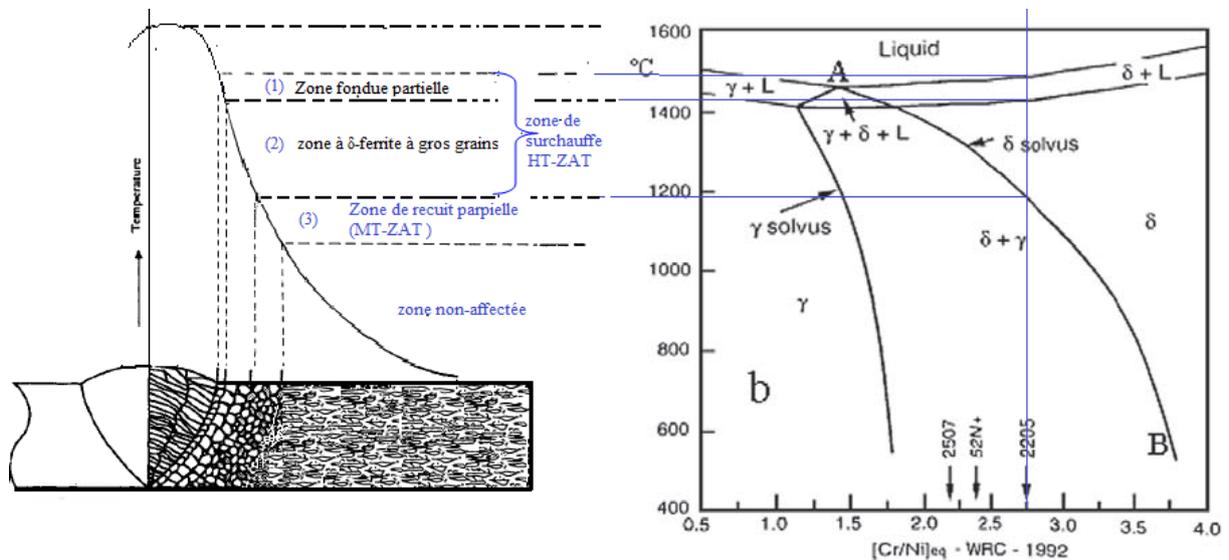


Figure I.18. Représentation schématique du cycle thermique dans une soudure (monopasse) duplex

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.19), la taille des grains augmente de presque 5 fois quand l'apport de chaleur passe de 0.25 à 1.7 KJ/mm. L'acier superduplex 2507 présente un comportement similaire ; cependant la croissance des grains dans la ZAT est légèrement retardée.

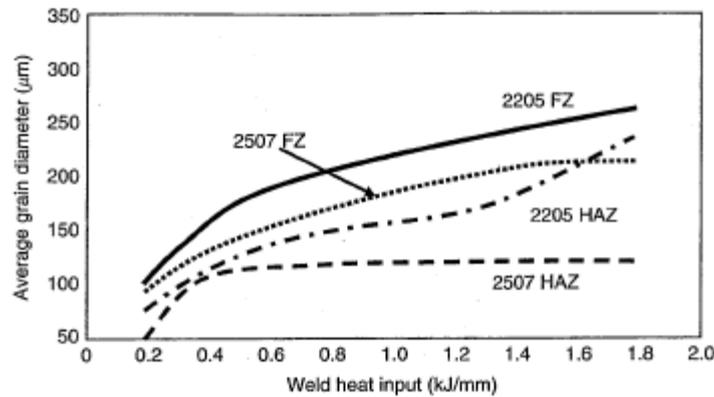


Figure I. 19. Effet de l'apport de chaleur sur la taille des grains ferritiques [11,12]

I.3.3 Reformation de l'austénite dans la ZAT de l'acier 2205:

Contrairement au métal de base où il est proche de 1, le rapport de phase δ/γ dans la ZAT des aciers duplex dépend fortement de l'apport de chaleur utilisé. En raison de son importance dans la détermination de la qualité des joints soudés, la reformation de l'austénite dans la ZAT des soudures d'acier duplex 2205 a été étudiée avec beaucoup d'attention dans de nombreux travaux scientifiques. Lors du refroidissement à partir du domaine ferritique monophasé, la précipitation de l'austénite débute aux joints de grains ferrite/ferrite ; elle est suivie par la formation d'austénite Widmanstatten et intragranulaire [26]. L'existence d'une structure ferritique à grains fins augmente la densité de joints de grains et favorise la reformation de l'austénite [26]. La précipitation d'austénite Widmanstatten et intragranulaire nécessite des forces motrices relativement faibles et peut se produire à haute température avec un faible degré de surfusion [33]. 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 [36] et l'introduction de l'azote favorise la formation de structures Widmanstatten.

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 [38].

CHAPITRE II**MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES****II.1. Introduction**

Étant donné que l'objectif principal de cette étude est de comprendre l'évolution microstructurale d'un acier inoxydable duplex au cours d'un cycle thermique de soudage ou d'un traitement thermique isotherme à hautes températures. Nous présentons dans ce chapitre le matériau duplex étudié, et l'ensemble des techniques expérimentales : d'élaboration, d'observation et d'analyse utilisées pour caractériser la microstructure des échantillons en fonction de leur histoire thermique. Les résultats expérimentaux sont présentés et analysés dans le chapitre III.

II.2. Matériaux utilisés : composition chimique et caractéristiques mécaniques

Le métal de base que nous avons utilisé pour la réalisation de ce travail est un acier inoxydable austéno-ferritique (duplex) de nuance 2205¹ allié à l'azote (0.17. Cette nuance 2205 est caractérisée par :

- Une excellente résistance à la corrosion, $PREN_{mini}$ (Pitting Resistance Equivalent Number = $Cr\% + 3.3\%Mn + 16N$) = 35,
- Une limite d'élasticité 2 fois plus élevée que celle d'un austénitique monphasé (1.4301, Type 304),
- Des températures d'utilisation de - 40 °C à + 300 °C

Cette nuance d'acier duplex s'adapte parfaitement aux applications offshore. Il nous a été livré par la société GTP, sous forme de tube de 300 mm de longueur, 70.6 mm de diamètre et de 3.3 mm d'épaisseur. Son état initial est caractérisé par la présence d'une structure biphasée constituée de deux phases, la ferrite δ (de structure c.c) et de l'austénite γ (de structure c.f.c). Dans cet état, les proportions des deux phases sont respectivement 55 % et 45% environ. Ces quantités sont déterminées en positionnant les valeurs de $Cr_{eq} = 26.55\%$ et $Ni_{eq} \cong 10\%$ dans le diagramme de D'Espy (Annexe A :Figure A.1). Qui correspond donc à un rapport $Cr_{eq}/Ni_{eq} = 2.65 > 1.95$. La composition chimique de notre acier (Tableau II.1), a été réalisée au laboratoire de Métallurgie de la Base Centrale Logistique (BCL) de Béni-Mered.

¹ La nuance 2205 est de la norme européenne : X2CrNiMoN22-5-3/1.4462, norme ASTM UNS A240 S31803

Pour la réalisation des différentes soudures, nous avons utilisé un métal d'apport de nuance ER 2209 (selon AWS). Les électrodes sont à enrobage basique ou rutile. Sa composition chimique est donnée dans le tableau II.1.



Figure II.1. Micrographie optique de l'acier inoxydable duplex 2205 à l'état initial (F ferrite, A : austénite)

Pour la réalisation des différentes soudures, nous avons utilisé un métal d'apport de nuance ER 2209 (selon AWS). Les électrodes sont à enrobage basique ou rutile. Sa composition chimique est donnée dans le tableau II.1. En comparant les deux compositions on remarquera que nous avons choisis un métal d'apport à plus faible teneur en carbone que le métal de base pour minimiser le risque de précipitation des carbures de Chrome (Cr_7C_3 et $Cr_{23}C_6$) aux joints de grains ; le taux de Nickel y est par contre plus élevé pour stabiliser l'austénite dans la zone fondue. La légère différence en Chrome à l'avantage du métal d'apport permettra de compenser les éventuelles pertes causées par évaporation. On remarque enfin que les teneurs de tous les éléments sont dans les limites recommandées pour les aciers inoxydables duplex.

Tableau II.1 : Composition chimique du Duplex 2205 et métal d'apport

élément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu
2205 (w%)	0.024	0.61	1.45	0.016	0.001	22.43	5.43	3.21	0.17	0.19
ER220 9 (w%)	0.01	0.49	1.47	0.019	0.001	23.4	8.6	3.11	0.16	0.05

Tableau II.2 : Caractéristiques mécaniques[44]

Désignation	Limite élastique MPa	Résistance à la rupture MPa	Allongement à la rupture %	Dureté Brinell HRC
UNS 31803 (2205 steel)	> 450	> 620	> 25	< 290 < 32

II.3 Procédure de soudage

Nous rappelons que toutes les opérations de soudage ont été réalisées au niveau des ateliers de métallurgie de la société GTP et par un soudeur certifié.

II.3.1 Préparation des éprouvettes pour l'opération de soudage

➤ **Nettoyage :**

Avant l'opération de soudage les bords des deux tubes à assembler doivent être préparés. Le matériau doit être nettoyé 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 puis avec un solvant chimique (acétone) sont effectués.

➤ **Conception du joint :**

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 des dimensions et 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.

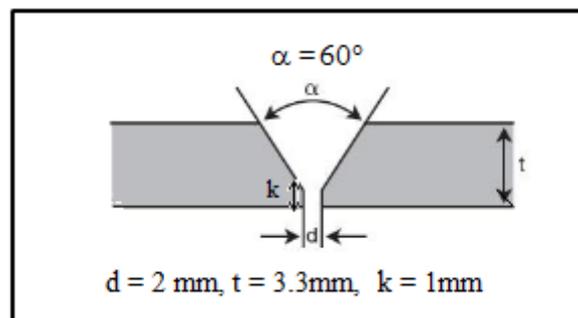


Figure II.2. Forme et dimensions du chanfrein préparé

II.3.2 Conditions de soudage et mode opératoire

➤ **Préchauffage :**

En règle générale, le préchauffage n'est pas recommandé, car il est susceptible d'être préjudiciable. Il peut être bénéfique lorsqu'il est utilisé pour éliminer l'humidité à la surface de l'acier, comme cela peut se produire en condition ambiantes froides ou en cas de condensation nocturne. Dans ce cas, on chauffera uniformément l'acier à une température d'environ 100°C , ce chauffage ne devant intervenir qu'avant la préparation des soudures.

➤ **Apport thermique et température d'interpasse.**

Les aciers inoxydables duplex peuvent tolérer des apports thermiques relativement élevés. La structure duplex de solidification du métal déposé est résistante à la fissuration à chaud, beaucoup plus que celle des métaux d'apport austénitiques.

Un apport thermique trop faible (vitesse de refroidissement trop élevée) peut entraîner un excès de ferrite dans la zone fondue et dans la zone affectée thermiquement, avec une perte correspondante de ténacité et de résistance à la corrosion. Un apport thermique excessif (donc une vitesse de refroidissement trop basse), quant à lui, entraîne des temps de refroidissement très élevés) et donc susceptible de provoquer la transformation de la ferrite en phases intermétalliques.

Pour obtenir une microstructure de soudure optimale à l'état brut de soudage, une maîtrise de la vitesse de refroidissement doit être assurée par un contrôle rigoureux de l'énergie de soudage et de la température d'interpasse.

i) L'apport thermique recommandé :

L'apport thermique recommandé pour le soudage des aciers duplex, se situe généralement dans la plage 0.5-2.5 KJ/mm et se calcul à l'aide de la formule suivante :

$$Q = \frac{V \times A}{v_s \times 1000} \left(\frac{KJ}{mm} \right) \dots \dots \dots (II.1)$$

Où V : tension (volts), A = intensité (Ampères), v_s : vitesse de soudage, i.e, d'avance de la torche (mm/s).

ii) Température d'interpasse :

Les températures d'interpasse trop élevées augmente les temps de refroidissement dans les domaines de température où la précipitation de phases intermétalliques ou des carbonitrides est possible. De ce fait, la température maximale d'interpasse autorisée est de 150°C pour les aciers duplex et de 120°C pour les superduplex.

➤ **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. Les soudures mal protégées présentent en général un certain état d'oxydation du métal fondu et de la zone affectée thermiquement. 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, il enveloppe plus longtemps la surface de soudage assurant ainsi une meilleure protection.

II.3.3 Procédé de soudage utilisé

Il existe de nombreux procédés de soudage dont les principes et la mise en œuvre sont très différents (voir annexe A. Tableau A.3). 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 effectuer les soudures bout à bout de notre étude, le procédé de soudage à l'arc avec électrode réfractaire de tungstène TIG (Tungstène Inerte Gaz ou GTAW : Gaz Tungstène Arc Welding), sous protection gazeuse à base d'argon Ar a été choisi.

❖ Principe du soudage à l'arc par 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.

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 à l'extrémité d'une électrode réfractaire en tungstène qui peut contenir des éléments d'addition comme le thorium ou l'yttrium pour favoriser l'émission

électronique dans une atmosphère gazeuse inerte. Cet arc engendre un champ magnétique auto induit qui crée à son tour des forces de Lorentz qui vont entraîner le gaz de projection vers la surface de la pièce. L'énergie calorifique provenant du plasma constitué des particules d'ionisation du gaz de protection, des électrons de l'arc électrique et d'éléments métalliques vaporisés, permet de faire fondre localement les bords à souder formant ainsi le joint soudé après refroidissement.

Dans notre cas du soudage de tubes d'acier inoxydable duplex, le gaz de protection utilisé est de l'argon pur (Ar 99,99%) pour éviter toute éventuelle risque fragilisation à froid du cordon de soudure. [45]

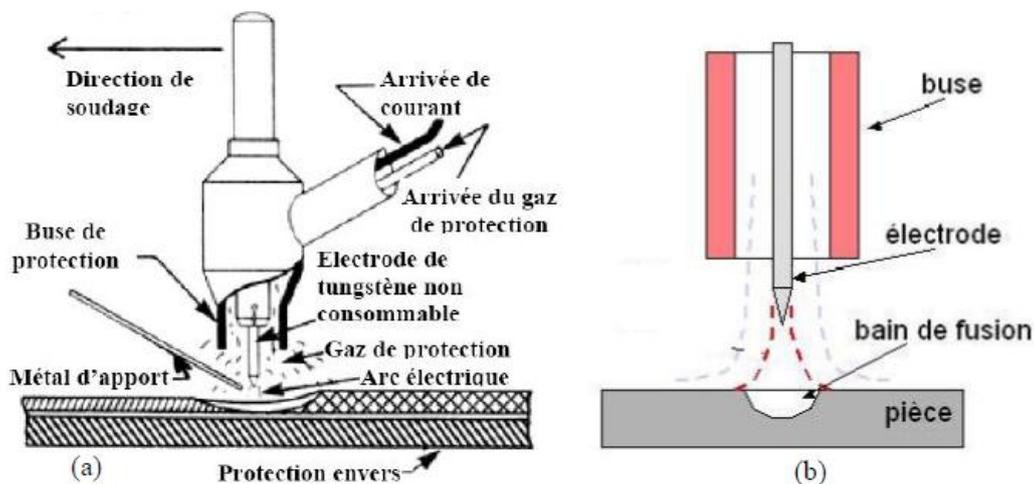


Figure II. 3. Représentation schématique du principe du soudage TIG.

