## UNIVERSITE DE SAAD DAHLED DE BLIDA

Faculté des Sciences de l'Ingénieur Département de Mécanique

# **MEMOIRE DE MAGISTER**

Spécialité : Sciences des matériaux

# INFLUENCE DES TRAITEMENTS DE HAUTES TEMPERATURES SUR LE COMPORTEMENT STRUCTURAL ET MECANIQUE DES SOUDURES EN ACIER INOXYDABLE DUPLEX 2205

Par

## **BELKESSA Brahim**

Devant le jury composé de

M. Hadji	Professeur. U. de Blida	Président
A. Brahimi	Chargé de cours. U. de Blida	Examinateur
T. Sahraoui	Maître de conférence. U. de Blida	Examinateur
M. Bouabdalah	Professeur. E.N.P. El Harrach	Rapporteur

في هذا البحث قمنا بدراسة ظاهرة التطور البنيوي الميتالوغرافي و الميكانيكي للفولاذ الامتأكسد الملتحم 2205 ذو التركيبتين " الفيريت δ و الأستنيت γ ، و ذلك بعد إجراء سلسلة من المعالجات الحرارية من 800 إلى C°1200 . بعد عملية التلحيم ، لاحظنا أن توازن المكونات β/γ للفولاذ قد تعرض إلى اختلال عميق. غير أن عملية المعالجة الحرارية في المجال 800 و C°1000 تسببت في هشاشة المنطقة الملحمة و خاصة المنطقة المجاورة لها المسماة بالمنطقة المتأثرة حراريا (ZAT). هذه الهشاشة تبينت أنها ناتجة عن ترسب كربيرات M23C6 و البنية σ في حواشي الحبيبات δ/δ و β/γ.

تجارب الشد، الصلابة و مقاومة الصد م 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 1200°C avec un pas de 50°C.

L'équilibre des phases  $\delta/\gamma$  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  $\sigma$  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

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Métallurgie et Mécanique du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle à Chéraga, sous la direction du Professeur Mabrouk BOUABDALLAH, enseignant à l'Ecole National Polytechnique d'el Harrach, à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude, pour m'avoir aidé et fait profiter de ses compétences pour mener à bien ce mémoire.

Je remercie tout particulièrement le Professeur Mohamed Hadji qui a accepté de juger et de présider le jury ainsi que, Messieurs : Dr A.Brahimi et Dr T. Sahraoui qui ont également accepté d'être les examinateurs de ce mémoire.

Je remercie aussi Monsieur R.Badji, Chercheur au CSC, de m'avoir aidé à mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier aussi tous ceux qui ont apporté leur contribution à la réalisation de ce travail.

## TABLE DES MATIERES

RE	ESUN	1E	1	
REMERCIEMENTS				
TA	BLE	DES MATIERES	3	
LI	STE	DES ILLUSTRATIONS GRAPHIQUES ET TABLEAUX	5	
IN	TRO	DUCTION	8	
1	BIBI	LIOGRAPHIE : LES ACIERS INOXYDABLES	11	
	1.1	Généralités sur les aciers inoxydables	11	
	1.2	Influence des différents éléments d'alliage sur la structure	12	
	1.3	Classification des aciers inoxydables	14	
	1.4	Les aciers austéno-ferritiques « Duplex »	16	
	1.5	Métallurgie de soudage	29	
2.	MA	TERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	37	
	2.1	Identification du matériau	37	
	2.2	Choix des conditions de soudage	38	
	2.3	Description des procédés de soudage	40	
	2.4	Opération de soudage	41	
	2.5	Traitements thermiques	42	
	2.6	Techniques de caractérisation	42	
	2.7	Méthodes d'analyses	46	
	2.8	Mesure du taux de ferrite	47	
3.	RES	SULTATS ET INTERPRETATION	49	
	3.1	Observation métallographique	49	
	3.2	Effet des traitements thermiques sur l'évolution microstructurale	51	
	3.3	Evaluation du taux de ferrite	58	
	3.4	Evaluation du taux de précipités (Taux de la phase sigma)	60	
	3.5	Caractérisation mécanique	60	
	3.6	Analyse des faciès de rupture	64	
CC	ONCI	LUSION	66	

APPENDICES	68
A. Liste des symboles	68
B. Spécification de la procédure de soudage	69
REFERENCES	71

.

## LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Diagramme d'équilibre Fe-Cr	12
Figure 1.2	Diagramme d'équilibre Fe-Ni	12
Figure 1.3	Diagramme de Schaffer	14
Figure 14	Diagramme ternaire Fe-Ni-Cr	17
Figure 1.5	Evolution du taux de ferrite en fonction de la température	19
Figure 1.6	Diagramme de précipitation de trois nuances d'aciers Duplex	20
Figure 1.7	Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la température de traitement de quelques aciers inoxydables duplex	23
Figure 1.8	Effet d'addition de l'azote sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage S31803	23
Figure 1.9	Propriétés mécaniques de l'acier duplex 32550 en fonction de la précipitation de la phase Sigma	24
Figure 1.10	Diagramme montrant l'interaction entre la source de chaleur et le métal de base.	30
Figure 1.11	Influence du cycle thermique sur la zone affectée thermiquement	31
Figure 1.12	Présentation schématique de l'influence du cycle thermique sur la zone fondue	31
Figure 1.13	Effet de la vitesse de refroidissement sur la teneur en ferrite	32
Figure 1.14	Diagramme WRC	35
Figure 2.1	Principe du soudage à l'arc électrique avec électrode non fusible TIG	41
Figure 2.2	Type de chanfrein de l'éprouvette	41
Figure 2.3	Dimensions de l'éprouvette de traction selon Afnor NF A89-200	43
Figure 2.4	a/ schéma de l'éprouvette de résilience b/ zones de prélèvement d'éprouvettes	43

Figure 2.5	Schéma représentatif des profils des microduretés	44
Figure 2.6	Principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg	46
Figure 3.1	Micrographie du Métal de base (2205)	49
Figure 3.2	Micrographie de la zone fondue	50
Figure 3.3	Microstructure de la ZAT surchauffée	50
Figure 3.4	Microstructure de la ZAT partiellement recuite	50
Figure 3.5	Micrographie du métal de base à 850 °C. Attaque électrolytique KOH	52
Figure 3.6	Micrographie de la ZAT à 850 °C	52
Figure 3.7	Micrographie de la zone fondue à 850 °C	52
Figure 3.8	Diffractogrammes obtenus d'échantillons de métal de base non traité, traité à 800 et 1200°C pendant 01 heure	53
Figure 3.9	Diffractogrammes obtenus d'échantillons de la zone fondue : non traitée, traitée à 800 et 1200°C pendant 01 heure	54
Figure 3.10	Micrographie MEB du Métal de Base. T=800°C	56
Figure 3.11	Micrographie MEB de la ZF à 850°C pendant 01 heure	57
Figure 3.12	Micrographie de la ZAT à 1050 °C pendant 01 heure	57
Figure 3.13	Micrographie de la ZF à 1050 °C pendant 01 heure	57
Figure 3.14	Micrographie du Métal de base à 1200 °C pendant 01 heure	58
Figure 3.15	Micrographie de la zone fondue à 1200 °C pendant 01 heure	58
Figure 3.16	Proportions des phases	59
Figure 3.17	Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la température de mise en solution	59
Figure 3.18	Evolution du taux de précipitation en fonction de la température	60
Figure 3.19	Evolution de Rm et A% en fonction de la température de traitement	61

Figure 3.20	Evolution de la microdureté en fonction de la distance	62
Figure 3.21	Evolution de la microdureté en fonction de la température	63
Figure 3.22	Effet des traitements thermique sur l'essai de résilience (Charpy V)	64
Figure 3.23	Fractographie MEB de la ZAT traitée à 850°C pendant 01 heure	65
Figure 3.24	Fractographie MEB de la ZAT traitée à 1050°C pendant 01 heure	65
Tableau 1.1	Coefficient de partage des éléments entre phases $\alpha$ et $\gamma$	18
Tableau 1.2	Propriétés mécaniques et teneurs en ferrite	22
Tableau 1.3	Avantages et inconvénients des 04 principaux diagrammes	36
Tableau 2.1	Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 2205, objet de notre étude.	38
Tableau 2.2	Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex 2205	38
Tableau 2.3	Composition chimique du métal d'apport AWS E 2209	40
Tableau 2.4	Réactifs d'attaques chimiques	45
Tableau 3.1	Composition chimique de la ferrite, de l'austénite et de la phase sigma. Soudure traitée à 800°C pendant 60min	56

#### **INTRODUCTION**

La maîtrise du comportement des structures et des assemblages est une nécessité croissante pour nombre de secteurs : nucléaire, aéronautique, ferroviaire, marine, pétrolier, etc. Or seule une connaissance approfondie des phénomènes intervenant dans le matériau utilisé et des facteurs influençant son comportement permet de choisir correctement la modélisation adaptée aux conditions d'utilisation.

Les aciers inoxydables duplex deviennent de plus en plus présents dans des applications industrielles exigeant des propriétés mécaniques importantes associées à une bonne résistance à la corrosion. Ces aciers sont des dérivés des aciers inoxydables austénitiques. L'acier austéno-ferritique dit duplex est biphasé, constitué d'environ 50 % d'austénite et 50 % de ferrite.

L'équilibre des phases ferrite/austénite est fonction de la composition et du traitement thermique appliqué à l'alliage. Les propriétés optimales des aciers inoxydables duplex sont réalisées quand les proportions presque égales d'austénite et de ferrite sont présentes dans la microstructure. Cet équilibre de phase est obtenu par une combinaison appropriée des teneurs en chaque élément et du traitement thermique de mise en solution.

Le contrôle de l'équilibre de ferrite/austénite en soudures des aciers inoxydables duplex n'est pas aussi simple que dans le métal de base. Les analyses de la microstructure des joints soudés ont démontré que la proportion de chaque phase est fonction de la composition, de la température maximale, et de la vitesse de refroidissement depuis la température maximale. Dans la zone fondue, la microstructure peut être commandée en équilibrant les effets de la composition du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement du joint soudé. Dans la zone adjacente (zone affectée thermiquement ZAT), l'équilibre ferrite/austénite est commandé principalement par la vitesse de refroidissement.

Par conséquent, l'équilibre ferrite/austénite dans la ZAT et la zone fondue des soudures des aciers inoxydables duplex peut changer de manière significative. Cette variation compromet souvent le comportement des aciers inoxydables duplex soudés dans des conditions de service. La commande améliorée des microstructures de la ZAT et de la zone fondue des soudures en aciers inoxydables duplex dépend d'une meilleure compréhension des transformations de phase qui influencent l'équilibre ferrite/austénite. D'autre part, l'étude de la cinétique de formation et de précipitation des phases et composés intermétalliques (phase sigma, carbures de chrome M23C6, nitrures de chrome Cr2N) est d'une importance primordiale. La présence de ces derniers au niveau du cordon de soudure ou dans le métal de base présente un inconvenant majeur sur les propriétés mécaniques et affecte sévèrement la résistance à la corrosion de ces aciers.

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement mécanique et l'évolution microstructurale d'une soudure en acier inoxydable duplex du type 2205 (UNS 31803), avant et après différents traitements thermiques, allant de 800 à 1200°C pendant une heure avec un pas de 50°C, suivis d'un refroidissement à l'eau.

Une première étape de l'étude est de voir l'évolution du phénomène de précipitation des carbures et des phases intermétalliques, en fonction de la température de traitement, dans les différentes zones de la soudure à savoir : la zone fondue (ZF), la zone afféctée thermiquement (ZAT) et le métal de base (MB).

La deuxième étape, consiste à étudier l'évolution de l'équilibre ferrite/austénite en fonction des températures d'hypertrempe dans les mêmes zones de la soudure.

Enfin, nous nous sommes également intéressés à l'évolution du comportement mécanique, à savoir la dureté, la résilience, la résistance à la traction et la déformation, en fonction de la température. Ceci en raison du fait que les variations microstructurales subies suite à certains traitements thermiques auraient sévèrement affecté les propriétés mécaniques et la qualité de la soudure de l'acier inoxydable duplex 2205.

Ce mémoire se compose de trois chapitres.

Le premier chapitre consiste en une synthèse des données existantes sur les caractéristiques et les propriétés des aciers inoxydables austéno-ferritiques. La microstructure du matériau, ses propriétés mécaniques, sa résistance à la corrosion et au soudage et la métallurgie de soudage de l'acier inoxydable duplex sont brièvement présentés.

Le second chapitre est consacré aux méthodes et les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons soudés et traités thermiquement de l'acier inoxydable 2205.

Le troisième chapitre est consacré uniquement à l'analyse et l'interprétation des différents résultats obtenus. Ainsi, nous présenterons l'influence de la température de traitement thermique sur les transformations microstructurales dans la soudure de l'acier inoxydable 2205, et sur l'effet de ces transformations sur les propriétés mécanique de ce matériau. Et on termine cette étude par une conclusion et des perspectives à envisager.

#### CHAPITRE 1 BIBLIOGRAPHIE : LES ACIERS INOXYDABLES

#### 1.1 Généralités sur les aciers inoxydables

#### 1.1.1 Naissance des aciers inoxydables

Il est connu que le fer et les aciers ont en général une mauvaise résistance à la corrosion ; c'est certainement un de leurs points faibles ou de leurs inconvénients majeurs. Cela explique que de tout temps, de nombreuses tentatives ont été faites pour protéger le fer de façon efficace et durable.

Ce n'est qu'au début du 20<sup>ème</sup> siècle (en 1821) qu'un scientifique français, Bertier, a constaté que le fer allié au chrome devenait plus résistant à l'oxydation et que cette résistance augmentait avec la concentration du chrome, c'est ainsi qu'a débuté la naissance des aciers inoxydables [1].

Le chrome protège la surface de l'acier à l'aide d'une couche passive de très faible épaisseur. Cette couche est constituée d'oxydes durs et résistants qui font écran entre le métal et l'agression de l'atmosphère.

Ces aciers permettent de répondre aux problèmes de corrosion sévère (industrie chimique, eau de mer...) ainsi qu'à la corrosion douce lorsque toute contamination est interdite (industrie agro-alimentaire, pharmacie, industrie nucléaire...). Ils permettent aussi de résoudre les problèmes d'aspect de surface en milieu atmosphérique (bâtiment, mobilier...).Et dès que le rôle prépondérant du chrome fut reconnu, la curiosité des chercheurs fût aiguillée vers celui d'autres additions, en particulier celle du Nickel et puis d'autres éléments, tels que le molybdène, le manganèse, le tungstène, le cobalt, etc.

#### 1.1.2 Développement industriel

Le développement d'aciers ayant une résistance à la corrosion élevée a constitué un immense progrès, un saut technologique. Dans un premier temps, ils ont été la solution aux problèmes posés par l'industrie chimiques, par la suite de nombreux autres domaines d'application se sont progressivement ouverts. Généralement, il peut s'agir :

- de résoudre des problèmes de corrosion sévère (industrie chimique, électroménager, eau de mer, etc.)

- de résoudre des problèmes de corrosion douce dans des conditions nécessitant une absence totale de contamination (industrie alimentaire, pharmacie, nucléaire, etc.)
- de résoudre des problèmes d'aspect de surface en milieux atmosphériques ou voisins (bâtiment, mobilier, etc.)

#### 1.2 Influence des différents éléments d'alliage sur la structure

Les aciers inoxydables sont avant tout des alliages Fer-Carbone, contenant des additions d'au moins 11 % de chrome, et d'autres éléments d'additions dont les principaux sont: le Nickel, le Molybdène. Ces éléments sont partagés en :

- éléments alphagènes en raison de leur structure cristallographique cubique centré comme le chrome. C'est le cas de Mo, Nb, V, Ti, Si.
- éléments gammagènes comme le nickel, à savoir C, N, Mn, Co, etc...

Diagrammes d'équilibres : alliages binaires Fe-Cr et Fe – Ni [1]



Figure. 1.1 : Diagramme d'équilibre Fe-Cr.

Figure. 1.2 : Diagramme d'équilibre Fe-Ni.

#### 1.2.1 Action du chrome

Le chrome, de structure cubique centrée (cc), comme le fer, favorise la structure ferritique, c'est un élément alphagène. Le domaine de la solution solide austénitique de structure cubique à faces centrées (cfc) est restreint à une boucle tangente à la teneur de 13% de Chrome environ.

Donc, on peut avoir deux classes d'alliages Fe-Cr :

- 0% < Cr < 13%, alliages susceptibles de subir des traitements thermiques par chauffage en domaines $\delta$ ,  $\gamma$  ou  $\gamma + \alpha$ , suivi d'une trempe à 20° C, ce qui donne des structures hors d'équilibre de caractère martensitique du point de vue structural ;
- 13% < Cr < 100%, on a une structure ferritique α entre la température ambiante et celles du solidus. Les alliages binaires ferritiques Fe-Cr sont très sensibles au grossissement du grain par chauffage prolongé aux plus hautes températures du domaineα. Pour une concentration entre 45 et 55 % de Cr, peut apparaître une phase σ dont la cinétique de formation est assez lente pour qu'elle ne puisse se former pour les alliages à teneur inférieure à 25-30% Cr au cours de traitements thermiques de courte durée.</li>

Cette phase  $\sigma$  à structure quadratique complexe, à 30 atomes par maille peut cependant précipiter aux joints de grains ferritiques  $\alpha$  en rendant fragile l'alliage dans le cas de forte teneur en chrome ou pour des traitements de revenu prolongés.

#### 1.2.2 Action du Nickel

Le nickel est un élément gammagène, son introduction dans les aciers inoxydables entraîne l'élargissement du domaine d'existence de la phase austénitique. Il constitue avec le Chrome l'un des éléments les plus importants dans les aciers inoxydables austénitiques.

#### 1.2.3 Action du Carbone

Il possède un puissant effet gammagène. Le carbone peut donner lieu à la précipitation de carbures. Deux carbures  $M_{23}C_6$  ou  $M_7C_3$  peuvent se former ;en effet la teneur en carbone étant le plus souvent inférieures à 0.5%, on n'observera que le carbure  $M_{23}C_6$ . Il précipite aux joints de grains.

#### 1.2.4 Action des autres éléments d'alliage

En plus des éléments déjà cités, d'autres éléments d'alliages peuvent être ajoutés pour des raisons diverses. Ces éléments auront une action sur la structure des aciers inoxydables qui se résume dans chaque cas de la façon suivante :

- Le molybdène et le silicium : lls sont ajoutés pour des raisons de corrosion, ce sont des éléments alphagènes.
- Le cuivre : jusqu'à 2 à 3%, est lui aussi utilisé pour améliorer la résistance à la corrosion; il est gammagène, mais son action est généralement faible.
- Le manganèse : formant des sulfures MnS plus stables, l'addition du manganèse permet d'éviter la présence des sulfures de chrome à basses températures de fusion (1150/1250°C) responsables de la décohésion lors des opérations de formage à chaud (forgeage, laminage), il est utilisé à des concentrations de 1 à 1,5 % dans la grande majorité des nuances. Le manganèse a une action gammagène.
- L'azote : soit à l'état d'impureté incontrôlée, soit à l'état d'addition volontaire, l'azote a une action gammagène puissante. il est en solution solide interstitielle à haute température. Il peut être maintenu en solution métastable par trempe ou précipité sous forme de nitrure de chrome CrN.
- Les éléments carburigènes titane et niobium ont la propriété de former des carbures TiC ou NbC plus stables que les carbures de chrome M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (enthalpie libre de formation plus faible). Ces éléments sont donc utilisés pour éviter la formation des carbures de chrome. Ils possèdent une action alphagène importante dont il faut tenir en compte.

#### 1.3 Classification des aciers inoxydables

L'idée de partage en éléments  $\alpha$ -gènes et  $\gamma$ -gènes a conduit Schaffer [2] à proposer le diagramme, montré sur la figure 1.3 qui montre les quatre familles des aciers inoxydables, classées selon leurs caractéristiques et leurs structures :



Figure. 1.3: Diagramme de Schaffer [2].

#### 1.3.1 Aciers inoxydables ferritiques

Les aciers inoxydables ferritiques sont caractérisés par l'absence de transformation austénitique. Il s'agit d'alliages de type Fe-Cr tels que leur composition soit à toute température à l'extérieure de la boucle  $\gamma$  du diagramme de la figure1.1. Leur teneur en éléments stabilisateurs de la ferrite tels que: Cr, Mo, Si, Ti, Nb est élevée, le domaine austénitique est alors rétrécit.

#### 1.3.2 Aciers inoxydables martensitiques

Ce sont des alliages de type Fe-Cr. L'obtention de la structure martensitique nécessite une trempe qui permet d'atteindre la zone austénitique située à l'intérieur de la boucle  $\gamma$  du diagramme Fe-Cr.

Les nuances à structure martensitique possèdent des propriétés de duretés et de résistance élevées. Comme dans tous les aciers, les caractéristiques de cette martensite sont directement liées à sa teneur en carbone.

#### 1.3.3 Aciers inoxydables austénitiques

Les nuances martensitiques et ferritiques présentent des caractéristiques de ductilité, en général, faibles. Dans le cas des aciers ferritiques par exemple, il est nécessaire d'arriver aux nuances nouvelles à très basse teneur en interstitiels pour obtenir une ténacité satisfaisante sur des produits épais. Contrairement, en cristallisant dans les systèmes c.f.c, les nuances austénitiques présentent l'avantage d'une ductilité remarquable, en même temps d'une grande soudabilité, ce qui explique son large domaine d'utilisation dans l'industrie.