II.3.4 Exécution du soudage :

La configuration retenue pour l'assemblage bout-à-bout de deux tubes en acier 2205 par TIG est une configuration 5G ou les deux coupons sont positionnés horizontalement et le soudeur exécute l'opération en se déplaçant du bas vers le haut (soudure montante) (Figure II.4).

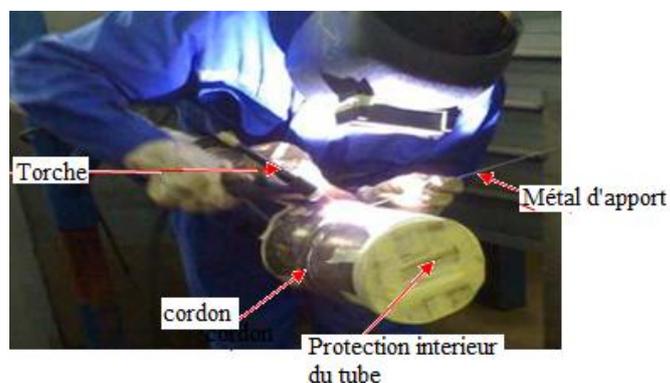


Figure II.4. Image montrant la position de soudage TIG avec double protection du cordon

Le cordon de soudure a été exécuté en trois (03) passes sous double protection (endroit et envers). Une température d'interpasse de 140°C est laissée après la passe antérieure pour assurer un refroidissement approprié de la ZAT. Tous les paramètres de soudage utilisés dans ce travail sont répertoriés dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Paramètres de soudage de tubes en acier duplex 2205

Procédé de soudage	GTAW
Position de soudage	5G
Courant & Polarité	DC (-)
Métal d'apport	ER 2209
Electrode de tungstène	WT Th2
Diamètre du fil (mm)	2.4
Gamme de d'intensités (A)	60-80
Gamme de tension (V)	10-12
Nombre de passe	03
Energie de soudage (KJ/cm)	4-12
Gaz de protection	Ar 99,99%
Débit (l/min)	16
Température inter passe	140 °C

II.4. Prélèvement et préparation des échantillons

Le suivi de l'évolution structurale en fonction des cycles thermique 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.

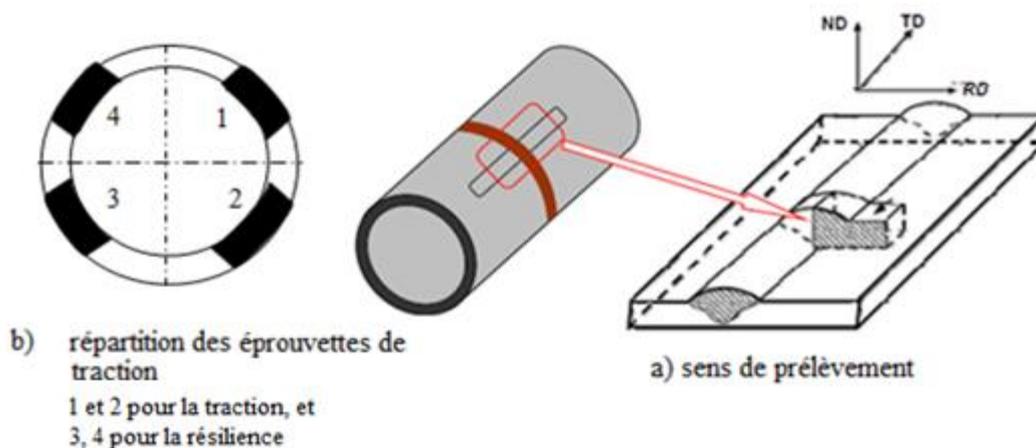


Figure II.5. Représentation schématique du mode prélèvement des échantillons à partir du tube soudé

Le prélèvement des éprouvettes d'essais de caractérisation mécanique (de traction et résilience) a été effectué au niveau des ateliers d'usinage de GTP et leur usinage s'est déroulé au niveau d'atelier de département de Génie Mécanique à l'université de SAAD DAHLAB de BLIDA.

La méthode de prélèvement des échantillons pour les essais est définie par différentes normes et spécifications. Dans notre cas, nous avons pris en compte les recommandations ASTM.

a) Les éprouvettes de traction :

Les éprouvettes de traction sont découpées dans les tubes soudés (2205/2205) aux emplacements indiqués sur la figure II.5b. La forme et les dimensions normalisées de ces éprouvettes sont montrées sur figure II.6.

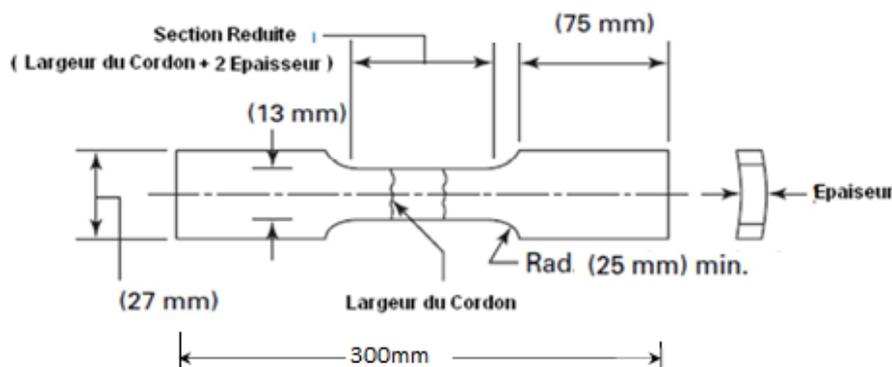
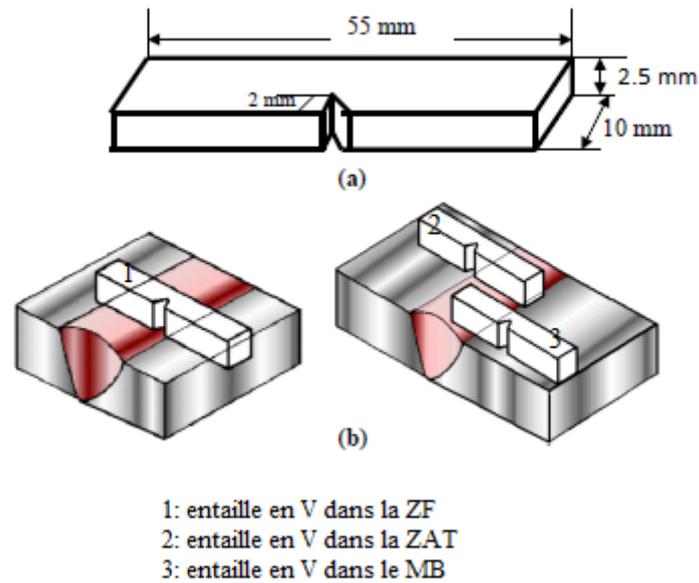


Figure II.6. Forme et dimension des éprouvettes de traction selon la norme ASTM

a) Les éprouvettes de résilience :

Les éprouvettes de résilience en nombre de trois (03) ont été découpées au niveau du cordon soudures (Figure II.7b). Ces éprouvettes ont été préparées selon la norme NF A 03-161, avec les dimensions de 55x10x5 mm (Figure II.7a) et comporte une entaille en forme en V de 45° d'ouverture et de 2mm de profondeur. Les entailles sont usinées au niveau de la ZAT, la zone fondue et le métal de base.



*Figure II.7. a) Dimensions des éprouvettes de résilience,
 b) zone de prélèvement des éprouvettes*

II.5. Les essais de caractérisation mécanique

II.5.1. Essais de traction

Ces essais ont été réalisés au sein du CSC, avec une machine d'essais hydraulique de 600 kN de capacité et commandé par ordinateur. Les essais ont été conduit dans l'air et à une température ambiante (= 20 à 30°C) sur des éprouvettes soudées non traitées et traitées avec une vitesse de déformation constante.

II.5.2. Essai de résilience Charpy

L'essai de résilience est un moyen rapide et simple pour évaluer la ténacité d'un matériau. Il consiste à mesurer l'énergie de rupture à grande vitesse de déformation. Pour cela, on introduit des facteurs fragilisant qui sont :

- L'entaille mécanique sur l'éprouvette qui crée un état de contraintes localisés triaxiales important au fond de celle-ci. Elle sert par exemple à reconstituer le système de contraintes existant localement dans les zones critiques de constructions soudées,
- La vitesse d'application de la charge traduite par la vitesse de déplacement du couteau au moment de l'impact (la vitesse du pendule utilisé était de 5.23m/s),
- La température d'essai que l'on fait varier.

Dans sa configuration la plus répandue, le mouton de Charpy consiste en un marteau de masse m qui est fixé à l'extrémité d'un pendule (Figure II.7.a). Ce pendule peut tourner dans le plan vertical autour d'un axe horizontal. L'éprouvette repose sur un support et se trouve au point le plus bas sur la trajectoire du marteau. Pour effectuer un essai, on écarte le bras jusqu'à ce que le marteau atteigne sa position initiale à la hauteur H (d'un angle θ) et on le lâche. Quand le pendule vient frapper l'éprouvette, remonte jusqu'à une hauteur h (angle maximal β). La différence $(H-h)$ caractérise l'énergie dépensée pour propager la rupture de l'éprouvette rapportée ou non à l'unité de surface de la section sous entaille. Dans le premier cas on la note KCV (J/cm^2), dans le deuxième cas KV (J).

L'énergie consommée par la rupture est donc directement associée à l'angle de remontée du pendule, elle s'exprime par la relation suivante:

$$KV = mgl (\cos \theta - \cos \beta) \dots \dots \dots (II.2)$$

- Avec m : masse du pendule,
 l : longueur du pendule,
 θ : angle de remontée du pendule après le choc,
 β : angle initial au départ du pendule.

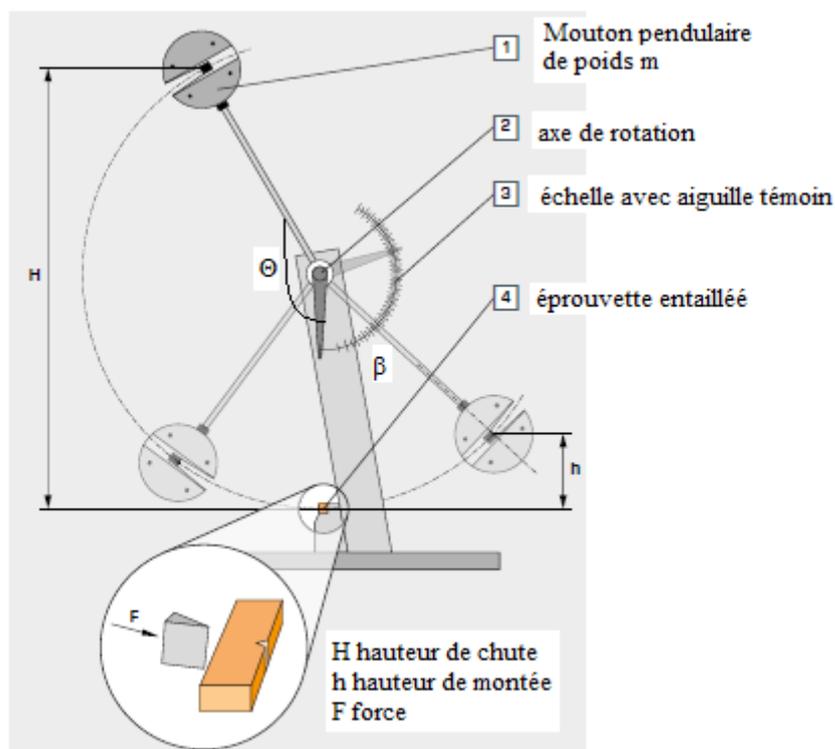


Figure II.8. Schéma illustratif du mouton pendule

Dans ce travail, les essais de résilience ont été conduits sur une machine de capacité de 300 J de marque INSTRON. Les tests se sont déroulés au niveau de la CSC.

L'énergie de rupture de l'éprouvette testée est lue directement sur le cadran de la machine. Afin d'évaluer la transition ductile-fragile dans les soudures, les tests ont été conduits à la température ambiante.

II.5.3 Les essais de microdureté :

Par définition la dureté mesure la résistance d'un matériau à la déformation. La microdureté HV est effectuée avec un pénétrateur en diamant de forme pyramide à base carrée. L'angle entre faces opposées de cette pyramide est de 136°. Le principe de mesure consiste à créer une empreinte sur le matériau sous l'action d'une charge et évaluer l'aire de cette empreinte après décharge. La valeur de la dureté est évaluée par la relation suivante :

$$HV = \frac{2F \sin 68}{d^2} = 0.189 \frac{F}{d^2} \dots\dots\dots(\text{II.3})$$

F (N) : La charge appliquée au pénétrateur.

d (mm) : Le diagonale moyen de l'empreinte $(d_1+d_2)/2$

L'objectif de la mesure de la microdureté d'un matériau est de s'assurer de sa résistance mécanique ou de vérifier l'absence de fragilité ou de fragilisant par suite des différents traitements mécaniques ou thermiques qu'il a pu subir.

Une augmentation de dureté observée dans les zones thermiques affectées par le soudage peut être l'indice d'un risque de fissuration à froid sous cordon ou de corrosion sous tension, d'où l'intérêt de la détermination de cette dureté. L'intérêt de cet essai prend toute sa valeur lors de l'exécution de la filiation de dureté (Figure.II.9) sur une partie de l'assemblage soudé, préalablement découpé à froid, puis poli. Il est alors possible de comparer l'homogénéité du joint par comparaison des duretés respectives : du métal déposé, des zones de transformation du métal de base

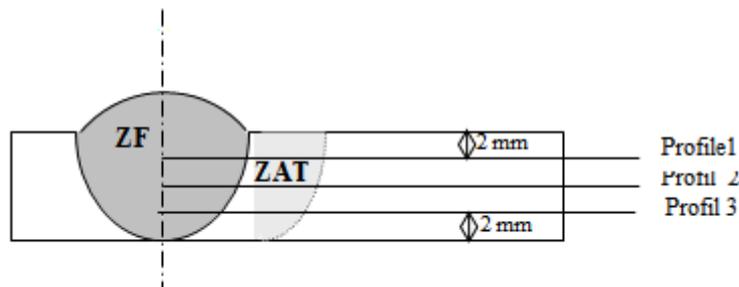


Figure.II.9. Exemple type pour mesure de microdureté sous cordon de soudure

Ces essais ont été effectués en utilisant une charge de 200g selon trois profils différents comme le montre la figure II.5. L'exécution des mesures sur chaque profil commence du centre du cordon (centre de la zone fondue) en allant vers la ZAT puis le métal de base.

Les profils ont été réalisés avec un pas de 0.5mm.