Les concentrations en éléments gammagènes, nickel et carbone, sont suffisantes pour assurer une structure austénitique à haute température. Dans cette classe d'acier, la nuance de base contient 18 % Cr, 10 % Ni, 0.060 % C en valeurs moyennes. La teneur en chrome de 18 % permet de résoudre les problèmes de corrosion les plus courants. Les teneurs en éléments gammagènes nickel et carbone sont suffisantes pour assurer une structure austénitique à haute température austénitique à la température ambiante.

#### 1.3.4 Aciers inoxydables austéno-ferritiques

Les aciers inoxydables austéno-ferritiques ont été découverts par hasard, à cause d'une erreur dans la teneur en chrome d'un acier normalement austénitique. Ils ont une structure biphasée, formée d'austénite ( $\gamma$ ) et de ferrite ( $\alpha$ ). Lors de la solidification, il semble que la phase ferritique apparaît d'abord et que la phase austénitique germe ensuite dans la phase.

La structure finale se compose donc d'îlots d'austénite dans une matrice ferritique. Chacune des phases est polycristalline. Les fractions volumiques de ces deux phases dépendent non seulement de la composition chimique de l'acier considéré, mais aussi de ses conditions d'hypertrempe. Les aciers duplex subissent habituellement 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. Plus la température du traitement thermique est élevée, plus la teneur en ferrite est importante. Pour la résistance à la corrosion comme pour les propriétés mécaniques, la proportion optimale de ferrite se situe autour de 50% [2,3, 23].

Les deux éléments d'addition principaux sont le chrome et le nickel. Le nickel étant un élément coûteux et géopolitiquement sensible, il a progressivement été remplacé par l'azote depuis une trentaine d'années. En effet, des progrès au niveau des procédés d'élaboration ont permis d'augmenter la solubilité de l'azote dans l'acier liquide sous pression partielle d'azote atteignant 50 bars. La stabilité structurale et la résistance à la corrosion s'en sont trouvées. Les utilisations des aciers inoxydables duplex se sont alors multipliées [23].

Les propriétés des aciers duplex sont dues, pour la plupart, à la structure biphasée de l'alliage. Ils combinent favorablement les propriétés mécaniques et de corrosion des aciers austénitiques et ferritiques. Ceci se traduit par une limite d'élasticité élevée (entre 200 et 600 MPa) alliée à une ductilité satisfaisante (25 à 15%). La résistance à la rupture peut atteindre 850 MPa, pour des aciers duplex contenant 80% de ferrite.

Ces propriétés mécaniques élevées ont permis un allégement des structures et par leur tenue à la corrosion, ils présentent un rapport qualité/prix très attrayant pour de nombreux marchés spécifiques reconnus pour l'agressivité des milieux réactionnels.

#### 1.4 Les aciers austéno-ferritiques « Duplex » :

#### 1.4.1 Propriétés structurales des aciers inoxydables duplex

Les alliages austéno-ferritiques sont constitués d'un agrégat de grains ferritiques et de grains austénitiques. Les fractions volumiques de ces phases dépendent de la composition chimique et du traitement thermique d'hypertrempe [2].

L'influence combinée des concentrations en chrome et nickel est aussi mise en évidence sur une section isotherme du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni (Figure 1.4), section à 1000°C). L'augmentation de la teneur en chrome à partir d'un point A de structure purement austénitique fait apparaître une structure biphasée austéno-ferritique au point a. Une nouvelle augmentation de la teneur en nickel permet de retrouver la structure austénitique au point b.



Figure. 1.4 : Diagramme ternaire Fe-Ni-Cr [2].

(A = Z2 CN 18-10 (AIS1 304 L); a = 22 CND 25 7 Az (structure austéno-ferri tique) b = 22 CNDU 25 S Az (structure austénitique).

Les éléments d'addition sont classés en deux catégories : d'une part, les éléments  $\gamma$ -gènes tels le nickel, d'autre part les éléments  $\alpha$ -gènes tels le chrome. A chaque élément est attribué un coefficient qui représente son pouvoir  $\alpha$ -gène ou  $\gamma$ -gène basé sur une équivalence avec le chrome ou le nickel, de sorte qu'on peut parler de Cr<sub>eq</sub> et de Ni<sub>eq</sub>. Les coefficients dépendent au second ordre de la composition globale de l'alliage ainsi que du mode d'élaboration (structure moulée ou corroyée) et de sa température d'hypertrempe. Les équivalents chrome et nickel qui suivent ont été proposés pour des aciers inoxydables corroyés [23].

$$[Cr_{eq}] = [Cr] + [Mo] + 10 [Ti] + 1,5 [Si] + [Nb]$$
  
 $[Ni_{eq}] = [Ni] + 30 [C] + 30 [N] + 0,5 [Mn]$ 

Les influences relatives des éléments d'additions sont très variables. On peut remarquer que l'azote est fortement gammagène. On retrouve le fait que le nickel, élément coûteux, peut être avantageusement remplacé par l'azote tout en conservant les mêmes proportions austénite ferrite. Les éléments d'addition ne se répartissent pas de façon homogène dans les deux phases. Les éléments  $\alpha$ -gènes se retrouvent préférentiellement dans la phase ferritique tandis que les éléments  $\gamma$ -gènes sont préférentiellement dans l'austénite.

Le tableau ci-dessous montre le rapport entre les concentrations dans les deux phases ferrite ( $\alpha$ ) et austénite ( $\gamma$ ), déterminés par des analyses chimiques à la microsonde électronique, de quelques nuances d'acier inoxydable duplex.

Tableau. 1.1 : Coefficient de partage des éléments entre phases  $\alpha$  et  $\gamma [x(a)/x(\gamma)]$  [2].

Nuance	Р	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	T° hypertrempe
UR 45N	2,31	1,16	0,56	1,19	0,61	1,66	0,67	1040°C
UR 52 N	2.90	1.29	0.87	1.15	0.65	1.60	0.69	1080°C
UR 35 N	2.38	1.16	0.89	1.19	0.61	1.65	0.68	980°C

#### 1.4.2 Transformations structurales suite à un traitement thermique

Les alliages austéno-ferritiques présentent de nombreuses évolutions structurales par traitements anisothermes ou isothermes. Ceux-ci concernent pour majeure partie la phase ferritique car celle-ci est connue pour présenter des vitesses de diffusion plus élevées que la phase austénitique (environ 100 fois plus vite) [3]. De plus la ferrite est enrichie en chrome et molybdène, ces éléments favorisent la formation des phases intermétalliques. En outre la solubilité de l'élément dans la ferrite diminue avec la baisse de température, ce qui augmente la probabilité de précipitation lors d'un traitement thermique [2,3].

Nous pouvons regrouper les évolutions structurales dans les alliages duplex en trois catégories :

- celles se produisant au-dessus de 1050 °C
- celles se produisant dans l'intervalle 600 1050 °C
- celles se produisant au-dessous de 600 °C

#### 1.4.2.1 Transformation à température supérieure à 1050°C

Les nuances austéno-ferritiques se solidifient entièrement en mode ferritique  $\delta(\alpha)$ . Ce n'est qu'au cours du refroidissement que la transformation en phase solide  $\delta(\alpha) \rightarrow \gamma$  se produit. Cette transformation peut présenter, en particulier sur métal refondu par procédé TIG, une structure de type Widmanstätten ou ferrite aciculaire. La transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  peut être également incomplète si la vitesse de refroidissement est très grande. La modification des fractions volumiques par traitement thermique des phases  $\gamma$  et *a* s'accompagne d'une évolution de la composition chimique de chacune des phases. On constate une réduction des coefficients de partage entre phase après hypertrempe à température plus élevée. La ferrite en particulier, en fraction volumique supérieure après traitement à 1200 °C, contient proportionnellement moins de molybdène et de chrome tandis que probablement simultanément l'austénite s'enrichit en azote. [2]



Figure. 1.5 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la température [3]

La figure 1.5 montre la variation du taux de ferrite en fonction de la température pour différents types d'acier duplex. Il est à noter l'influence de l'azote sur les profils des courbes, pour le cas où on a une concentration élevée d'azote (0.2.5 –0.4%) on constate une stabilité de la structure biphasique. A 1250 °C, les fractions volumiques de la ferrite et de l'austénite dans les alliages restent à peu près équivalentes, alors que pour les alliages à basse concentration d'azote (<0.2%), contiennent entre 80 et 85% de ferrite. Cette observation a une importante répercussion sur la structure des zones affectées thermiquement (ZAT) dans les soudures.

#### 1.4.2.2 Transformation à température comprise entre 600 et 1050°C [2,3]

#### a- Précipitation de carbures et de nitrures.

Pour les nuances contenant peu d'azote, des précipités de type  $M_7C_3$  sont observés après maintien de 10 minutes entre 950 et 1050 °C. La précipitation de carbures de type  $M_{23}C_6$  prend place à plus basse température, c'est-à-dire principalement entre 700 et 900 °C pour des temps de nucléation relativement

courts ( $\leq 1$  heure). Pour des maintiens plus longs ils apparaissent également à plus basse température. L'une des caractéristiques des alliages austéno-ferritiques est que la précipitation des carbures de chrome sur les joints de grains est généralement discontinue et qu'elle s'accompagne d'un déplacement des joints de grains par formation de phase austénitique dans les zones déchromées. Pour les nuances avec additions contrôlées d'azote, une précipitation de nitrures de chrome (C<sub>r2</sub>N) peut survenir. Les précipités C<sub>r2</sub>N ont une structure hexagonale et une enthalpie de formation vers 900 °C voisine de celle des carbures Cr<sub>23</sub>,C<sub>6</sub>, ce qui rend la simultanéité de leur formation possible.

Les précipités apparaissent d'abord sur les joints  $\alpha/\gamma$  et  $\alpha/\alpha$ ...L'expérience a montré que seule une hypertrempe des produits, à partir de 1050 °C-1150 °C permet de s'affranchir de toute précipitation dans les aciers austéno-ferritiques [1,2]

#### b- Formation de composés intermétalliques

Entre 600°C et 1000 °C, selon la composition chimique de l'alliage et la nature du traitement thermique, peuvent apparaître différentes phases intermétalliques dans la ferrite. La phase Sigma $\sigma$ , composée de fer et de chrome, apparaît très rapidement et provoque une chute dramatique de la résilience à température ambiante (KV 20 °C < 10 Joules) [2, 25]. L'addition d'azote permet de retarder la formation de la phase Sigma.

Soulignons par ailleurs que la présence de précipités intergranulaire tels que carbures ou inclusions accélère, en agissant comme sites de nucléation, la vitesse d'apparition de phase sigma. [2]



Figure. 1.6 : Diagramme de précipitation de trois aciers [3]

La figure 1.6 montre la cinétique de précipitation des carbures et des composés intermétalliques de 03 aciers inoxydables duplex, le 2205 comparé aux 2304 et 2507.

#### c- Evolution de la teneur et de la morphologie de la phase austénitique

Un refroidissement brutal d'un acier duplex à partir d'une température voisine de 1100°C conduit à la formation d'une fine précipitation austénite intragranulaire dans les grains ferritiques.

#### 1.4.2.3 Transformations intervenant entre 600 °C et la température ambiante

A température inférieure à 600°C, les aciers austéno-ferritiques peuvent présenter une fragilisation de la ferrite par transformation localisée de la ferrite  $\alpha$  en phase  $\alpha$ '. La phase  $\alpha$ ' est très riche en chrome, jusqu'à 80%, et possède une structure cubique centrée cohérente avec la structure de la ferrite $\alpha$ . Elle se forme par décomposition spinodale ou par germination et croissance, selon la teneur en chrome et la température.

D'autres précipités, à base de carbone, d'azote ou de chrome principalement, et d'autres phases intermétalliques, telles  $\gamma_2$ ,  $\chi$  ou R peuvent se former par maintien en température. Ces composés apparaissent moins vite que les premières cités.

#### 1.4.3 Propriétés mécaniques

Les aciers inoxydables duplex avec une microstructure consistée en des proportions presque égales de ferrite et d'austénite, combinent les propriétés attrayantes des aciers inoxydables austénitiques et de ferrite: une résistance à la traction élevée, une bonne résilience même à de basses températures, bonne soudabilité et forgeabilité et une excellente résistance à la corrosion, sous contrainte, intergranulaire et aussi la corrosion générale [3, 24,25]

#### 1.4.3.1 1nfluence de la structure

Les caractéristiques mécaniques des alliages austéno-ferritiques et particulièrement, les limites d'élasticité, sont élevées tandis que la ductilité reste satisfaisante. Cet excellent compromis est expliqué par la structure biphasée de l'alliage. En effet, le durcissement est pour partie conféré par la phase ferritique tandis que la matrice austénitique permet de conserver ductilité et ténacité.

Soulignons par ailleurs que la résilience des alliages austéno-ferritiques reste excellente même à basse température. Aucune transition abrupte ductile-fragile n'est observée. Leur usage peut être envisagé jusqu'à - 50 °C, voire des températures inférieures. Le comportement des joints soudés est toutefois inférieur à celui du métal de base.

Le tableau 1.5 illustre la dépendance des propriétés mécaniques avec la teneur en ferrite de l'alliage. L'action durcissante et fragilisante de la ferrite est mise en évidence.

Acier	[α] %	R <sub>0,02</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A %	KCU J/cm <sup>2</sup>
Z6 CN 18-10	0	220	590	50	200
(AISI 304 L)					
Z3 CNDU 21-8	65	350	670	35	180
Z5 CNUD 26-6	80	800	850	20	100

Tableau. 1.2 : Propriétés mécaniques et teneurs en ferrite [2].

Ce qui confère à ces alliages d'aciers duplex des propriétés mécaniques élevées sont les conséquences de plusieurs mécanismes simultanés :

- Durcissement interstitiel de la solution solide (C, N)
- Durcissement substitutionnel de la solution solide (Cr, Mo, Ni, ...)
- Durcissement par raffinement du grain, du à la présence des deux phases

Les équations ci-dessous ont été déduites par analyse de régression et sont en concordance avec les données expérimentales [3]

$$R_{p0.2} = 120 + 210\sqrt{N} + 0.02 + 2(Mn + Cr) + 14Mo + 10Cu + (6.15 - 0.054\delta)\delta + (7 + 35(N + 0.02))d^{-\frac{1}{2}}$$

$$R_{p0.2} = 470 + 600(N + 0.02) + 14Mc + 1.5S + 8d^{-\frac{1}{2}}MDc$$

$$R_m = 4/0 + 600(N + 0.02) + 14Mo + 1.50 + 8d^{-72}MPa$$

Où  $\delta$  est la concentration en ferrite en % et d est la distance la mellaire en mm

La figure 1.7 montre l'influence de la température sur l'évolution des propriétés mécaniques de quelques types d'acier inoxydable duplex avec deux autres nuances, ferritique et austénitique ayant la même composition. La variation de ces propriétés, surtout Rm, pour les aciers duplex est essentiellement contrôlée par la ferrite [3]

La combinaison de ces différents mécanismes explique les propriétés mécaniques remarquables des aciers inoxydables duplex. Cependant, il est important de noter le rôle important de l'azote.



Figure. 1.7 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la température de traitement de quelques aciers inoxydables duplex [3].

#### 1.4.3.2 Influence de la composition

Une augmentation des teneurs en chrome, molybdène, cuivre... confère à l'alliage un durcissement par solution solide supplémentaire. Ce durcissement concerne simultanément les deux phases de l'alliage. L'influence d'addition de l'azote sur les propriétés mécaniques est plus discutée. On constate ainsi que des additions d'azote jusqu'à 0,12..., 0,14 % permettent une nette augmentation des caractéristiques mécaniques de l'alliage (Figure. 1.8). Au-delà de cette valeur le durcissement est beaucoup plus modéré [3].

Ceci peut s'expliquer par le fait que l'action durcissante de l'azote concerne essentiellement la phase austénitique puisque la phase ferritique est rapidement saturée en éléments interstitiels.



Figure. 1.8 : Effet d'addition de l'azote sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage S31803 [3].

En effet, en augmentant la teneur d'azote, dans l'acier duplex, l'austénite devient plus résistante du fait du durcissement interstitiel de la solution solide, au point où elle devient plus «forte » que la ferrite.

Pour les faibles teneurs en azote (<0.1%), l'austénite possède la plus faible contrainte admissible (Rp), alors que pour les plus grandes teneurs (>0.2%), la ferrite devient la phase la moins résistante. Ce qui explique que le durcissement macroscopique est beaucoup plus prononcé pour les alliages possédant une faible teneur en azote constaté et devient moins important au delà d'un certaine teneur, par exemple 0.12% pour la nuance S31803 (2205).

L'influence des transformations structurales durant un traitement thermique sur le comportement mécanique de certains alliages inoxydables est montrée sur la figure 1.9, où l'on constate l'effet marquant des phases intermétalliques, à savoir la phase Sigma, qui se forme entre la température de 700 à 950°C, sur la ductilité du matériau.

L'addition du cuivre permet d'augmenter la dureté de l'alliage tout en évitant une perte excessive de la ductilité.



Figure. 1.9 : Propriétés mécaniques de l'acier duplex 32550 en fonction de la précipitation de la phase Sigma [3].

- A % : Teneur en austénite
- KCV : Energie absorbée J/cm<sup>2</sup>
- HV5 : Dureté Vickers. Charge 5kg

#### 1.4.4 Propriétés à la fatigue

Des essais de flexion rotative à l'air ont montré que tous les aciers inoxydables ont une limite à la fatigue d'environ 50% de leur résistance à la rupture (Rm). Cependant, pour les matériaux ayant une résistance Rm supérieure à 1000 Mpa, cette limite est inférieure à 50%.

L'affaiblissement de la résistance à la fatigue dans un environnement corrosif est directement lié aux propriétés intrinsèques du matériau à résister aux mécanismes de la corrosion rencontrée dans le milieu agressif en question.

Le comportement à la fatigue et la fatigue corrosion des aciers inoxydables duplex est identique à celui des aciers austénitiques dans la majorité des applications. Néanmoins, il est important de bien choisir l'alliage possédant une résistance à la corrosion suffisante pour un milieu d'application projeté, particulièrement, dans le cas où une grande teneur de ferrite dans un acier inoxydable duplex pourrait causer l'accélération d'une propagation de fissure.

Cependant, dans la plupart des cas les aciers inoxydables duplex ont d'excellentes propriétés à la fatigue et fatigue corrosion. [3]

#### 1.4.5 Corrosion

En milieu aqueux, le fer a tendance à évoluer vers sa forme oxydée. Cette réaction s'écrit :

Fe 
$$\rightarrow$$
 fe<sup>2+</sup> + 2<sup>e-</sup>

Sous certaines conditions, le fer ne s'oxyde pas pour donner l'ion soluble Fe<sup>-</sup> mais réagit en formant les hydroxydes stables  $Fe(OH)_2$  ou  $Fe(OH)_3$ . Cette réaction est facilitée par la présence de chrome, élément très oxydable. Une couche d'oxydes de fer et de chrome se forme alors à la surface. Pour les aciers inoxydables, ce film est de très faible épaisseur (quelques nanomètres) et de très faible perméabilité ionique. L'oxydation du métal sousjacent s'en trouve alors très ralentie.

Les réactions chimiques et la composition du film passif seront modifiées par la nature du milieu aqueux dans lequel le métal est plongé. Un milieu acide aura tendance à déstabiliser le film passif.

Lorsque tous les points de la surface sont attaqués sensiblement à la même vitesse par le milieu corrosif, on parle de corrosion généralisée ou uniforme. Ces problèmes de corrosion

généralisée peuvent être résolus par l'utilisation d'un acier de composition adéquate, la teneur en chrome intervenant alors de façon essentielle.

La corrosion localisée apparaît lorsque le film de passivation est rompu sur une zone restreinte de la pièce. Cette corrosion est provoquée par la présence locale d'un milieu acide agressif.

Les principaux sites d'amorçage de la corrosion localisée sont les sulfures, en particulier le MnS, ainsi que les oxydes. La dissolution des sulfures provoque une forte acidification locale, tandis que les oxydes provoquent des décohésions à l'interface avec la matrice, à cause de leurs différences de comportement mécanique. Ces microcavités sont des germes de corrosion par piqûres extrêmement efficaces.

Dans le cas des aciers duplex, les deux phases austénitique et ferritique peuvent avoir des comportements différents, et en particulier des épaisseurs de couche de passivation différentes. Dans des milieux très agressifs, il peut également se produire une dissolution préférentielle de l'une des phases, mais cette corrosion sélective n'est pas observée si le choix de l'acier duplex a été fait en fonction de l'application spécifique. Un effet de protection galvanique entre les deux phases est observé.

La teneur en chrome des aciers duplex est plus importante que celle de la plupart des autres aciers inoxydables, ce qui explique leur grande résistance à la corrosion généralisée. Les carbures  $M_{23}C_6$  précipitent souvent de manière discontinue dans les aciers duplex. De plus, la diffusion du chrome dans la ferrite est rapide, la déchromisation aux joints de grains reste donc faible. Ces deux caractéristiques induisent un excellent comportement à la corrosion intergranulaire. La résistance à la corrosion localisée par piqûres ou crevasses des aciers duplex dépend principalement de leur propreté inclusionnaire, en sulfures en particulier.