II.6 Traitements thermiques d'hypertrempe

Des échantillons sous forme parallélépipédique ont été prélevés d'un tube soudé et non soudé, afin d'étudier le comportement de l'acier 2205 après traitement thermique isotherme et les transformations qui se produisent dans les différentes zones de la soudure (métal de base, ZAT, zone fondue).

Les traitements thermiques isothermes ont été effectués dans le domaine de température 800-1100°C (Figure.II.10). et ont été réalisés dans un four à résistance électrique au niveau du laboratoire SDM du département de mécanique.

Ces traitements, consistent à porter les échantillons à haute température, et de les maintenir dans le four pendant une heure (01h), ensuite les refroidir rapidement à l'eau (c'est un traitement d'hypertrempe). Cet intervalle de températures définit deux domaines de transformations :

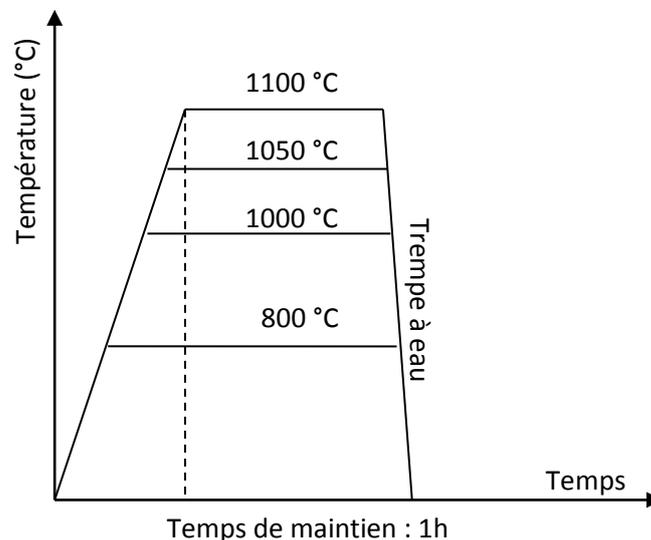


Figure II.10. Représentation schématique des différents traitements thermiques

- a) **Traitement entre 800°C -1000°C :** concerne le domaine de décomposition de la ferrite δ en phase intermétalliques (phase σ), en austénite secondaire γ_2 et précipités (carbures de chrome $M_{23}C_6$) ; ; l'austénite γ est stable dans cette plage de température.

- b) Traitement entre 1050-1100 :** c'est le domaine d'homogénéisation du rapport γ/α , et le but est de mettre en évidence la transformation $\alpha \leftrightarrow \gamma$

II.7 Caractérisation microstructurale

II.7.1 Préparation des échantillons :

Après découpage et traitement thermique, les différents échantillons (soudés et non soudés) on subit une succession d'étapes de préparation pour l'observation au microscope optique :

- Enrobage à chaud (environ à 180 °C) dans une résine phénolique,
- Polissage mécanique aux différents papiers abrasifs en SiC de granulométrie décroissante de 80 à 2000. Le polissage est réalisé sous une lubrification continue pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon
- Polissage de finition, s'est fait sur du papier feutre avec une poudre d'alumine en suspension dans l'eau.
- Attaque chimique : le choix du réactif d'attaque chimique dépend des détails microstructuraux recherchés (contraste de phase, joints de grains, précipités, ...etc). dans ce travail, différents réactifs sont ont été testés : réactif chimique direct et réactif électrolytique (Tableau II.4).

Le dispositif de l'attaque électrolytique est montré sur la Figure II.11, Il se compose d'une source de courant et d'une cellule (Becher de 1L à 2L) contenant l'électrolyte (la solution chimique) et dans laquelle est plongé l'échantillon (anode) à quelque centimètre d'une cathode en acier inoxydable (304L).

II.7.2 Observation au microscope optique (MO) et estimation quantitative des proportions des phases

Le but principal de l'observation microscopique est la mise en évidence de la structure des différents échantillons traités. Pour cela, on a utilisé un microscope optique de marque **Carl Zeis** qui se trouve au niveau du laboratoire de recherche Matériaux et Traitement de surface (MTS). Celui-ci est équipé de quatre objectifs d'agrandissement de 20X jusqu'à 100X, un oculaire de 10X . L'acquisition des micrographies a été effectuée au moyen d'une camera vidéo solidaire au microscope et reliée à un ordinateur.

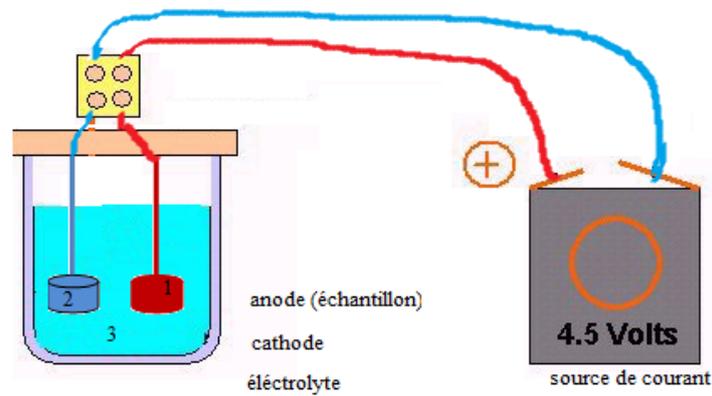


Figure II.11. Schéma illustratif du dispositif d'attaque électrolytique

Tableau II.4 : Les réactifs d'attaque chimique utilisés

	Réactif (type de la solution)	composition	commentaire
A1	acide oxalique (électrolytique)	100 ml d'eau distillée 10 g d'acide oxalique	Attaque électrolytique de 4 à 6 volts pendant quelques secondes

L'estimation des proportions des différentes phases après traitement thermique est basée sur le traitement des images obtenues de l'attaque électrolytique. Cette technique d'analyse d'images consiste à mesurer la surface de la phase considérée et la rapporter à la surface totale de l'image.

II.7.2.1 Détermination de la teneur en ferrite

La maîtrise des teneurs en ferrite dans les soudures austo-ferritiques est très importante dans la mesure où une teneur excessive en ZAT ou en métal fondu peut traduire une ténacité trop faible, une faible ductilité et une moindre résistance à la corrosion.

a) Méthode de calcul :

La teneur en ferrite du métal fondu peut être prédite à partir de sa composition chimique en utilisant les formules et diagramme d'Espy (résultat exprimé en % de ferrite) ou celle du diagramme WRC 93 (résultat exprimés en Ferrite Number FN). Les autres méthodes de calcul (Schaeffler ou de Long) ne prennent pas en compte l'effet manganèse des additions d'azote ou de cuivre ne sont pas utilisables dans le cas des soudures d'acier austéno-ferritique.

b) Méthode de mesure :

Les méthodes de mesure les plus utilisées pour déterminer la teneur en ferrite du métal déposé sont les méthodes magnétiques telles que le Ferritoscope (résultats exprimés en %F ou en FN) ou le Magnégage (résultats exprimés en FN).

Ces méthodes ne sont pas utilisables pour des mesures très localisées de la teneur en ferrite. En ZAT par exemple seule la méthode de traitement d'image ou métallographique de la grille de points (ASTM E 562) avec un grossissement suffisant (≥ 400) donne un résultat significatif.

c) L'expression des résultats :

Les deux modes d'expression des résultats de la teneur en ferrite ne sont pas équivalents. Cependant, pour les aciers austéno-ferritiques, on a pu établir une corrélation entre les valeurs obtenues par ferritoscope et exprimées en % et celle obtenues en magnégage exprimées en FN elle prend la forme : $F\% = 0.45 \cdot FN + 9.7$

d) Teneurs en ferrite recommandées dans les aciers austéno-ferritiques

Les teneurs en ferrite recherchées dans les soudures austéno-ferritiques à l'état brut de solidification sont les suivantes [12,39] :

Tableau II.5 : Teneur en ferrite dans les différents procédés

Procédé de soudage	Zone	méthode	Ferrite
Electrode Firl fourré Arc submergé	Métal déposé	Espy	15 à 35
		Ferritoscope	20 à 40
MIG TIG Plasma	Métal déposé	Espy	15 à 50
		Ferritoscope	20 à 60
Tous les procédés	ZAT	Grille de points à $G(\geq 400)$	< 70

CHAPITRE III RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

Ce chapitre présente les principaux résultats obtenus à partir des moyens d'investigations cités au chapitre précédent, avec interprétation et discussion.

En premier lieu, nous présentons les différents états de structure du joint de soudure duplex 2205 suite à l'opération de soudage et aux traitements thermiques post-soudage. Par la suite le comportement mécanique.

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

III.1.1 Aspect macrographie de la soudure duplex

L'intérêt de cette analyse est de révéler avec un bon contraste les différentes zones constituant la soudure. D'après Lin [34], chaque zone révélée en macrographie par un contraste particulier, correspondrait à un ensemble de grains présentant une orientation commune. Pour cela une coupe métallographique effectuée perpendiculairement au plan de soudage est nécessaire.

Les figures III.1 représentent les macrographies de la soudure duplex 2205 obtenue par attaque chimique A1 ; elles révèlent la texture du joint avec les deux passes et les trois passes (contraste différents).

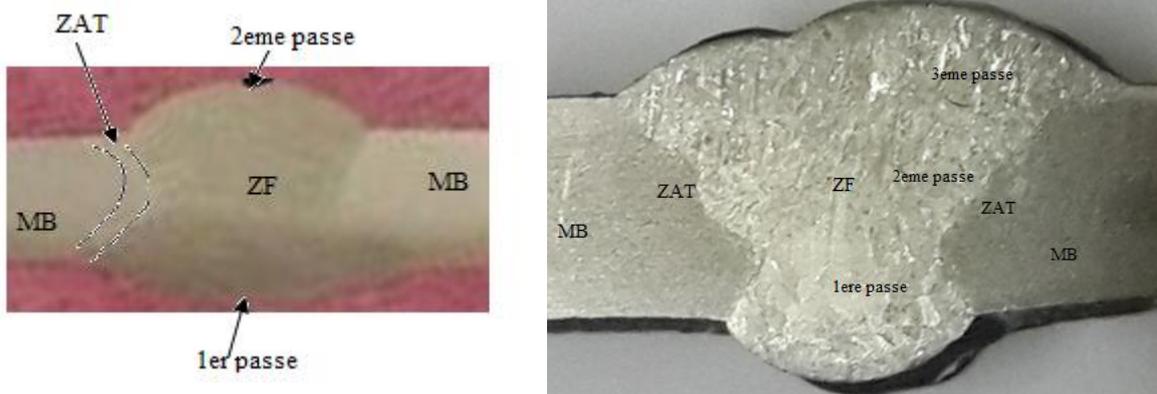


Figure III.1. Macrographie d'une soudure duplex 2205/2205 obtenue avec le réactif A1

Sur ces macrographie nous retrouvons également les trois zones constituant un joint de soudure à savoir :

- le métal de base MB non affecté par les cycles thermique de soudage.
- La zone affectée par la chaleur 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, il s'agit de la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ au chauffage et $\delta \rightarrow \gamma$ au refroidissement.
- La zone fondue ZF, caractérisée par la présence d'une structure de solidification. Dans la soudure à 3 passes, les lignes de solidification sont plus marquées. Cette soudure sera caractérisée par des grains allongés se développant sur la 2^{ème} passe. La passe racine se distingue par la présence de petits grains sans orientation préférentielle on peut supposer que le gradient thermique est suffisamment élevé pour favoriser une croissance planaire. En haut du cordon, les grains sont de tailles plus importantes et plus allongés à cause d'un gradient thermique plus faible et du phénomène de croissance sélective.

III.1.2 Microstructures des différentes zones

Dans ce paragraphe, nous présentons en détail l'évolution structurale de la ZF et ZAT dans le cas de la soudure réalisée en deux passes pour mettre en évidence l'influence de soudage multipasse sur la microstructure de la soudure.

III.1.2.1 La zone fondue

L'examen et les photographies de la ZF et de la ZAT ont été réalisées après attaque au réactif A1 (Acide oxalique) pour laquelle on obtient un excellent contraste entre la ferrite et l'austénite comme le montre la figure.III.2.

Les figures III.2 montrent la microstructure aux différents points de la soudure duplex réalisés en deux passes. Tout d'abord, ces micrographies mettent en évidence le mode de solidification du métal déposé qui est le mode ferritique ; c'est lors de la solidification que l'austénite s'est formée aux interfaces ferrite/ferrite et à l'intérieur des grains ferritiques. Cette transformation en $\delta \rightarrow \gamma$ est due à la redistribution des éléments Cr, Ni, Mo, N entre la ferrite et l'austénite.

Ce mode de solidification est accompagné d'une croissance épitaxiale avec les grains du métal de base à partir de la zone de liaison.

La nature compétitive et épitaxiale de la croissance des grains ferritiques dans les soudures d'aciers duplex est l'un des facteurs responsables de la formation de gros grains ferritiques. En bordure du joint soudé, la solidification s'amorce au contact des cristaux du métal de base demeurés à l'état solide.

Il en résulte qu'au lieu de se développer à la faveur de germes répartis et orientés au hasard au niveau de la paroi froide où s'amorce la solidification, les grains de solidification de la zone fondue s'orientent sur ceux du métal de base, comme s'orientent, par épitaxie, les cristaux issus d'une solution se formant sur un cristal de soluté. Il en résulte, comme le montre la micrographie optique de la figure III.3.a.

La représentation schématique de la figure III.3.b, que les joints de grains du métal de base trouvent leur prolongement dans le métal fondu. Dans ce cas précis, le phénomène est caractérisé par une microstructure de type cellulaire très géométrique. On peut expliquer sa formation par la mise en solution d'une fraction de métal de base, on parle alors de dilution, qui affecte localement la composition du métal d'apport.

Lors du refroidissement dans l'intervalle de température 1300-800°, l'austénite se forme aux interfaces ferrite/ferrite et à l'intérieur des grains ferritiques. L'austénite formée à ce niveau présente deux morphologies principales :

- De l'austénite allotrimorphe au niveau des interfaces ferrite /ferrite
- Widmanstätten inter et intra granulaire répartie aléatoirement
- D'autres formes irrégulières d'austénite dans les grains ferritiques.