La corrosion se compose en deux étapes :

- l'amorçage, phénomène où l'on constate une rupture locale du film passif suite à une période d'incubation au cours de laquelle peuvent intervenir des modifications de la composition de l'interface métal/solution
- la propagation de la corrosion, qui dépend de la capacité du matériau à se repassiver, de la modification local du milieu corrosif.

Plusieurs facteurs sont responsables de la corrosion localisée :

- dans le milieu, la présence d'halogénures (et principalement les chlorures), la température, le pH sont les paramètres principaux qui gouvernent les phénomènes.
- au niveau du matériau, les hétérogénéités physiques ou chimiques de la surface et de la structure sont les principales causes du développement de la corrosion localisée.

Suivant la nature des phénomènes qui ont participé soit à la phase d'initialisation, soit à la phase de propagation, on distingue différents types de corrosion localisée : les corrosions caverneuses et par piqûres, la fatigue corrosion et la corrosion sous contrainte. [3,4]

#### 1.4.5.1 Mécanismes de corrosion sèche :

Très généralement, la vitesse de corrosion d'un métal en présence d'un milieu gazeux, la plupart du temps à haute température, dépend essentiellement des caractéristiques des produits de corrosion formés à sa surface.

S'ils sont non adhérents, pulvérulents ou discontinus, ils n'ont aucun rôle protecteur la vitesse de corrosion est constante et égale à la vitesse de la réaction gaz/métal.

La cinétique est alors linéaire de la forme :

$$\frac{\Delta m}{S} = kt$$

Avec :  $\frac{\Delta m}{S}$  : masse du métal corrodé par unité de surface, t : temps

La résistance du métal est alors faible, souvent innacceptable.

- Au contraire s'ils sont adhérents et continus, ils ont un rôle protecteur. La vitesse de corrosion est limitée par la diffusion au travers de cette couche protectrice et donc inversement proportionnelle à son épaisseur soit :

$$\frac{d\left(\frac{\Delta m}{s}\right)}{dt} = \frac{Cte}{\frac{\Delta m}{s}}$$

Dans le cas le plus courant de l'oxydation, la réaction globale s'écrit :

$$xM + \frac{y}{2}O_2 \to M_xO_y$$

Selon les travaux Pilling et Bedworth, les couches d'oxyde formées se classent en deux catégories:

- Si le volume spécifique de l'oxyde est supérieur à celui du métal dont il est issu, la couche est continue, en compression et protectrice.
- Dans le cas contraire, la couche présente des fissures au travers desqueles l'oxygène pénètre jusqu'au métal ; la couche n'est pas protectrice.

Les oxydes de fer, de chrome et de nickel qui nous intéressent ici sont de la première catégorie et forment une couche continue protectrice.

Par conséquent, la vitesse d'oxydation des aciers inoxydables est limitée par la diffusion, au travers de la couche, de l'oxygène vers le métal et du métal vers l'exterieur. Or, ces vitesses de diffusion sont relativement importantes dans les oxydes de fer, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> et FeO, car leurs compositions peuvent largement varier autour de la stoechiométrie.

Au contraire, l'oxyde de chrome  $Cr_2O_3$  est fortement protecteur parce que très stoechiométrique (il en est de même des oxydes d'aluminium  $Al_2O_3$  et de silicium  $SiO_2$ ). Cela explique le rôle important joué par les additions de chrome sur la résistance à l'oxydation des aciers.

De façon plus précise, l'oxydation du fer et des aciers non alliés se manifeste au-dessus de 575 °C par l'établissement d'une couche formée de trois oxydes ; depuis le métal vers l'exterieur, on observe successivement FeO,  $Fe_3O_4$  et  $Fe_2O_3$ .

Pour de faibles additions de chrome < 1%, il se forme toujours une triple couche d'oxydes de fer, mais avec quelques précipités de spinelle,  $Fe_{3-x} Cr_xO_4$ .

Pour les teneurs en chrome plus élevées, de 2 à 10%, les oxydes FeO et  $Fe_3O_4$  disparaissent au profit d'une couche interne de  $Cr_2O_3$ . Cela explique une résistance à l'oxydation déjà sensiblement améliorée.

Pour les concentrations en chrome supérieur à 11% des aciers inoxydables, il ne se forme plus qu'une couche continue d'oxyde  $Cr_2O_3$ . Les vitesses de corrosion sont donc, toutes choses égales par ailleurs, très fortement abaissées. Il se trouve donc que les aciers inoxydables présentent en général une bonne résistance à l'oxydation sèche, mais par suite de mécanismes essentiellement différents de ceux agissant en milieux aqueux.

#### 1.5 Métallurgie de soudage

#### 1.5.1 Définition :

Le soudage est un procédé d'assemblage qui a pour but de créer une continuité physique entre deux éléments métalliques. En soudage, on doit distinguer deux situations :

- les deux éléments à assembler ont la même composition chimique et le métal d'apport s'il est utilisé, est tel que le cordon de soudure aura une composition très voisine de celle du métal de base ; on parle alors du soudage « homogène ».
- Les deux éléments à assembler n'ont pas la même composition chimique ; on parle alors du soudage « hétérogène ».

La continuité physique peut être obtenue en faisant ou en ne faisant pas intervenir la fusion des métaux à assembler, c'est ainsi qu'on pourra distinguer entre le soudage sans fusion (par induction, par friction..) et le soudage avec fusion obtenu par tous les procédés de soudage aux gaz, à l'arc, par faisceau d'électrons, par faisceau laser.

#### 1.5.2 Généralités sur le soudage par fusion

Pour obtenir la fusion localisée du ou des métaux qui vont constituer le bain liquide dont la solidification assurera la continuité physique, il est nécessaire d'apporter, ponctuellement une grande quantité de chaleur. Cet apport, réalisé rapidement par une source de chaleur qui se déplace assez vite, va provoquer outre la fusion du métal de base, un échauffement localisé du métal resté solide.

Métal fondu et métal échauffé vont subir un cycle thermique qui se caractérise par :

- un chauffage très rapide jusqu'à une température variant entre la température de fusion et la température initiale du métal, le niveau atteint est d'autant plus élevé que la distance au bain de fusion est faible.
- Un refroidissement immédiat dont la vitesse dépend des conditions opératoires de soudage, (et notamment de l'épaisseur des pièces à assembler, des paramètres de soudage, de la géométrie du joint....). Généralement, ce refroidissement est assez rapide.

Ainsi donc, après refroidissement, un joint soudé est constitué, quel que soit le procédé de soudage utilisé, d'une zone fondue (ZF) et de La ZAT qui est la zone la plus proche de la zone fondue (la soudure), et qui a subi des transformations structurales suite aux cycles thermiques de soudage.

La figure 1.10 montre l'interaction entre la source de chaleur et le métal de base. On distingue trois régions distinctes dans la soudure : la zone fondue (ZF), la zone affectée thermiquement (ZAT), et le métal de base.



Figure. 1.10 : Diagramme montrant l'interaction entre la source de chaleur et le métal de base.

#### 1.5.3 Conséquence des cycles thermiques de soudage

Elles sont schématisées par les figures 1.11 et 1.12 suivantes:



Figure. 1.11 : Influence du cycle thermique sur la zone affectée thermiquement [11].



Figure 1.12 Présentation schématique de l'influence du cycle thermique sur la zone fondue [11]

Ces considérations montrent à l'évidence que les conséquences des cycles thermiques du soudage dépendent de la nature de l'acier et de ses transformations éventuelles.

Dans les soudures des aciers austéno-ferritiques, la zone affectée thermiquement (ZAT) ou le métal déposé possèdent, à très haute température, une microstructure entièrement ferritique.

C'est seulement lors du refroidissement qu'une partie de la ferrite existante à haute température se transforme en austénite, conférant à la soudure une structure austénoferritique. [11, 27]

La quantité de ferrite subsistant en ZAT et dans une moindre mesure en métal déposé est donc en relation directe avec la vitesse de refroidissement comme indiqué par le graphe de la figure 1.13.



Figure. 1.13 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la teneur en ferrite de la ZAT [3].

Si la vitesse de refroidissement est trop élevée, la quantité d'austénite formée est trop faible et la ZAT trop ferritique. Pour cette raison, les trop fortes vitesses de refroidissement sont à éviter lors du soudage des aciers austéno-ferritiques. Par ailleurs, des vitesses de refroidissement trop basses entraînent des temps de refroidissement trop élevés et sont donc susceptibles de provoquer un début de transformation de la ferrite en phases intermétalliques.

Pour obtenir la 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 des températures interpasse [11, 16].

La ZAT dans les soudures en acier inoxydable duplex peuvent subir deux types de modifications structurales :

- Un accroissement de la teneur en ferrite, due au cycle thermique de soudage, dans ce cas, la ZAT peut devenir totalement ferritique (Zone de surchauffée).

 Une transformation partielle de la ferrite en phases intermétalliques, où l'équilibre de phases, dans cette zone, ne subit pas une grande modification. (Zone partiellement recuite).

Avec les énergies de soudage à l'arc utilisées actuellement dans la pratique, les problèmes associés aux zones presque complètement ferritiques sont largement résolus en optimisant la composition chimique du métal de base. En particulier, ceci a été fait en augmentant la teneur d'azote dans la composition des aciers.

En effet, il a été montré, l'effet bénéfique de l'augmentation de l'azote pour réduire la teneur en ferrite comme la largeur de la ZAT (figure 1.12).

Les soudures d'acier duplex (et superduplex) sont donc caractérisées par une élévation plus ou moins forte de la teneur en ferrite dans la ZAT comme dans le métal fondu avec ou sans métal d'apport homogène. [3,9]

#### 1.5.4 Le cordon de soudure (Zone fondue)

La zone fondue (ZF) présente une structure dendritique dont la composition chimique peut ne pas être homogène ( par suite du processus de solidification plus ou moins rapide).

La microstructure de la soudure diffère de celle du métal de base, conséquence des variations dans la composition chimique et la totalité des son histoire thermique. Il est thermodynamiquement impossible d'avoir un taux d'austénite aussi élevé que celui à l'état d'équilibre recuit.

En pratique, une soudure autogène peut être presque totalement ferritique, à partir d'un état à 50% de ferrite. La composition et la vitesse de refroidissement de la plupart des métaux déposés ne donnent pas l'équilibre de la fraction d'austénite, ce qui rend la composition chimique du métal d'apport un paramètre très important.