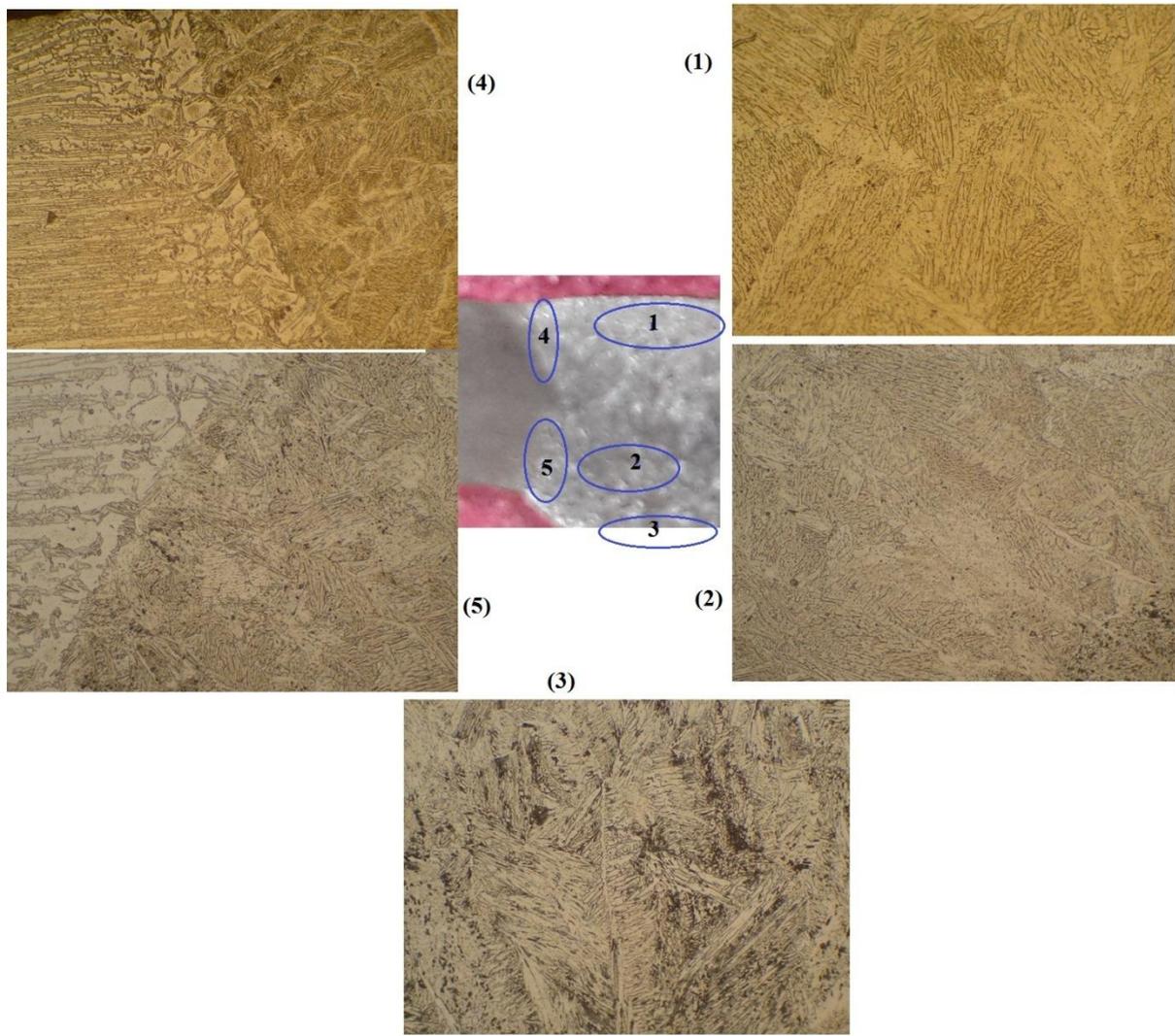


Figure III.2. Microstructure des différentes zones de la soudure (Gx200)

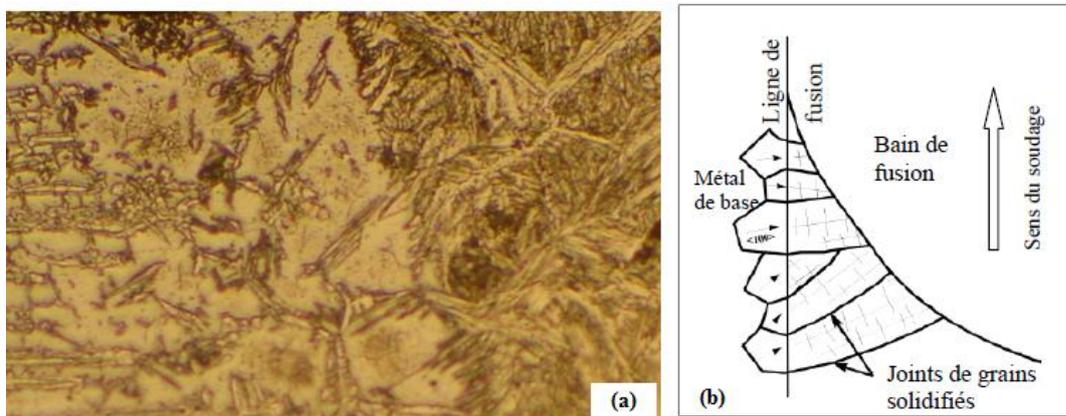


Figure III.3 Illustration de la croissance épitaxiale,
a) Micrographie optique, **b)** Représentation schématique. (Gx200)

Au moyen de la technique de traitement d'image, nous avons pu estimer qualitativement le taux de ferrite et d'austénite dans la zone fondue voir (Tableau III.1).

On constate que le taux d'austénite dans la première passe est plus élevé, dû à la faible vitesse de refroidissement dans cette région. Ceci donne plus de temps à la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ pour se produire.

Cependant dans la seconde passe, à cause de la vitesse de refroidissement rapide dans cette région, la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ est interrompue ainsi une proportion de ferrite importante est maintenue à la température ambiante.

Tableau III.1. Taux de ferrite et d'austénite dans la zone fondue

Région	Taux austénite		Taux de ferrite	
	ZF	ZAT	ZF	ZAT
1ere passe (point 1)	73	62	27	38
2nd passe (point 2)	60	70	40	30

➤ **Cas de soudage multipasses :**

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. 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 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.

Suite à cette succession de cycles thermiques, on observe différentes morphologie de grains austénitiques voir (Figure III.4) :

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

Ces différentes morphologies de l'austénite ont déjà été observées dans des cas similaires de solidification d'aciers inoxydables duplex.

La présence d'une ou de toutes ces morphologies dans les soudures de ces aciers est fonction de plusieurs facteurs, particulièrement la taille des grains ferritiques, la vitesse de refroidissement et la composition chimique de l'acier par sa teneur en azote [29, 30,36, 37].

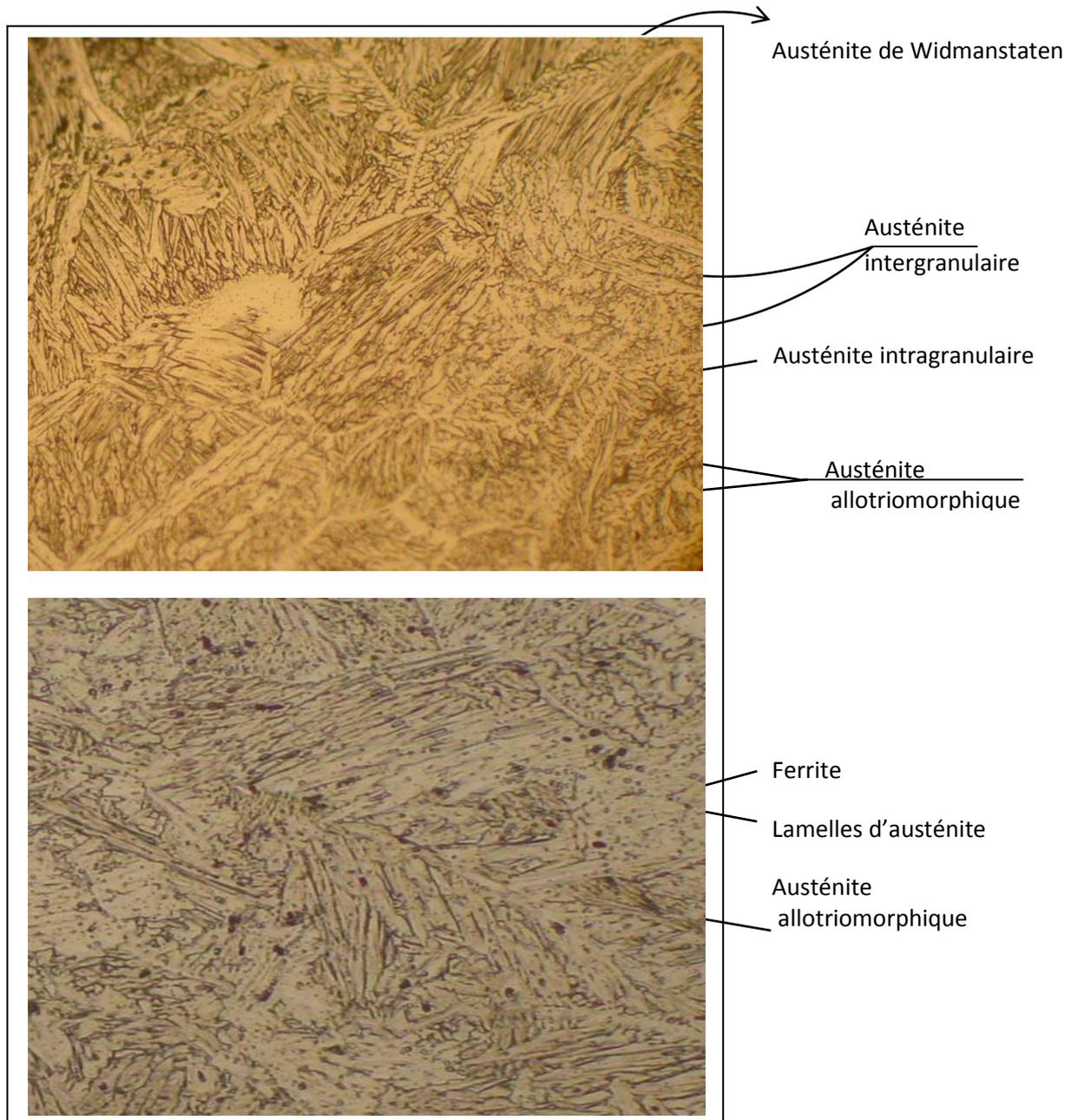


Figure III.4 Les différentes morphologies de l'austénite dans la zone fondue : influence des cycles thermiques successifs (Gx200)

Remarque : Précipitation dans la ferrite dans la zone fondue :

Dans la ferrite et à l'interface austénite/ferrite, plus rarement dans l'austénite, se trouvent des précipités de forme allongée. Malheureusement, nous n'avons pas pu déterminer la nature de ces précipitations mais d'après l'étude bibliographique il s'agit de carbure et de phases intermétalliques particulièrement la phase sigma (σ). Ils se sont probablement formés lors du cycle thermique mis en jeu par les passes suivantes.

III.1.2.2 la Zone affectée par la chaleur (ZAT)

La microstructure de la zone affectée thermiquement (ZAT) est présentée sur la figure III.5, on observe :

- Des variations dans la morphologie (dimensions) des grains austénitiques,
- Des variations au niveau de ligne de fusion,
- Et une variation dans la teneur en ferrite.

Un changement de la morphologie des grains est observé en passant du métal de base à la ZAT et en arrivant à la zone fondue qui se caractérise par un aspect plus allongé des grains.

Lors de l'opération de soudage, la ZAT est constituée de deux régions : la zone de surchauffe, adjacente au métal fondu à grand grains et la zone de recuit partiel adjacente au métal de base. Généralement, leurs largeurs sont en fonction de la distribution du gradient thermique atteint dans la soudure.

Ces deux parties constituant la ZAT apparaissent clairement dans la figure III.5. Cette figure montre également l'effet du cycle thermique de la seconde passe sur la morphologie des grains dans la première passe, où on observe un affinement relatif des grains dans la zone de surchauffe.

En générale, dans la zone de surchauffe voir (figure III.5), où le gradient thermique atteint des valeurs très élevées (juste en dessous de la ligne de solidus), la structure de l'acier, initialement biphasée, est portée jusqu'à l'état ferritique monophasé, au chauffage.

Lors du refroidissement, l'austénite se reforme par une transformation à l'état solide aux interfaces ferrite/ferrite et dans les grains ferritiques. A cause du refroidissement rapide, la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ est incomplète, par conséquent on s'attend à obtenir des taux de ferrite élevés dans cette zone.

L'état structural obtenu dans cette zone est très proche de celui du métal fondu des soudures réalisées en une seule passe où le refroidissement rapide a entraîné une transformation $\delta \rightarrow \gamma$ partielle. De cette figure il ressort aussi que la teneur de la microstructure en austénite intragranulaire est relativement faible.

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

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

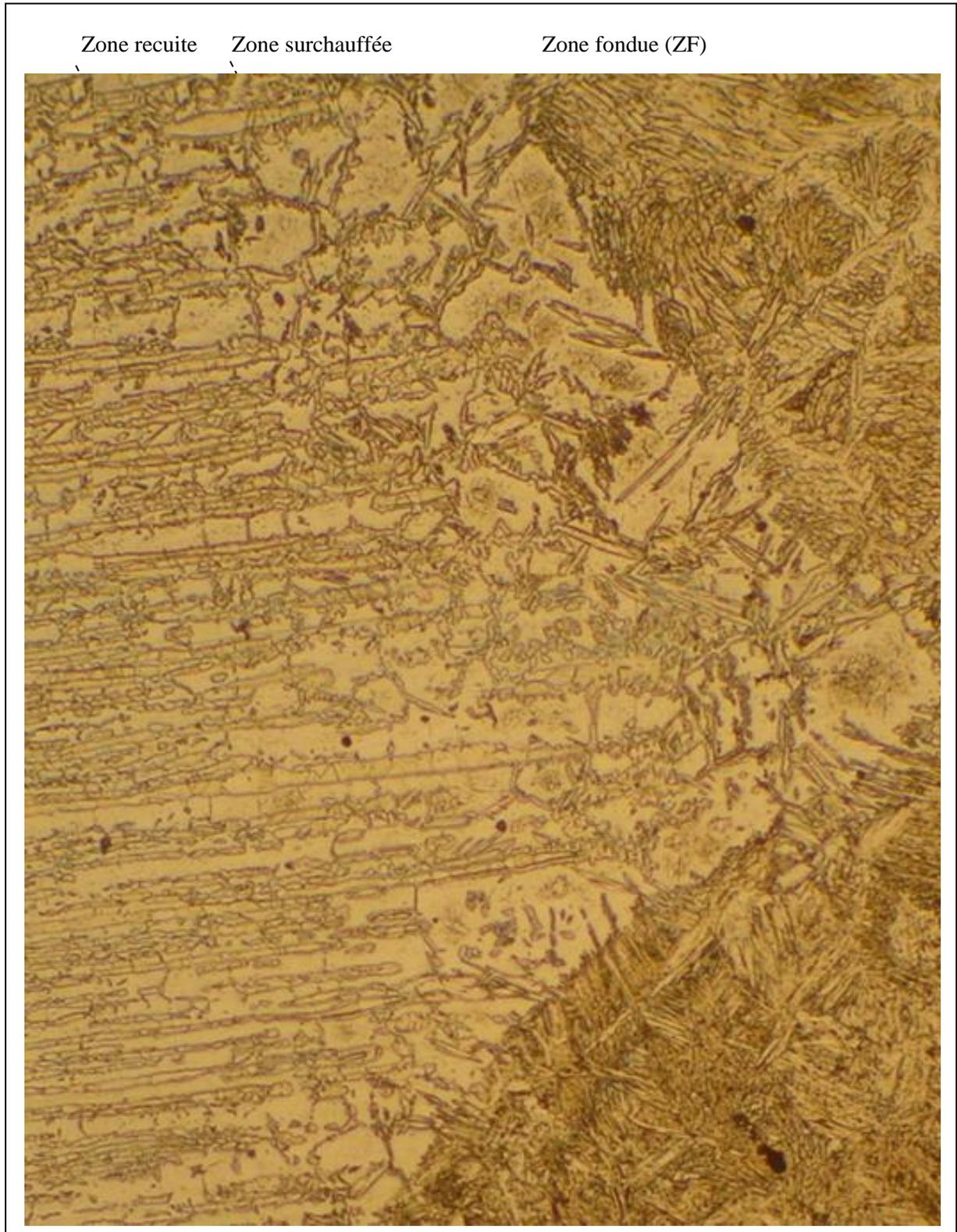


Figure.III.5. Microstructure de la ZAT en haut au milieu et en bas du cordon (Gx200)

Lors du refroidissement, l'austénite allotrimorphe se forme aux interfaces δ/δ à très haute température par un mécanisme de précipitation hétérogène. Au fur et à mesure que le refroidissement se poursuit l'austénite Widmanstätten précipite aux interfaces δ/δ et dans les interfaces δ/γ allotrimorphe déjà formée. Les grains d'austénite Widmanstätten croissent selon des plans spécifiques de la matrice ferritique d'après les travaux de Chen et al [36]. Comparée à l'austénite Widmanstätten, l'austénite intragranulaire précipite à des températures moins élevées dans la matrice ferritique. Ces différentes formes d'austénite sont très proches de celles observées par Hwang et al [37] dans un alliage duplex de type Fe-Mn-Al-C et par Atamert et al [35].

Dans la zone recuite partiellement (Figure III.5) les proportions relatives des deux phases en chaque point dépendent du niveau atteint par le gradient thermique en ce point. Dans la zone recuite partiellement on observe une faible recristallisation de la microstructure qui se traduit par une modification de la morphologie des grains des deux phases. Cette faible recristallisation de la microstructure est suivie par une légère croissance des grains particulièrement ceux de la phase ferritique.

III.2. Effet des traitements d'hypertrempe sur l'évolution microstructurale

Nous venons de montrer que les joints soudés en acier duplex (2205) ne possèdent pas la même répartition des phases (δ et γ) que celle du métal de base. Dans la pratique, un traitement thermique de post soudage (PWHT) restaure cet équilibre. Cependant, ces traitements thermiques peuvent induire des phénomènes de précipitation complexes si la température et la vitesse de refroidissement ne sont pas bien contrôlées.

Dans notre étude nous avons appliqué des traitements thermiques dans l'intervalle de température 800 à 1100 °C (le four dont nous disposons est limité à 1100°C) sur des échantillons soudés. Le traitement se fait pendant un temps de maintien d'une (01) heure, puis l'échantillon est extrait du four et trempé dans l'eau.

La diversité et la complexité des transformations de phase qui ont lieu dans l'acier lors de ces traitements nous permettent de distinguer dans cet intervalle de température deux domaines principaux :

- Un domaine de précipitation, dans le domaine de températures 600-1000 °C
- Un domaine d'homogénéisation et de transformation $\delta \rightarrow \gamma$ pour les températures T_r supérieures à 1000 °C

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

III.2.1. Effet des traitements d'hypertrempe sur la microstructure MB, ZAT, ZF

➤ Domaine de température 800-1000°C

Théoriquement, un maintien isotherme d'un acier inoxydable duplex dans le domaine de température 600-1000 °C engendre des précipitations de phases et composés intermétalliques (voir les diagrammes d'équilibre et TTT Figure I.3 et Figure I.2.4).

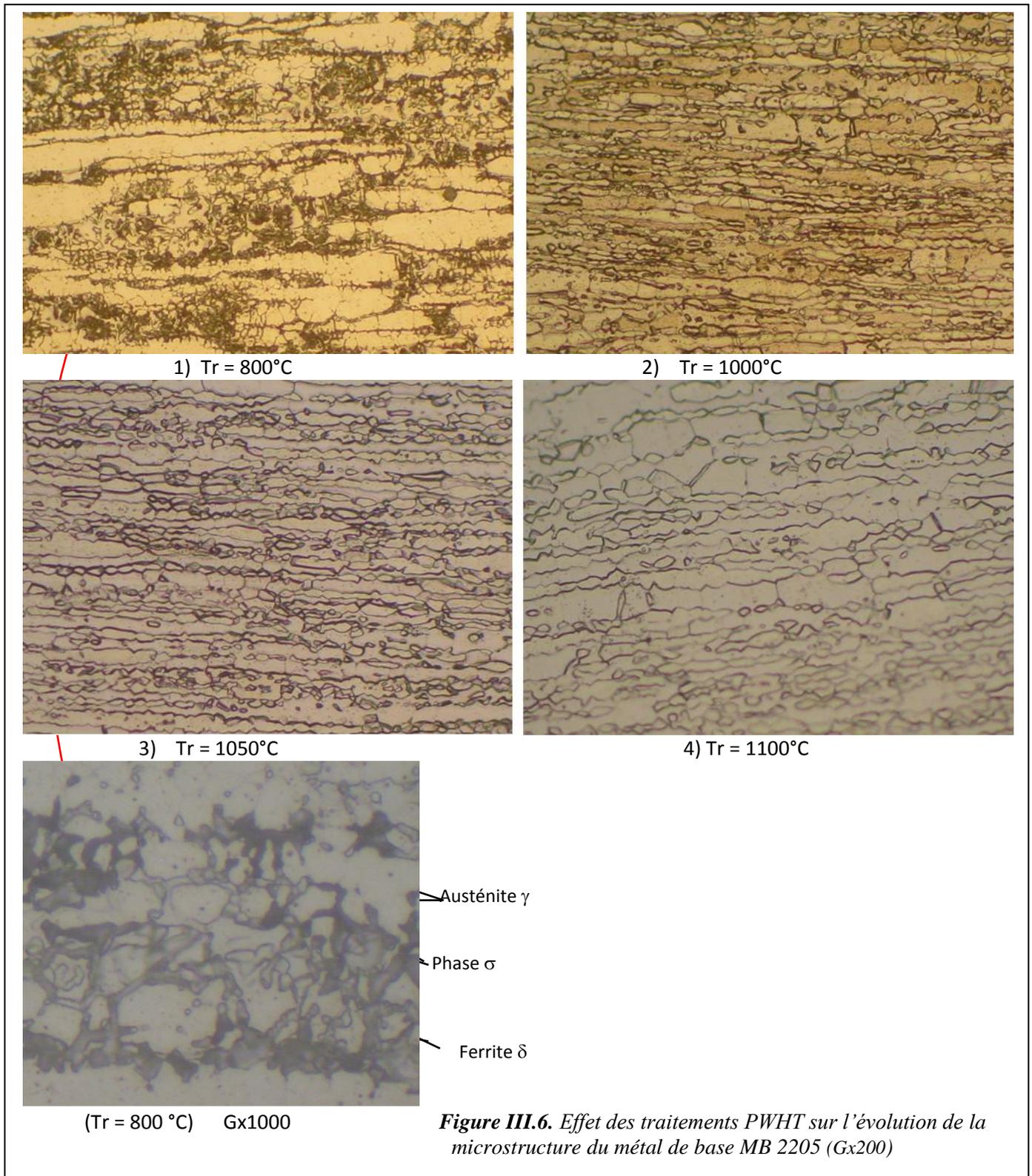
Au niveau du métal de base **MB**, lors du traitement thermique à 800 et 1000 °C, on observe l'apparition des précipités aux niveaux des interfaces ferrite/austénite (figures III.6 (1 et 2)). Ces précipités consistent en carbures $M_{23}C_6$ et principalement la phase intermétallique Sigma (σ) (selon la bibliographie).

La formation de la phase σ , débute dans l'interface δ/δ et se propage à l'intérieur des grains ferritiques. En élevant la température à 1000°C puis 1050 °C on observe la disparition graduelle de ces précipités. Au-delà de cette température l'acier retrouve complètement sa constitution biphasée (Figure.III.6.4).

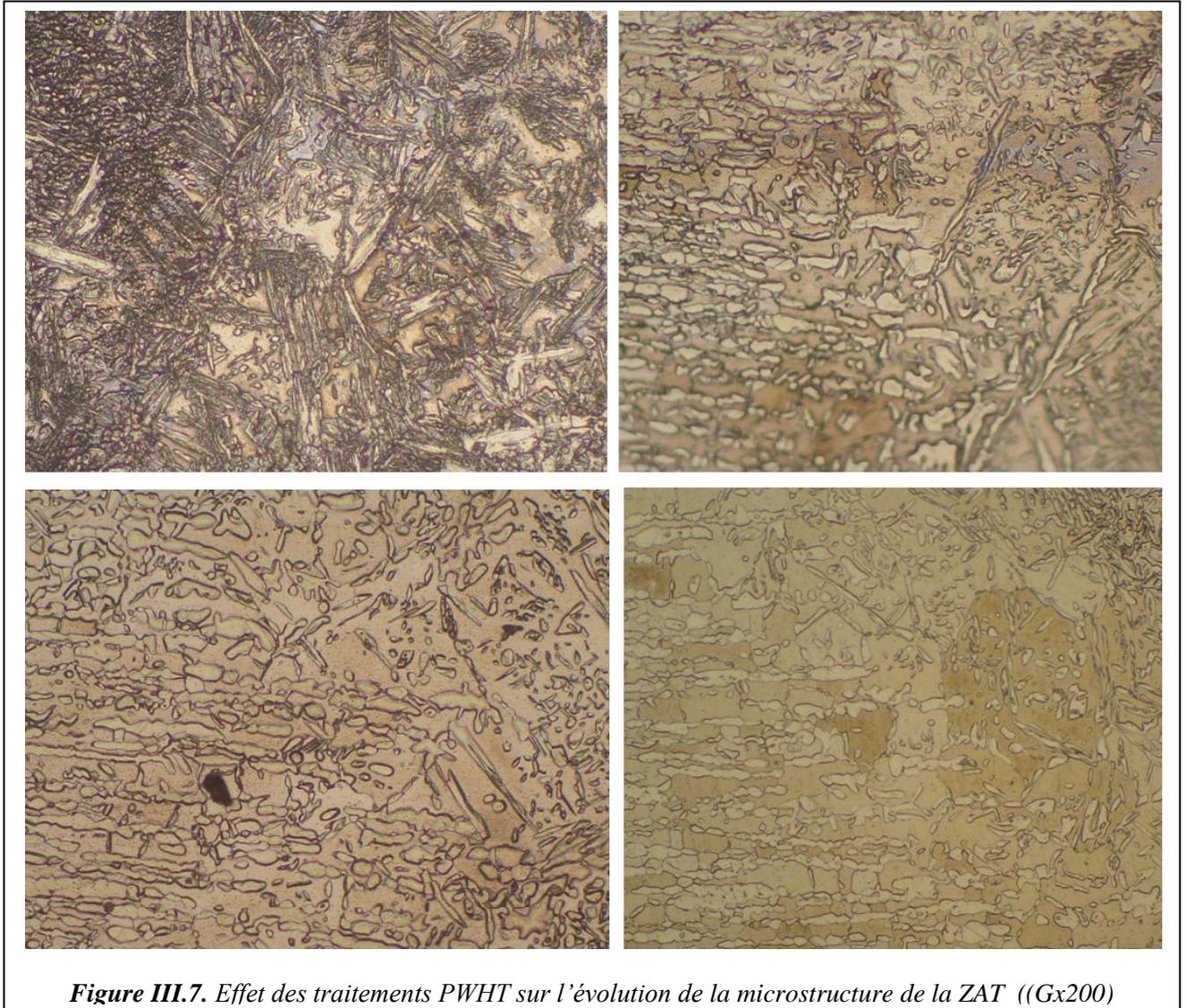
Ce phénomène a été aussi observé dans la ZF et la ZAT (Figure III.7 et Figure III.8 respectivement).

➤ Domaine 1050 à 1100 °C - domaine d'équilibre de phase :

Les figures III.6, 7 et 8 montrent respectivement les structures du métal base MB de la ZAT et ZF traités à 1050 et 1100 °C pendant une heure et trempé à eau. Concernant le métal de base 2205, On constate clairement que toute trace de précipités a disparu, et qu'on est en présence de la structure biphasique austéno-ferritique de l'acier inoxydable duplex 2205.



Au niveau de la zone affectée par la chaleur (ZAT), dans le domaine de température 1050 et 1100°C, les micrographies montrent une augmentation graduelle de la taille des grains ferritique tandis que les grains austénitiques s'affinent et adoptent une morphologie cellulaire.



En outre, en raison de la coalescence de la taille des grains dans la ZAT, il est difficile de distinguer entre les différentes structures : Zone de surchauffe à gros grain et la zone de recuit partielle.

Dans la zone fondue, en augmentant la température de d'hyperlrempse de 1050 à 1100 °C, on observe la disparition des précipités et l'augmentation du taux de ferrite, ceci d'un côté. De l'autre côté, on comparant les microstructures (Figure III.8) avec celles à l'état brut de solidification (Figure III.4) remarque la présence de grains d'austénite avec des formes globulaires et aciculaires. Cette croissance des grains devient très importante lorsque la température d'hyperlrempse passe de 1050 à 1100°C où les structures de ont été complètement modifiées.