Les métaux d'apport en soudage ont en général plus d'austénite que le métal de base, pour améliorer les propriétés mécanique et de corrosion. Actuellement, les électrodes sont fabriqués avec 2 à 4% de Ni en plus que le métal de base.

#### 1.5.5 Structure de solidification et formation d'austénite

Dans le cordon de soudure, la solidification ferritique suit une trajectoire de croissance épitaxiale, du métal de base aux bords de la zone de fusion.

Dans le métal fondu, une microstructure dendritique se développe dans des conditions de refroidissements rapide et avec le sens de l'écoulement de la chaleur. La ségrégation des éléments d'alliage est associée à la solidification, à des vitesses de refroidissements typiques du soudage et cet effet peut être important du point de vue de la tenue à la corrosion.

Aussi, la taille du grain ferritique, et son orientation, ensemble avec la teneur et la morphologie de la ferrite influencent les propriétés mécaniques de la soudure.

La formation de l'austénite est associée à la redistribution du chrome, du nickel, du molybdène et de l'azote entre la ferrite et l'austénite.

La vitesse de refroidissement a une importante influence sur l'ampleur de la transformation. Une vitesse de refroidissement faible induit une formation de plus d'austénite, par contre une grande vitesse de refroidissement donne moins d'austénite. Cependant, comme la nucléation de l'austénite est plus facile aux joints de grains, une petite taille du grain ferritique, en principe, favorise des teneurs en austénite élevées. En général, les soudures des aciers duplex possèdent une teneur en ferrite comprise entre 30 et 70%, tout dépend de la composition et de la vitesse de refroidissement [3,5].

#### 1.5.6 Prédiction de phase

#### 1.5.6.1 Diagrammes de Schaeffler, Delong, Espy, et WRC 1992

Schaeffler, puis Delong, Espy, et plus recemment WRC1992 ont exploité les concepts de nickel équivalent et chrome équivalent afin de prédire la structure d'un alliage après soudage selon sa composition chimique. Ces diagrammes ont ensuite été déclinés pour chaque mode d'obtention : métal moulé, forgé, laminé, déposé par soudure... et affiné en fonction des plages de composition en molybdène, titane, azote, carbone, etc.



Figure. 1.14 : Diagramme WRC.

Le digramme WRC 1992 a été proposé vers la fin des années 1980 par le Welding Research Council. C'est un diagramme simplifié, limité aux aciers inoxydables austénitiques et austéno-ferritiques et gradué spécifiquement en FN (indice de ferrite).

Ces quatre diagrammes présentent des avantages et des inconvénients qui sont schématisés dans le tableau 1.3, qui délimitent les domaines d'utilisation de chacun d'eux.
Diagrammes	Avantages	Inconvénients		
	<ul> <li>soudage hétérogène</li> </ul>	- pas pour fort Mn (>2%)		
Schaffer	- domaine d'application large	- pas pour fort N (>0.10%)		
	- homologué EN	- peu précis si ferrite > 20%		
	- homologué ASME	- domaine limité		
DeLong	- ferrite % et FN	$Cr_{eq} > 16$ , $Ni_{eq} > 10$		
	- homologué EN	ferrite < 20%		
	- soudage hétérogène			
	- domaine d'application large			
	- nombreux éléments pris en	- peu précis ferrite > 20%		
Epsy	compte			
	- fort Mn et/ou fort N			
	- homologué ASME			
	- homologué EN			
	- normalisé en Europe (norme	- gradué en FN		
WRC 1992	EN)	- peu d'éléments		
	- calcul simplifié	- domaine limité		
	- homologué ASME	$Cr_{eq} > 17, Ni_{eq} > 9$		

Tableau. 1.3 : Avantages et inconvénients des quatre principaux diagrammes

### CHAPITRE 2 MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

Dans cette partie nous faisons le point sur les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des échantillons soudés et traités thermiquement de l'acier inoxydable duplex 2205. Dans ce qui suit, nous présentons par ordre chronologique les différentes opérations concernant le soudage, le traitement thermique et les méthodes de caractérisation mécanique et métallurgique de la nuance étudiée.

#### 2.1 Identification du matériau

Les produits de base étudiés sont des tubes sans soudures de 170mm de diamètre et de 07mm d'épaisseur.

Le matériau est un acier inoxydable austéno-ferritique dit aussi duplex, dont la nuance est du type SAF 2205.

Ses désignations selon d'autres normes et codes sont : UNS S31803, Z2CND 22-5 Az

selon DIN-W I-4462 et Uranus 45 étant une de ses nuances commerciales.

### 2.1.1 Caractéristiques principales

- Propriétés mécaniques élevées (limite d'élasticité  $\geq$  340 à 440 MPa
- Très large plage de résistance à la corrosion
- Bonne ductilité
- Bon comportement en milieux sulfurique, phosphorique, organique, caustique.
- Bonne soudabilité
- Meilleure conductivité thermique que celle des aciers austénitiques.

### 2.1.2 Application industrielle

Les différentes propriétés de l'acier inoxydable duplex leur ouvrent de multiples applications dans plusieurs domaines, en particulier dans les suivants :

- industrie chimique (acide sulfurique, acide phosphorique, acides organiques, urée, etc.) : structures de chaudronneries, pompes et vannes moulées ;
- industrie pétrolière (pétrole et gaz acide contenant H<sub>2</sub>S): pipe soudé ou sans soudure;

- milieux chlorurés (eau de mer, eaux saumâtres, etc.) : pompes et vannes, tubes ;
- transport : citernes routières, cuves pour transport maritime ;

# 2.1.3 Composition chimique :

Une analyse de la composition chimique de notre acier a été faite au laboratoire d'essais au sein de la BCL de Beni Mered. La méthode d'analyse utilisée étant la spectrométrie de fluorescence des RX. (Voir tableau 2.1)

Tableau. 2 : Composition chimique de l'acier inoxydable duplex 2205 objet de notre étude.

Elément	С	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	Р	S	Cu	Ν
2205 steel (Wt %)	0.03	0.36	1.77	5.70	2.258	22.05	0.018	0.015	0.2	0.14

## 2.1.4 Propriétés mécaniques du métal de base [10]

Les principales caractéristiques d'un acier inoxydable duplex 2205 se résument comme suit : (voir tableau 2.2)

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

## 2.2 Choix des conditions de soudage [11]

## 2.2.1 Préchauffage

Le préchauffage des aciers austéno-ferritiques n'est pas nécessaire, il est peu efficace pour favoriser la transformation ferrite-austénite qui se produit à température élevée.

## 2.2.2 Température d'interpasse

Une température d'interpasse trop élevée augmente les temps de refroidissement dans les domaines de températures où la précipitation de phases intermétalliques ou carbonitrures est possible.

La température maximale d'interpasse utilisée pour les aciers duplex est de 150°C et de 120°C pour les aciers super duplex.

#### 2.2.3 Energie de soudage

Pour une épaisseur de tube ou de tôle, un procédé de soudage à l'arc et un type de soudure donnée, la vitesse de refroidissement est inversement proportionnelle à l'énergie de soudage calculée selon la formule suivante :

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

I et U : intensité et tension du courant sont lus sur le post de soudage,  $V_s$  est la vitesse d'avance de la torche ou de l'électrode de soudage. Certains fabricants d'aciers de base ou de produit d'apport austéno-ferritiques indiquent les fourchettes d'énergie de soudage optimales recommandées.

#### 2.2.4 Postchauffage

L'opération de postchauffage est inutile et même néfaste pour la qualité de la soudure si la température excède 290°C.

#### 2.2.5 Procédés de soudage utilisables

La plupart des procédés de soudage sont utilisables pour assembler les aciers austénoferritiques (SMAW, SAW, MIG, TIG)

#### 2.2.6 Choix du produit d'apport et composition du métal déposé

Pour souder l'acier duplex à 22% de Cr, on utilise le plus souvent un métal déposé austéno-ferritique à 22 de Cr sur allié en Ni.

#### 2.2.7 Protection envers

Les procédés de soudage à l'arc, est particulièrement le soudage TIG, impliquent nécessairement des moyens de protection du bain de métal en fusion du phénomène d'oxydation. La protection externe est assurée par le courant d'argon amené par la torche. En interne, elle est généralement assurée par un balayage d'argon, mais il existe des méthodes alternatives qui peuvent être employées pour des questions d'accessibilité.

Les soudures mal protégées, présenteraient un certain état d'oxydation du métal fondu et de la zone affectée thermiquement. Mise en service dans ces conditions, les soudures sont

souvent des sites privilégiées d'amorçage de la corrosion localisée que sont la corrosion par piqûre et la corrosion caverneuse [12].

2.2.8 Soudage des tubes (voir spécification de soudage en APPENDICE)

Deux procédés de soudage ont été utilisés pour la réalisation de la soudure bout à bout qui se compose de trois passes. La première passe (passe de fond) est réalisée en utilisant le procédé de soudage TIG (Tungsten Inhert Gas) avec un métal d'apport de type DP8T (E 2209) selon AWS, les deux autres, appelés passes de bourrage, en utilisant le procédé de soudage à l'arc manuel avec électrodes enrobées, SMAW (Shielded Metal Arc Welding).

## 2.2.9 Composition chimique du métal d'apport AWS : E 2209:

Tableau. 2.3 : Composition chimique du métal d'apport E 2209.

Elément	С	Si	Mn	Ni	Mo	Cr	Р	S	Cu	N
Metal d'apport (Wt %) E2209	0.009	0.39	1.57	8.55	3.29	22.25	0.008	0.001	0.10	0.10

## 2.3 Description des procédés de soudage

## 2.3.1 Le procédé TIG

Le procédé TIG est généralement utilisé pour le soudage de tube et tôle de faible épaisseur (environ 7 mm max.) et le soudage à la racine (1<sup>ère</sup> passe) pour les matériaux de forte épaisseur, les autres passes sont réalisés avec des procédés assurant un taux de dépôt plus élevé comme le soudage à l'arc manuel, le soudage à l'arc sous protection gazeuse (MIG-MAG), le soudage à l'arc sous protection sous flux solide (SAW).

Le procédé TIG permet un meilleur contrôle de paramètres, le soudeur voit et est maître de la forme du bain de fusion ; il peut aussi agir le type de courant, la polarité, la fréquence, l'amplitude et la forme de l'impulsion, ce qui commande :

- le rapport profondeur sur la largeur du cordon
- facilité d'assurer une pénétration sur les chanfreins
- la réduction de la largeur de la zone affectée
- l'agitation du bain de fusion

Le procédé TIG assure une bonne qualité de la soudure avec des propriétés mécaniques les plus proches possible de celles du métal de base.