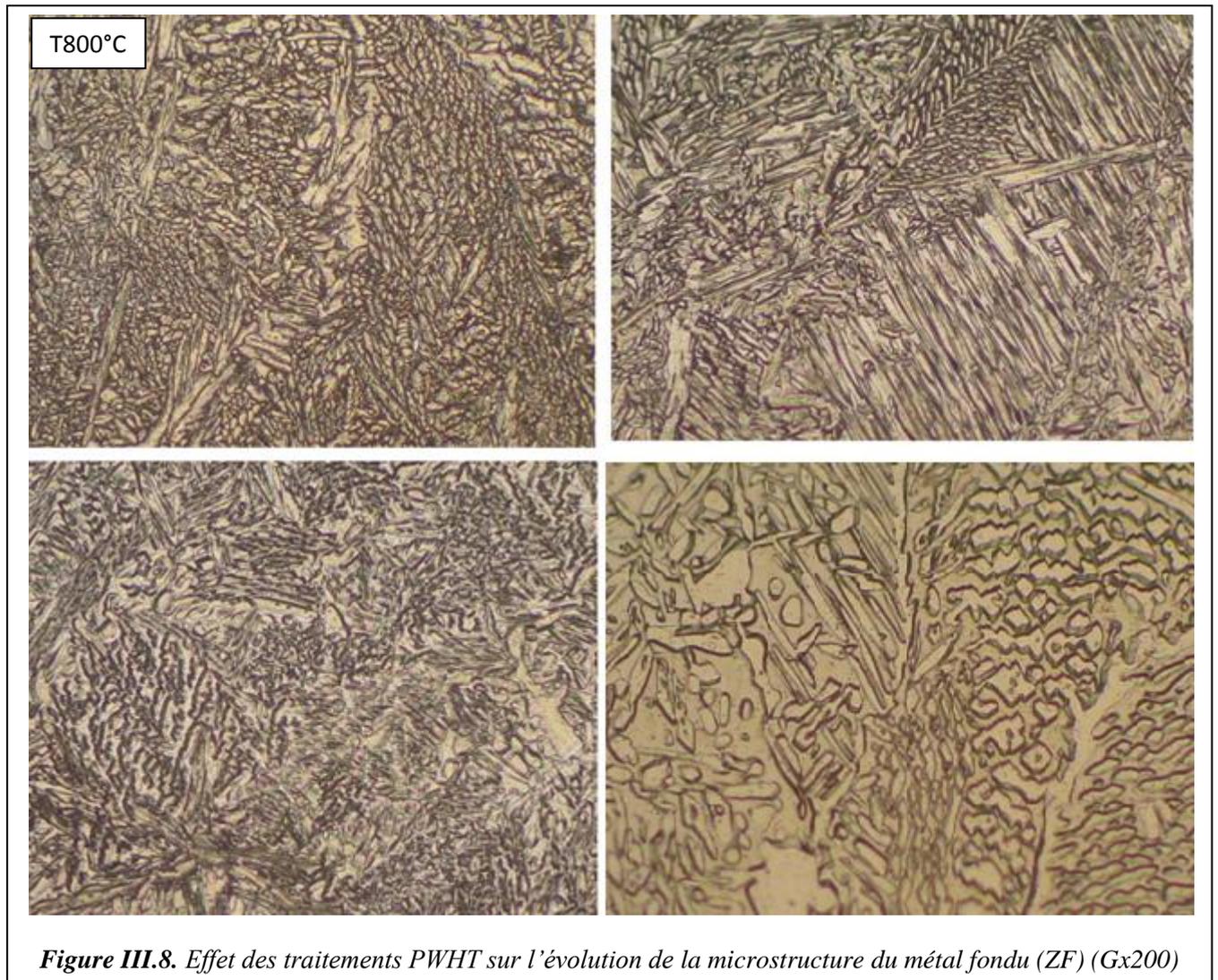


Figure III.8. Effet des traitements PWHT sur l'évolution de la microstructure du métal fondu (ZF) (Gx200)

En résumé :

L'analyse des micrographies relatives aux différents échantillons traités montre une augmentation proportionnelle du taux de ferrite avec l'élévation de la température de mise en solution. Un taux de ferrite important est observé au niveau de la ZAT du fait que c'est une région qui subit des transformations sous l'effet des cycles thermiques de soudage en plus des traitements thermiques réalisés.

➤ *Evaluation du taux de ferrite :*

L'analyse des micrographies, en utilisant un logiciel de traitement d'image exploitant la différence de contraste entre les phases, nous a permis d'évaluer les fractions volumique de ferrite et d'austénite dans les différentes zones de la soudure.

Comme le montre la figure III.9, la fraction volumique de la ferrite δ augmente avec la température d'hypertrempe dans les différentes zones de la soudure. Cette augmentation s'effectue de manière plus accentuée dans la ZAT que dans les autres zones à cause de l'historique thermique de cette zone

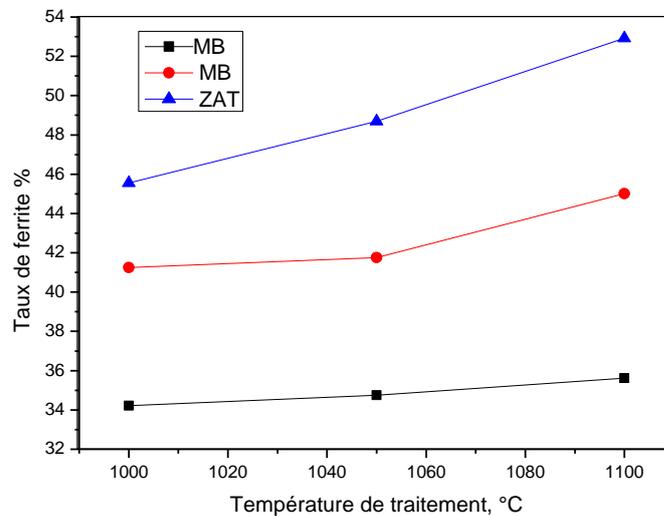


Figure III.9. Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la température de mise en solution après soudage

La différence enregistrée dans la vitesse de croissance du taux de ferrite δ est due aussi à l'effet de la microstructure de départ (avant traitement thermique) [26].

Une microstructure initiale à gros grains ferritiques (cas de la ZAT en soudage) est plus favorable à la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ lors des traitements thermiques à des températures proches de celles du domaine ferritique monophasé. Cette transformation est aussi contrôlée par la diffusion de l'azote et sa teneur dans l'acier [26,44]. Elle est par contre lente dans le métal fondu à cause de sa composition chimique et sa teneur en austénite.

Ainsi d'après cette figure on conclut que le traitement d'hypertrempe à 1050 °C pendant 1h permet d'obtenir un meilleur équilibre de phase γ/δ dans la ZAT et dans la zone fondue sans affecter celui du métal de base.

III.3 Influence des traitements thermiques sur les caractéristiques mécaniques

Les multiples transformations structurales illustrées précédemment ont des conséquences directes sur les propriétés mécaniques de la soudure de l'acier inoxydable duplex 2205, que ce soit dans la zone affectée thermiquement, la zone fondue ou le métal de base.

III.3.1 Propriétés en traction

Dans un travail antérieur [44] des essais de traction ont été conduits sur des éprouvettes non soudées (en acier 2205) et traitées. Les variations de propriétés mécaniques à savoir de résistance à la traction, R_m , et l'allongement $A\%$ en fonction de la température du traitement d'hypertrempe sont reproduites sur la figure suivante (Figure III.10)

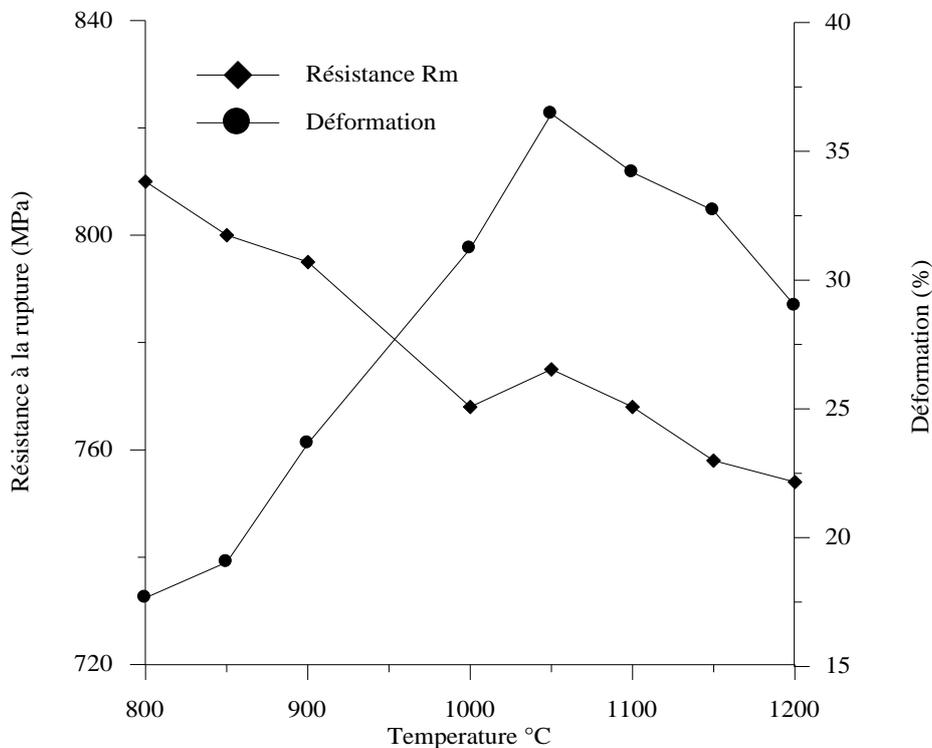


Figure III.10. Evolution de R_m et $A\%$ en fonction de la température de traitement thermique

La figure montre qu'à la fois la résistance à la traction R_m et l'allongement $A\%$ évoluent d'une manière opposée lors des traitements de vieillissement entre 800 et 1050°C.

Le traitement de 800°C a provoqué une amélioration importante de la résistance à la traction, puisque à l'état non traité (état de livraison) l'acier duplex 2005 avait une résistance

Rm égale à 767 Mpa, et son allongement était de 25 %. Cette augmentation de la résistance s'est accompagnée aussi par une perte importante de l'allongement du matériau.

Ce changement dans le comportement mécanique de l'acier duplex 2205, indique que le matériau a été fortement fragilisé par le phénomène de précipitation qui s'est produit durant le traitement de vieillissement. En augmentant la température de traitement, la résistance à la traction baisse graduellement. Par contre, la ductilité (A%) augmentation jusqu'à une valeur voisine de 30% lorsque la température de traitement est fixée à 1050°C, puis le taux de déformation diminue pour des températures supérieures. Cette chute peut s'expliquer par l'augmentation du taux de ferrite suite au traitement thermique.

De ces remarques, on constate que la meilleure combinaison entre Rm et A% a été obtenue après le traitement thermique à 1050°C.

III.3.2 La Microdureté

La figure III.11 montre l'évolution de la microdureté en fonction de la position. Les mesures ont été prises selon des profils allant du centre de la zone fondue vers le métal de base en balayant bien sur la zone affectée thermiquement.

La différence entre les valeurs enregistrées à travers les différentes zones de la soudure peut être expliquée du fait de l'hétérogénéité structurale constituant le matériau.

La figure III.11 montre que la microdureté dans la zone affectée thermiquement est légèrement plus grande que celle du métal de base. Ceci est attribué au plus grand taux de ferrite existant dans cette région.

Les plus grandes valeurs de microdureté sont enregistrées pour les échantillons traités à des températures inférieures à 1000°C sont attribuées au phénomène de précipitation qui se produit dans la phase ferritique dans cet intervalle de températures (800-1000°C).

La position de la courbe de microdureté de l'échantillon non traité est plus basse que celles des échantillons traités à des températures inférieures à 1000°C.

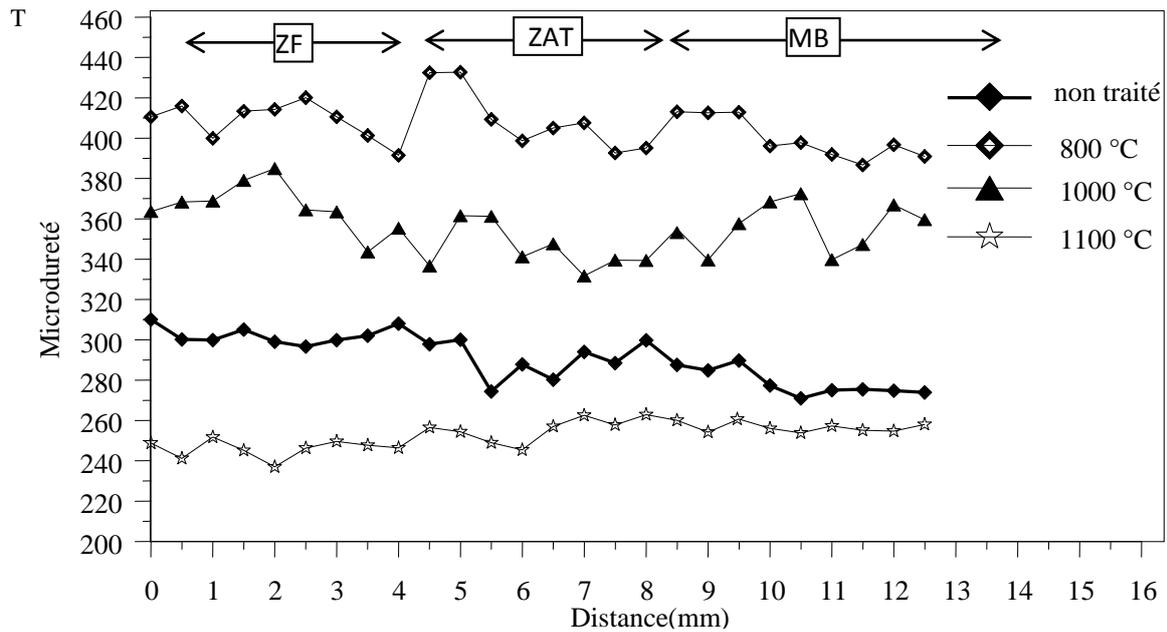


Figure III.11. Evolution de la microdureté en fonction de la distance

La figure III.12 montre l'évolution de la dureté HRB du métal de base. Comme le montre clairement le graph.

les plus grandes valeurs de dureté sont obtenues après les traitements thermiques entre 800°C et 1000°C. Cela est dû au phénomène de précipitation qui se produit dans cet intervalle de températures.

La décomposition de la ferrite en carbures $M_{23}C_6$ et la phase sigma σ qui sont des éléments durs provoque l'accroissement de la dureté. En plus, la plus grande valeur de microdureté ou de dureté est obtenue à 800°C, car la réaction de décomposition de la ferrite δ à cette température est rapide.

Entre 1000 et 1050 °C, on note une certaine stabilité de la courbe à des valeurs assez élevées de dureté.

Le traitement à 1100°C a causé une chute considérable de la dureté, ceci étant dû à la réduction du rapport du taux de ferrite/austénite et aussi à la redissolution des précipités intermétalliques.

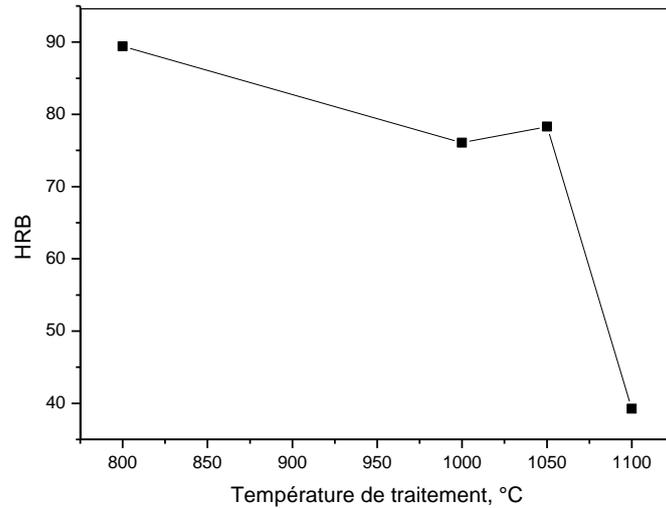


Figure III.12. Evolution de la dureté Brinell de métal de base traité

III.3.3 Essais de résilience

La ténacité du matériau a été fortement affectée par la formation des phases et des composés intermétalliques, à savoir la phase de sigma σ et les carbures tel que $M_{23}C_6$, plus particulièrement la phase σ qui est connue pour son effet particulièrement le plus nocif sur la résilience [15, 27,20].