Durant le soudage TIG, peu de laitier peut se former ce qui réduit la naissance crevasses du laitier qui sont les sites d'initiation de la corrosion. Toutefois, il est impossible d'éliminer les étapes où le soudeur s'arrête pour se repositionner et reprend le soudage, à ces niveaux de soudure il y a eu une extension du cycle thermique et ces endroits deviennent plus fragiles et les plus exposés à la corrosion. [3, 6]



Figure. 2.1: Principe du soudage à l'arc électrique avec électrode non fusible TIG.

### 2.4 Opération de soudage

#### 2.4.1 Préparation des joints

- Chanfreinage des bords à souder : La forme et les dimensions du chanfrein dépendent principalement de l'épaisseur de la pièce à souder, dans notre cas, il s'agit des tubes de 7.11mm d'épaisseur. Pour souder de telles éprouvettes nous avons choisi un chanfrein en V dont les dimensions sont montrées sur la figure ci dessous.





Figure. 2.2 : Type de chanfrein de l'éprouvette.

### 2.4.2 Exécution du soudage

- Nettoyage des bords pour éliminer les graisses et les huiles qui pourraient être déposées suite aux différentes opérations d'usinage.

- Fixation des bords à souder par la réalisation de points de soudure sur un support métallique fixe

- Prévoir d'importants mouvements de la pièce, dus au retrait ou aux déformations

- Souder selon les paramètres de la spécification

## 2.5 Traitements thermiques

Nous avons effectué des traitements thermiques, de tubes soudés, à plusieurs températures de chauffage à savoir 800, 850, 900, 950, 1000, 1050, 1100, 1150 et 1200 °C.

On programme la montée de la température du four électrique avec une vitesse définie. Une fois la température de traitement voulue est atteinte, on introduit l'échantillon dans le four. Le traitement se fait pendant un temps de maintien d'une (01) heure, puis l'échantillon est extrait du four trempé dans l'eau.

## 2.6 Techniques de caractérisation du matériau

## 2.6.1 Caractérisation mécanique

## 2.6.1.1 Essais mécaniques

Les différents essais mécaniques réalisés pour caractériser les soudures sont :

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 sont faits avec une vitesse de déformation constante.

Du tube soudé non traité et de chaque, des 09 tubes traités on a prélevé des éprouvettes, qui ont été par la suite usinées pour obtenir des éprouvettes de traction normalisées selon la norme AFNOR NF A89-200 (voir figure 2.3). [14]

Les principales caractéristiques mesurées à partir de ces essais sont : la limite d'élasticité, la résistance à la traction et l'allongement.



Figure. 2.3 : Dimensions de l'éprouvette de traction selon Afnor NF A89-200.

#### 2- Essais de résilience Charpy

Ces essais ont été réalisés au laboratoire d'essais de BCL Beni méred, avec un mouton pendule classique.

On a réalisé des éprouvettes normalisées, selon NF A 03-161, avec des entailles, avec 55x10x5 mm de dimensions. L'usinage des entailles se fait aux niveaux de la zone fondue, la ZAT et le métal de base, respectivement comme le montre la voir figure 2.4.

Les entailles usinées dans les éprouvettes sont des entailles en V de 45° d'ouverture et de 2mm de profondeur.



Figure. 2.4 : a. schéma de l'éprouvette de résilience. b. zones de prélèvement d'éprouvettes.

Les mesures de microdureté sont faites sur un microduromètre au laboratoire de Métallurgie du CSC.

Ces essais ont été effectués en utilisant une charge de 200g selon trois profils différents comme le montre la figure 2.5. 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.



Figure. 2.5 : Schéma représentatif des profils des microduretés.

Comme il s'agit de la dureté Vickers, le pénétrateur est en forme de pyramide droite à base carrée, la valeur de la dureté consiste à mesurer les 2 diagonales de l'emprunte reliés à la charge appliquée par cette relation :

$$HV = \frac{F}{d^2}$$

Toutefois, le microduromètre dont nous disposons affiche directement la valeur de la microdureté après la lecture des deux diagonales

#### 2.6.2 Caractérisation métallographique

#### 2.6.2.1 - Microscope optique

La microscopie optique nous permet, après une préparation adéquate, l'observation de la structure métallurgique du matériau.

La surface de l'échantillon examiné au microscope doit subir, au préalable, plusieurs opérations de préparation. Le prélèvement doit se faire de manière à éviter toute déformation pouvant provoquer un écrouissage du matériau. Les différents échantillons prélevés sont enrobés à chaud (environ à 180 °C), puis polis aux différents papiers abrasifs du 80 au 1200. La dernière étape du polissage, la finition s'est faite sur du papier feutre

avec une pâte diamantée. Ces échantillons sont par la suite soigneusement nettoyés par ultrasons dans un bain d'acétone ; le but de cette opération est le nettoyage de la surface de l'échantillon de tout grain étranger pouvant perturber les observations au microscope. Deux solutions d'attaques chimiques métallographiques ont été utilisées dans le but de révéler les phases existantes dans les aciers inoxydables duplex avant et après traitement thermique :

- Une solution classique, *Glyceregia*,
- Une solution électrolytique, *l'hydroxyde de potassium KOH*, nécessitant la présence d'un potentiel électrique permettant la dissolution et la coloration inégale des composées et des phases présentes dans l'alliage. [15, 29].

Le tableau (2.4) présente les réactifs utilisés pour réaliser les deux solutions d'attaque.

Type de s	solution	Compositions et paramètres		
Classique	Glyceregia	10ml HNO <sub>3</sub>		
		20-50ml HcL		
		30ml glycerol		
Flootrolutions	KOH	Concentration 10 N		
Electrolytique	KUH	Tension 2 V		
		Temps 3 S		

Tableau. 3.4 : Réactifs d'attaques chimiques.

### 2.6.2.2 Microscope électronique à balayage

A l'aide de la microanalyse EDX couplée au MEB, il a été possible d'identifier les phases présentes dans notre matériau. Ainsi, la ferrite, l'austénite et la phase sigma, dans les 03 zones des soudures traitées thermiquement, (MB, ZAT et ZF) ont pu être identifiées. On a pu aussi analyser les faciès de rupture de quelques éprouvettes de résilience.

On peut décrire brièvement le microscope électronique à balayage en le décomposant en quatre parties principales : un dispositif électronique qui produit un faisceau focalisé sur l'échantillon, un système porte échantillon, un système de détection de divers signaux qui seront utilisés pour faire l'image et une électronique de visualisation de l'image [7].

L'échantillon est d'abord placé dans une enceinte sous vide primaire, il est ensuite irradié par un faisceau d'électrons accéléré sous une tension de 20 KV.

### 2.7 Méthodes d'analyses

### 2.7.1 Diffraction des rayons X

La diffraction des RX nous permet d'identifier les phases présentes à partir de leurs structures cristallographiques.

Principe :

Le principe de la méthode de diffraction des rayons X est de faire tourner un échantillon devant un faisceau de RX monochromatique afin de ramener les plans cristallographiques des petits cristaux composant le matériau en position de Bragg. Ainsi, successivement les plans réticulaires diffractent le rayonnement incident puis se traduit par des pics sur le diagramme de diffraction.

Loi de Bragg : 
$$\lambda = 2.d.\sin\theta$$
.

avec :

 $\lambda$ : Longueur d'onde du faisceau incident.

d : distance interréticulaire entre les plans diffractant de la famille considérée ;

 $2\theta$ : angle de déviation du faisceau incident.

L'intensité du faisceau diffracté varie donc selon l'orientation de l'échantillon pour un matériau texturé.



Figure. 2.6 : Principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg.

#### 2.7.2 Identification des constituants d'un matériau

Lorsque l'angle d'incidence  $\theta$  correspond à un angle de Bragg pour la longueur d'onde fixée on enregistre un pic de diffraction dont on mesure l'intensité.

Dans le cas d'un matériau polyphasé, les spectres des différentes phases sont superposés, avec des intensités respectives qui dépendent essentiellement des concentrations de chaque phase.

La superposition des spectres complique l'indexation des pics et l'identification des espèces. La connaissance d'une des phases en présence permet, après indexation de ses pics de diffraction, de les soustraire du spectre global pour déterminer plus facilement les autres phases. Une analyse chimique élémentaire préalable les erreurs possibles en restreignant le champ d'investigation aux espèces contenant les éléments identifiés.

### 2.8 Mesure du taux de ferrite :

Essentiellement il y a deux méthodes pour mesure la teneur en ferrite dans une soudure (zone fondue et métal de base), chacune d'elles a ses avantages et ses inconvénients. La première nécessite une préparation métallographique minutieuse, un polissage de finition à 1  $\mu$ m, suivi d'une attaque électrolytique, ce qui donne une nette différence de contraste entre les deux phases. Si on utilise une attaque électrolytique avec une solution à 40% KOH, la ferrite aura une couleur marron/orange, contre une couleur blanche pour l'austénite.

Dans ce cas, le taux de ferrite peut être mesuré, en utilisant une méthode métallographique qui consiste à mesurer la surface de la phase considérée et la rapporter à la surface totale de l'image à l'aide d'un système d'analyse d'images.

Cette méthode est efficace pour l'estimation du taux de ferrite dans le métal de base et la ZAT, mais elle n'est pas recommandée pour la zone fondue, étant donnée la complexité de la structure dans cette zone. L'avantage de cette méthode est qu'elle peut être appliquée à toutes les structures.

Dans notre étude c'est cette méthode qui a été utilisée, en utilisant un logiciel d'analyse d'image qui exploite la différence de contraste entre les deux phases. Il suffit d'attribuer une couleur à chaque phase et on mesure ainsi les taux de la ferrite.

La deuxième technique consiste à exploiter la différence entre les propriétés magnétiques des deux phases. La ferrite est ferromagnétique, par contre l'austénite ne l'est pas. La méthode utilise un aimant standard et une épaisseur de revêtement amagnétique sur un substrat en fer, avec des indices de ferrite attribués à diverses épaisseurs de revêtement comme étalons primaires [3, 8,13].

### CHAPITRE 3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS

#### 3.1 Observation métallographique

#### 3.1.1 Examen au microscope optique :

#### A/ Examen du métal de base :

Notre travail a été entamé par une observation microscopique de l'acier inoxydable duplex 2205 à son état de réception Cette observation a montré l'existence d'une structure en bande biphasique (ferrite et austénite); a cet état, aucune forme de précipité n'a été observé. La forme allongée des grains de ferrite et d'austénite est du au procédé de laminage à chaud lors de l'élaboration du matériau (figure 3.1).



Figure. 3.1: Micrographie du Métal de base (2205).