La figure III.13 montre l'évolution de la résilience en fonction de la température de traitement. Ces résultats sont recueillis d'un travail antérieur [44] mené sur les mêmes échantillons traités dans cette étude

Comme le montre la courbe de la figure III.13, la résilience diminue avec la température de vieillissement, dans l'intervalle de 800 à 950 °C. La résilience croît à partir de 950°C, pour atteindre un maximum à la température de 1100°C. Puis le graphe montre une légère diminution de la résilience après le traitement de 1200°C à cause de l'augmentation de la fraction volumique de la ferrite après traitement à cette température.

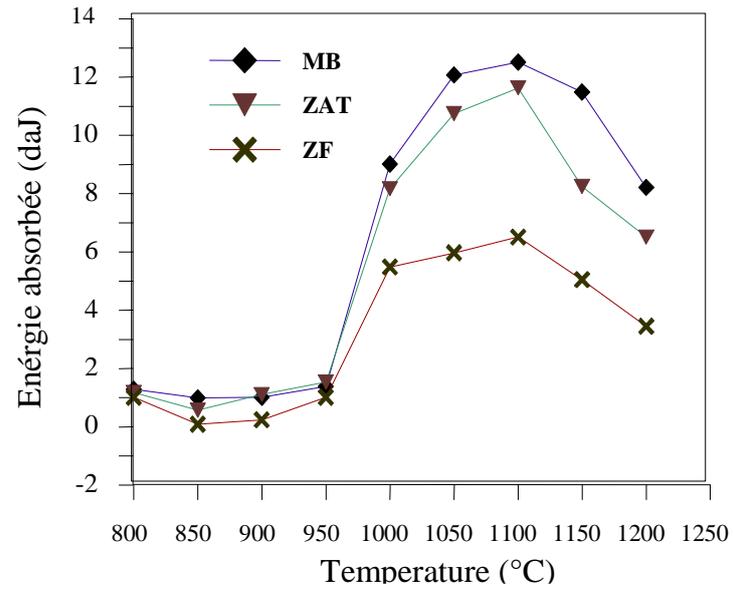


Figure III.13. Effet des traitements thermique sur l'essai de résilience (Charpy V)

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Erich Folkhard, "Welding Metallurgy of Stainless Steels", book, 1988 by Springer-Verlag/Wien
- [2] Oriane Senninger Ségrégation et précipitation dans les alliages fer-chrome hors et sous irradiation. These Doc., Materiaux, Univ. Grenoble, 2013.
- [3] I. Alvarez-Armas, S. Degallais-Moreuil, Eds., *Duplex Stainless Steels*: ISTE & Wiley, 2009.
- [4] Gunn, R. N. "Duplex Stainless Steels. Microstructure, properties and applications"; Abington Publishing; CambridgeEngland, (2003
- [5] S. Hertzman, J. Charles, On the effect of nitrogen on DSS. *Duplex stainless steel, Conference Proceedings, BEAUNE, France*, 2010.
- [6] Jean-Yves Maetz. Evolution de la microstructure d'un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement. These Doc., Materiaux. INSA de Lyon, 2014.
- [7] F. Danoix, Phénomène de décomposition de la ferrite des aciers austeno-ferritiques : Une étude par microscopie ionique et microanalyse à la sonde atomique., Thèse de doctorat, Université de Rouen, 1991.
- [8] Henrik Sieurin, Rolf Sandstrom, Austenite reformation in the heat-affected zone of duplex stainless steel 2205, *Materials Science and Engineering A* 418 (2006) 250–256
- [9] Stephane Novy. Mécanisme de vieillissement a très longue échéance des aciers inoxydables austenoferritiques. *Science des matériaux* ,Univ. Rouen, 2009.
- [10] H.S. Khatak , Eds , *Corrosion of Austenitic Stainless Steels Mechanism, Mitigation and Monitoring*, Woodhcad Publishing, 2002.
- [11] Naseem Issa Abdallah Haddad , *THE DEVELOPMENT OF MICROSTRUCTURE IN DUPLEX STAINLESS STEEL WELDS*, Doctorat thesis University of Cambridge December 1989
- [12] Pierre JOLY *ETUDE DE LA RUPTURE D'ACIERS INOXYDABLES AUSTENO-FERRITIQUES MOULES, FRAGILISES PAR VIEILLISSEMENT A 400°C*. Thèse de doctorat, ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS, 1992
- [13] William F.smith edt, *Structure and properties of engineering alloys*, Mc Graw-Hill, INC 1994
- [14] Desestret A., et Charles J, "Les aciers inoxydables austéno-ferritiques", *Les Aciers Inoxydables*, Eds. P. Lacombe, B. Baroux, et G. Beranger, Les Editions de Physique, (les Ulis, france) 1990, pp. 631-678.
- [15] Kamel MADDOURI, Effets des traitements thermiques sur la microstructure et le comportement à la corrosion d'un acier inoxydable de type 309, mémoire de magister, univ. Badji Mokhtar-Annaba, 2011
- [16] Henrik Sieurin, *Fracture toughness properties of duplex stainless steels*, doctoral thesis, Royal Institute of Technology, Sweden 2006

- [17] Bettaher Kheireddine.. Etude De La Précipitation De La Phase Sigma Et Des Carbures De Chrome Dans L'acier Inoxydable Duplex. Mémoire De Magistère 2005
- [18] R. Badji, M. Bouabdallah, B. Bacroix, C. Kahloun, K. Bettahar, N. Kherrouba. Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of σ phase in 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Science and Engineering A* 496 (2008) 447-454.
- [19] R. Badji, M. Bouabdallah, B. Bacroix, C. Kahloun, B. Belkessa. Phase transformation and mechanical behaviour in annealed 2205 duplex stainless steel. *Materials characterisation*, 59 (2008) 447-453.
- [20] Chen T.H., Weng, K.L. And Yang, J.R., "The Effect Of High Temperature Exposure On The Microstructural Stability And Toughness Property In A 2205 Duplex Stainless Steel", *Materials Science And Engineering, A* 338, (2002). 259 – 270
- [21] Lee, K.M., Cho, H. S., And Choi, D.C, "Effect Of Isothermal Treatment Of SAF 2205 Duplex Stainless Steel On Migration Of δ/γ Interface Boundary And Growth Of Austenite" *Journal Of Alloys Compounds*, 285, (1999). 156-161.
- [26] Riad Badji, Influence Des Traitements Thermiques A Haute Températures Sur L'évolution De La Texture Et De La Microstructure Des Soudures D'aciers Inoxydables Duplex 2205 ». Thèse De Doctorat 2008. ENP et l'Université Paris 13..
- [27] Abbass SEDDOUKI, Endommagement en fatigue plastique oligocyclique à température ambiante d'aciers inoxydables duplex austéno-ferritiques type Z2 CND 22-05 alliés à l'azote, these doctorat, Ecole Centrale de Lille 1994
- [28]. J.K.L. Lai, K.W. Wong, D.J. Li. "Effect Of Solution Treatment On The Transformation Behavior Of Cold Rolled Duplex Stainless Steels. *Materials Science And Engineering, A*203 (1995) 356-364.
- [29] L. Karlsson, L. Ryen, S. Pak, Precipitation of intermetallic phases in 22%Cr duplex stainless weld metals, *Welding Journal-Including WeldingResearch Supplement*, 74 (1995) 28-38.
- [30] L. Karlsson, Intermetallic phase precipitation in duplex stainless steels and weld metals: Metallurgy, influence on properties, welding and testing aspects, *Weld World*, 43 (1999) 22
- [31] Shahriar Sharafi, MICROSTRUCTURE OF SUPER-DUPLEX STAINLESS STEELS Doctorat thesis , University of Calnbridge 1993
- [32] Anthony John Comer CORROSION FATIGUE OF A SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL WELDMENT, School of Mechanical and Manufacturing Engineering, Faculty of Engineering and Computing, Dublin City niversity. Doctorat thesis 2003
- [33] B. Chassignole. Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons. Thèse de doctorat, INSA Lyon 2000.
- [34] LIN, Y.P., FINLAN, G.T., et STEEDS, J.W. Microstructural characterization in type 316 welds. *Welding Metallurgy of Structural Steels : International Symposium*. Denver (USA), 1987, p. 532-547.
- [35] S. Atamert, J. E. King. Elemental partitioning and microstructural development in duplex stainless steel weld metal. *Acta metal mater*, 39 3 (1991) 273-285.

- [36] T.H. Chen, J. R. Yang. Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen containing 2205 duplex stainless steel. Mater. Sci. Eng. A338 (2002) 166-181.
- [37] K. H. Hwang, C. M. Wan, J.G. Byrne. Phase transformation in a duplex Fe-Mn-Al-C alloy. Mater. Sci. Eng. A 132 (1991) 161-169.
- [38] Van Nassau, L., Meelker, H. et Hilkes, J., “Le soudage des aciers inoxydables duplex et superduplex”, Souder, n° 4 ; (Juillet 1994). 35 - 50
- [39] Kotrcki, M. D.; “Mesure et contrôle de la ferrite dans les soudures en acier inoxydable duplex” ; Souder; n°5 ; (septembre 1992). 15 – 21.
- [40] Chen, T. H. and Yang, J. R.; “Effects of solution treatment and continuous cooling on σ phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel”; Materials science and engineering. A311; (2001). 28 – 41.
- [41] Kordatos, J.D., Foularis, G. and Papadimitriou, G., “The effect of cooling rate on the mechanical and corrosion properties of SAF 2205 duplex stainless steel welds”, Scripta Materialia, 44, (2001). 401-408.
- [42] Chen, T.H., Weng, K.L. and Yang, J.R., “The effect of high temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2005 duplex stainless steel”, Materials Science and Engineering, A 338, (2002). 259 - 270
- [42] Lee, K.M., Cho, H. S., and Choi, D.C., “Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth of austenite” Journal of Alloys Compounds, 285, (1999). 156-161
- [43] Zucatto, I., Moreira, M.C., Machado, I.F., and Lebrao, S.M.G., ”Microstructural Characterization and the effect of phase transformation on thoghness of the UNS S31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C”, Materials Research, Vol. 5, n° 3, (2002), 385-389,
- [44] Belkessa Brahim , “INFLUENCE DES TRAITEMENTS DE HAUTES TEMPERATURES SUR LE COMPORTEMENT STRUCTURAL ET MECANIQUE DES SOUDURES EN ACIER INOXYDABLE DUPLEX 2205 » mémoire de Magister , 2005
- [45] R. Wiktorowicz, J. Crouch. “Shielding gas developments for TIG welding of duplex”

CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons traité les différentes microstructures développées dans les soudures de l'acier inoxydable duplex 2205 traitées thermiquement et leur influence sur le comportement mécanique. Nous avons tout d'abord présenté l'influence des cycles thermiques de soudage sur l'évolution microstructurale des soudures duplex. Par la suite, ces mêmes soudures ont subi des traitements thermiques d'hypertrempe variant de 800 °C à 1100°C. L'analyse des résultats expérimentaux permet de faire certains commentaires dont les principaux sont énoncés ci-après.

- 1) La microstructure et l'équilibre de phase δ/γ dans les aciers duplex 2205 change de manière significative lors de l'opération de soudage (procédé TIG de notre cas) Dans la zone de surchauffe (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. Dans la zone de recuit partiel (zone adjacente au métal de base), la microstructure est sujette à des phénomènes de recristallisation et de croissance des grains. L'équilibre de phase δ/γ dans cette zone est moins perturbé que celui dans la zone de surchauffe. Dans la zone fondue, la structure de solidification résulte du mode de solidification ferritique ; elle est constituée de gros grains de ferrite δ dans lesquels précipite l'austénite sous différentes morphologies. La microstructure finale et le rapport de phase δ/γ dans cette zone varient d'une passe de soudage à une autre et sont principalement contrôlés par le phénomène de régénération structurale.
- 2) L'introduction du traitement thermique a modifié la structure des soudures réalisées. En effet, dans le domaine de température 800-1000 °C, la structure est caractérisée par la présence de précipités et de composé intermétallique. Nous n'avons pas identifié expérimentalement la nature de ces précipités seulement, d'après l'étude bibliographique il s'agit principalement de la phase sigma σ (une phase dure et très riche en chrome) et de carbures de chromes types $M_{23}C_6$. Ces transformations se sont

produites suite à la décomposition de la ferrite et la précipitation prend naissance aux interfaces ferrite/ferrite et ferrite/austénite.

- 3) L'estimation du taux de ferrite par traitement d'image montre que la teneur en ferrite dans la soudure duplex 2205 augmente d'une manière notable en élevant de la température de traitement de mise en solution. Les taux de ferrite les plus élevés sont observés au niveau de la ZAT région qui a déjà subi un cycle thermique de soudage.
- 4) La différence enregistrée dans les valeurs de microdureté le long de l'échantillon soudé est attribué aux hétérogénéités structurales obtenues suite à l'opération de soudage.
- 5) Les valeurs de microdureté obtenues sur les échantillons traités dans l'intervalle de température 800-1000 °C sont supérieures à celles obtenues sur les échantillons traités à des températures supérieures à 1050 °C. Ceci est attribué aux phénomènes de précipitations qui se produisent dans les aciers duplex et qui sont responsables de l'augmentation de la dureté de l'acier.
- 6) Une perte remarquable de la résilience est enregistrée lors des traitements thermiques entre 800 et 950°C. Ceci est dû à l'effet fragilisant de la phase intermétallique σ et des carbures $M_{23}C_6$ qui se forment dans cet intervalle de températures.
- 7) La température optimale pour rétablir l'équilibre des phases δ/γ , suite à une opération de soudage, dans l'acier inoxydable duplex 2205 est comprise entre 1050 et 1100°C.

Les perspectives :

Les perspectives éventuelles à envisager seraient

- 1) Au niveau microstructural, il serait souhaitable d'approfondir l'étude sur les transformations de mise en solution en exploitant d'avantage la métallographie quantitative.
- 2) Au niveau des caractéristiques mécanique, le rôle de la précipitation σ sur la ductilité de la ferrite demande d'être clarifier.

Il reste bien sur de nombreuses directions dans lesquelles ce travail pourrait être prolongé :

- 3) L'effet de la phase sigma sur l'initiation et propagation de la corrosion par piqûre.

ANNEXES

Tableau A.1. Composition chimique des différentes familles aciers inoxydables

	Material	EN	ASTMUNS	C	N	Cr	Ni	Mo	Others	PRE*
Ferritics	409	1.4003	S40977	0.02	-	11.5	0.5	-	-	12
	430	1.4016	430	0.04	-	16,5	-	-	-	17
	444	1.4521	444	0.02	0.01	17.8	-	2.1	Ti	25
Duplex	LDX 2101®	1.4162	S32101	0.03	0.22	21.5	1.5	0.3	5Mn	26
	2304	1.4362	S32304	0.02	0.10	23	4.8	0.3	-	26
	2205	1.4462	S32205	0.02	0.17	22	5.7	3.1	-	35
	2507	1.4410	S32750	0.02	0.27	25	7	4	-	43
Austenitics	304	1.4301	304	0.04	-	18.1	8.1	-	-	18
	304L	1.4307	304L	0.02	-	18.1	8.1	-	-	18
	321	1.4541	321	0.04	-	17.3	9.1	-	Ti	17
	316	1.4401	316	0.04	-	17.2	10.1	2.1	-	24
	316L	1.4404	316L	0.02	-	17.2	10.1	2.1	-	24
	316L	1.4432	316L	0.02	-	16.9	10.7	2.6	-	25
	316Ti	1.4571	316Ti	0.04	-	16.8	10.9	2.1	Ti	24
Superaustenitics	904L	1.4539	904L	0.01	-	20	25	4.3	1.5Cu	34
	254 SMO®	1.4547	S31254	0.01	0.20	20	18	6.1	Cu	43
	1.4565	1.4565	S34565	0.02	0.45	24	17	4.5	5.5Mn	46
	654 SMO®	1.4652	S32654	0.01	0.50	24	22	7.3	3.5Mn,Cu	56

*Pitting resistance equivalent, $PRE = Cr + 3.3 \times \% Mo + 16 \times \% N$

Tableau A.2 : Effet des éléments d'alliage sur les différentes familles d'aciers inoxydables

Phase	familles d'aciers concernées (sensibilité par ordre décroissant)	effet des éléments d'alliage	température de formation (°C)
σ	duplex > ferritique > austénitique	Cr, Mo, Si et W sont σ -gènes ; Ils augmentent la cinétique et la température de précipitation. Ni augmente la cinétique de précipitation mais diminue la fraction volumique de phase σ . Enfin N, C, Al et Co retardent sa formation.	600-1000
χ	duplex	Mo et W favorisent la formation de χ	700-900
$M_{23}C_6$	austénitique > duplex > ferritique	En général M est principalement du Cr, partiellement substitué par Fe, Mn et Mo. L'azote n'est pas soluble dans les $M_{23}C_6$. Les éléments N, V, Nb, Ti, Al, Hf et Ta limitent la précipitation de $M_{23}C_6$ via la formation de carbures de type MC, plus stables.	500-950
Cr_2N	austénitique > duplex > ferritique	V, Fe et Mo peuvent partiellement se substituer au Cr, et C à N. Nb, Ti, Al et Zr limitent la précipitation de Cr_2N , via la formation de nitrures de type MN.	600-1050
α'_{Cr}	duplex > ferritique	Cr, Mo, Ni et Mn sont connus pour favoriser la démixtion Fe-Cr.	280-550
G	duplex > ferritique	Ni, Si, Ti et Mn favorisent la formation de la phase G dans la ferrite	300-500

Tableau A.3 : Composition nominal des éléments d'alliages en fonction de la température

phase	Nominal composition	Intervalle de température (°C)
Phase σ	Fe-Cr-Mo	600-1000
Phase χ	Fe ₃₆ -Cr ₁₂ -Mo ₁₀	700-900
Chromium-nitride	Cr ₂ N	700-900
Phase R	Fe-Cr-Mo	550-700
Phase τ	Non déterminée	550-650
Phase π	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550-600
Phase ε (Cu)	Cu	300-500

Tableau A.4 : Formule de calcul de Cr eq et Nieq

Model	Ni eq	Cr eq
Schaeffler	(%Ni)+0,5(%Mn)+30(%C)	(%Cr)+1,5(%Si)+(Mo)+0,5(%Nb)
Pryce et al	(%Ni)+0.5(%Mn)+21(%C)+11,5(%N)	(%Cr)+3(%Si)+(Mo)
Delong	(%Ni)+0,5(%Mn)+30(%C)+30(%N)	(%Cr)+1,5(%Si)+(Mo)+0,5(%Nb)
ESPY	(%Ni)+30(%C) +0.87+0.33(%Cu)+k(N%-0.045)	(%Cr)+1.5(%Si)+(Mo)+0,5(%Nb)+5V%+3Al%

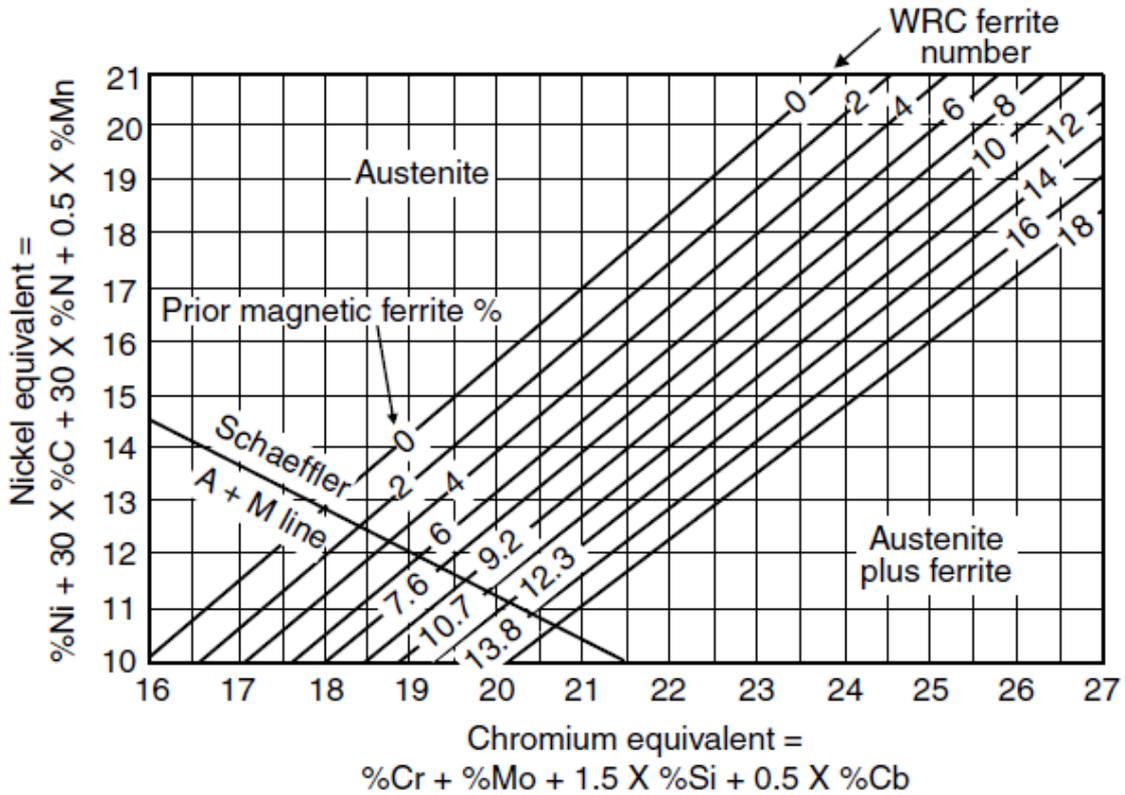


Figure A.1. DeLong diagram for predicting weld ferrite content and solidification mode. Reprinted from DeLong (13). Courtesy of American Welding Society.

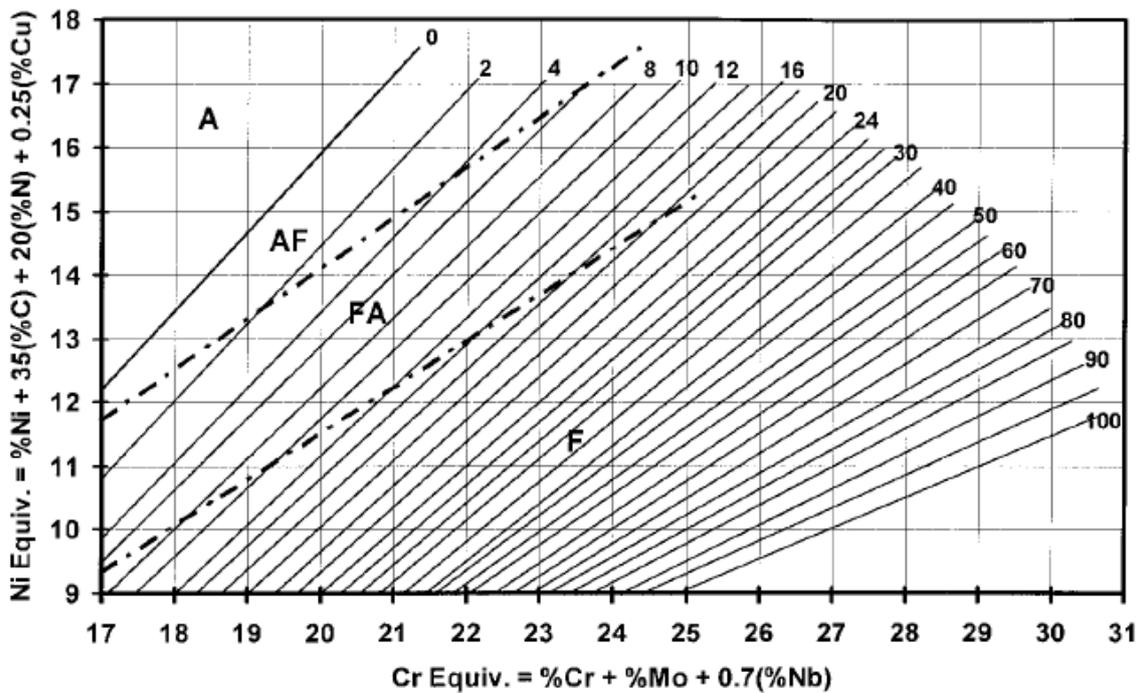


Figure A.2. WRC-1992 diagram for predicting weld ferrite content and solidification mode.

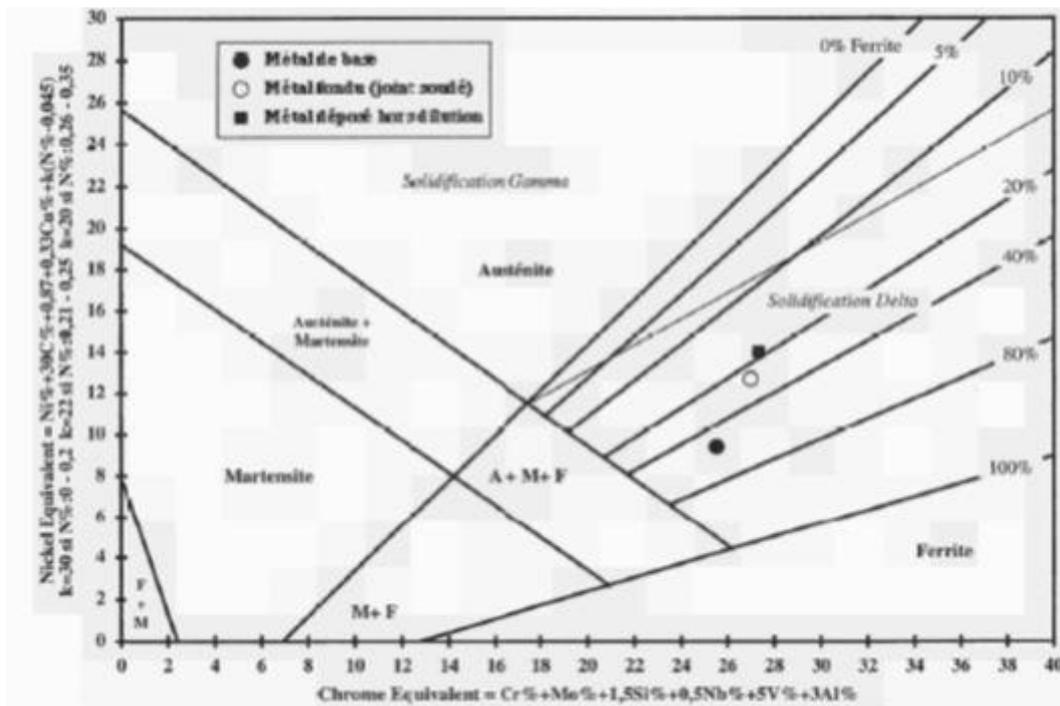


Figure A.3 : Diagramme d'ESPY

Tableau A.5: Les différents procédés de soudage

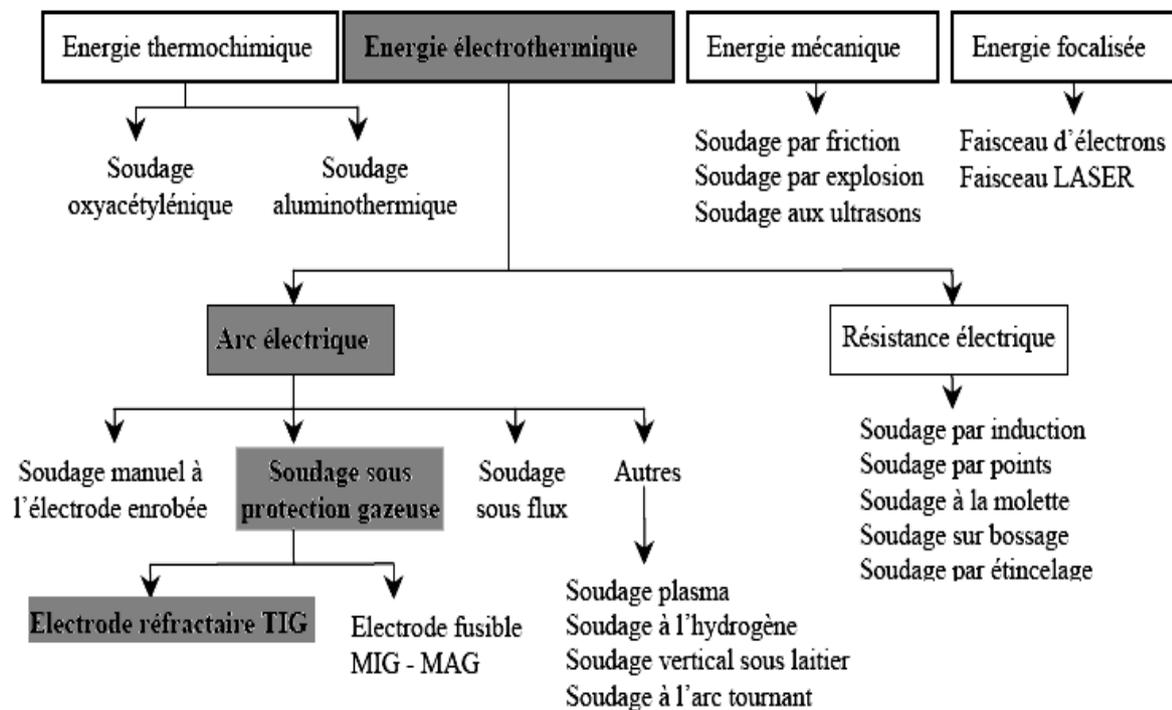


Tableau A.6: Mechanical property ranges for various stainless steel classes

Alloy type	UTS	Yield strength	Elongation	Hardness
	MPa	MPa	%	HRB
Austenitic 200-300 serie	485-655	170-260	40	88-96
Ferrite 400 series	380-515	170-275	21	88-96
Martensitic	895-1620	655-1520	6-16	105-116
Precipitation Hardening				
Austenitic/ferritic (duplex/Superduplex)	600-750	450-550	15-25	105