#### B/ Examen de l'échantillon soudé:

Lors des opérations de soudages des aciers inoxydables duplex, la structure se solidifie en mode ferritique, la transformation en austénite  $\gamma$  se poursuit à l'état solide. L'observation au microscope optique du métal fondu a montré la structure dendritique et aussi la présence de l'austénite sous forme Widmanstätten dans une matrice ferritique comme le montre la figure 3.2 La zone affectée thermiquement est constituée de deux zones : la zone de surchauffée et la zone recuite partiellement. La zone de surchauffée (adjacente à la zone fondue), est caractérisée par une faible densité de grains austénitiques (figure 3.3), comparée à la zone fondue et la ZAT partiellement recuite. Ceci est du au gradient thermique élevé enregistré dans cette zone lors de l'opération de soudage. La structure de l'acier dans cette zone a subit une transformation complète en ferrite au cours du chauffage, les grains d'austénite se sont reformés par la suite lors du refroidissement de l'échantillon [17].

La zone recuite partiellement (adjacente au métal de base), (figure 3.4) est caractérisée par une croissance remarquable de la taille des grains comparés au métal de base.



Figure. 3.2 : Micrographie de la zone fondue .



Figure. 3.3 : Microstructure de la ZAT Surchauffée.



Figure. 3.4 : Microstructure de la ZAT partiellement recuite.

#### 3.2 Effet des traitements thermiques sur l'évolution microstructurale

#### 3.2.1 Traitement thermique entre 800 et 1000 °C : Domaine de décomposition de la ferrite

Lors de ces traitements, il s'est produit un phénomène de précipitation. En effet, il y a eu apparition de précipités aux niveaux des interfaces ferrite/austénite comme le montre les figures (3.5, 3.6 et 3..7). Ces précipités ont été identifiés comme étant les carbures  $M_{23}C_6$  et principalement la phase intermétallique Sigma ( $\sigma$ ).

La germination de la phase sigma débute au niveau des interfaces ferrite / austénite et ferrite / ferrite et se propage à l'intérieur des grains ferritiques. Le mécanisme de cette transformation est la décomposition eutectoide de la ferrite selon la réaction suivante :

#### *Ferrite* $\rightarrow$ *austénite secondaire* + *phases intermétalliques* + *carbures et nitrures* [18]

Les transformations métallurgiques qui se produisent dans l'acier inoxydable austénoferritique 2205 suites aux traitements de vieillissement à des températures inférieures à 1000°C sont attribuées à la décomposition de la ferrite  $\delta$  dans la phase sigma  $\sigma$  riche en Chrome et Molybdène et l'épuisement du Cr (déchromisation) et du Mo de la phase austénitique  $\gamma$  [19].

Les interfaces  $\delta/\gamma$  sont connues comme les sites de nucléation préférentiels pour la précipitation hétérogène de la phase Sigma [20,21].

Ces transformations structurales ont été observées pour le métal de base, la ZAT et la zone fondue. Le plus grand taux de précipités et principalement de la phase sigma est observé après traitement à 850°C pendant 01 heure.

Le phénomène de précipitation diminue en augmentant la température du traitement de vieillissement jusqu'à disparition complète des précipités (température >1000°C).



Figure. 3.5 : Micrographie du métal de base à 850 °C. Attaque électrolytique KOH.



Figure. 3.6 : Micrographie de la ZAT à 850 °C. Figure. 3.7 : Micrographie de la zone Fondue à 850 °C.







Figure. 3.8 : Diffractogrammes obtenus d'échantillons de métal de base non traité, traité à 800 et 1200°C pendant 01 heure







Figure. 3.9 : Diffractogrammes obtenus des soudures (ZF) : non traitée, traitée à 800 et1200°C pendant01 heure

Les diffractogrammes des figures 3.8 et 3.9 confirment bien les résultas obtenus, à savoir :

Pour le métal de base non traité, seulement les pics des phases ferritiques et austénitiques ont été détectés (figure 3.8a), le même résultat est obtenu pour le cas de la soudure non traitée (figure 3.9a). A cet état, on remarque que l'intensité du pic de la phase  $\gamma$  (111) est plus faible que celui de la phase  $\alpha$  (110).

Après traitement à 800°C, on a détecté les pics des précipités ( $M_{23}C_6$ ) et les composés intermétalliques (phase  $\sigma$ ) qui se sont formés lors des traitements thermiques entre 800 et 900 °C, suite à la décomposition de la ferrite, d'où l'intensité des pics de l'austénite qui devient supérieure à celle de la ferrite. (Figures 3.8 b et 3.9 b).

L'équilibre entre les phases  $\alpha$  et  $\gamma$  évolue en fonction de la température de traitement. Les figures 3.8c et 3.9c, montrent que l'intensité du pic de la phase  $\alpha$  (110) augmente significativement relativement au pic de la phase  $\gamma$  (111).

#### Microanalyses ponctuelles

Des microanalyses par EDX ont permis de déterminer les concentrations en éléments de chaque phase, la ferrite, l'austénite et la phase intermétallique sigma ( $\delta$ , $\gamma$  et  $\sigma$ ) dans les différentes zones de la soudure (MB, ZAT et ZF) traitées à différentes températures d'hypertrempe.



Figure 3.10 : Micrographie MEB du Métal de Base. T=800°C pendant 01 heure.

Tableau. 3.1 Composition chimique de la ferrite, de l'austénite et de la phase sigma.Soudure traitée à 800°C pendant 60min

	Elément	Fe	Cr	Mo	Ni	Mn	Si
	Ferrite <b>δ</b>	63.44	25.95	4.02	4.7	1.27	0.62
MB	Austénite y	64.9	21.82	2.82	8.05	1.89	0.52
	Sigma σ	57.12	29.57	6.82	4.53	1.23	0.73
	Ferrite <b>δ</b>	65.67	26.22	2.87	4.6		0.64
ZAT	Austénite y	64.37	23.77	3.57	6.02	1.82	0.46
	Sigma σ	57.93	27.69	6.97	5.24	1.38	0.78
	Ferrite <b>δ</b>	64.69	21.27	3.31	8.74	1.04	1.31
ZF	Austénite y	64.28	20.82	2.41	9.84	1.7	0.97
	Sigma σ	61.02	26.43	4.06	5.58	1.3	1.6

Les résultats du tableau montrent bien que le Cr, Mo et Si (éléments alphagènes) sont des éléments présents à forte teneur dans la ferrite et la phase sigma, et que les grandes

concentration de Ni et Mn (éléments gammagènes) sont présents dans la phase austénitique.



Figure. 3.11 : Micrographie MEB de la ZF à 850°C.

La figure 3.11 montre la structure de la soudure traitée à 850°C. On constate bien qu'un considérable taux de ferrite s'est transformé en composé intermétallique sigma.

### 3.2.2 Traitement de mise en solution 1050-1200 : Domaine d'équilibre des phases $\delta/\gamma$

Les figures (3.12 et 3.13) montrent les structures de la ZAT et la ZF de la soudure traité à 1050°C pendant 01 heure.

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.



Figure. 3.12 : Micrographie de la ZAT à 1050 °C pendant 01 heure.



Figure. 3.13 : Micrographie de la ZF à 1050 °C pendant 01 heure.

A cette température il est difficile de distinguer la différence de structures dans la ZAT, entre la zone surchauffée et la zone partiellement recuite, en raison de la coalescence de la taille des grains.

Les micrographies de l'échantillon traité à 1200°C, (figure 3.14 et 3.15) montrent une augmentation importante de la taille du grain ferritique par rapport au grain austénitique.

On constate aussi, un changement de la morphologie des deux phases, la ferrite et l'austénite, vers une structure à forme cellulaire.



Figure. 3.14 : Micrographie du Métal de base à 1200 °C pendant 01 heure.



Figure. 3.15: Micrographie de la zone fondue à 1200 °C Cpendant 01

### 3.3 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 (figure 3.16), permet d'évaluer la proportion de la ferrite et de l'austénite, en attribuant des couleurs différentes à chacune d'elles, l'austénite en jaune et la ferrite en gris clair.

L'analyse des micrographies relatives aux échantillons traités montre une augmentation proportionnelle du taux de ferrite avec l'élévation de la température de mise en solution comme le montre la figure (3.17).

La figure (3.17) montre aussi que le taux de ferrite est plus grand dans la zone affectée thermiquement et la zone fondue par rapport au métal de base, ce qui est explicable pour 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.



Figure. 3.16 : Proportions des phases. (a), (b), Echantillons traités respectivement à 1050°C, et 1200°C pendant 01 heure.



Figure. 3.17 : Evolution de la teneur en ferrite en fonction de la température.

### 3.4 Evaluation du Taux de précipités (Taux de la phase Sigma)

La figure (3.18) montre l'évolution des précipités en fonction de la température de traitement thermiques, dans la zone fondue, la zone affectée thermiquement et le métal de base.

On constate bien, qu'en augmentant la température il y a redissolution des précipités jusqu'à leur disparition complète à la température de 1050 °C.



Figure. 3.18 : Evolution du taux de précipités en fonction de la température, durée du traitement 01 heure.

### 3.5. Caractérisation mécanique

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.

#### 3.5.1. Essais de traction :

Le graphe de la figure (3.19) montre la variation des propriétés mécaniques, à savoir la résistance à la traction Rm et l'allongement A% en fonction de la température de traitement thermique.



Figure. 3.19 : Evolution de Rm et A% en fonction de la température de traitement thermique.

Les variations enregistrées dans les propriétés mécaniques sont dues aux transformations structurales complexes produites lors des différents traitements thermiques.

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

Le traitement de 800 et 850°C pendant 60 minutes 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, on engendre une augmentation de l'allongement 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.

De ces remarques, on constate que la meilleure combinaison entre Rm et A% a été obtenue

après le traitement thermique à 1050°C.

L'augmentation du taux de ferrite dans l'acier duplex qui en résulte après les traitements de 1050 à 1200°C a causé une chute, comme le montre la figure 3.19, de la résistance et de l'allongement.

### 3.5.2 Microdureté

La figure (3.20) 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 [30].



Figure. 3.20 : Evolution de la microdureté en fonction de la

La différence entre les valeurs enregistrées à travers les différentes zones de la soudure peut être expliquée du fait de l'hétérogénoité structurale constituant le matériau. La figure (3.20) 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.

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. 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 figure 3.21 montre l'évolution de la microdureté en fonction de la température dans la zone affectée thermiquement, la zone fondue et le métal de base.

Le graphe montre clairement que les plus grandes valeurs de microdureté sont obtenues après les traitements thermiques entre 800 et 950°C. Cela est du 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  $\sigma$  qui sont des éléments durs provoque l'accroissement de la microdureté. En plus, la plus grande valeur de microdureté est obtenue à 850°C, car la réaction de décomposition de la ferrite  $\delta$  à cette température est rapide. Entre 950 et 1050, on note une certaine stabilité de la courbe à des valeurs assez élevées de la microdureté.

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

La figure montre également que la microdureté augmente après le traitement thermique à 1200°C, ceci est attribué au fait que le taux de ferrite a considérablement augmenté à cette température.



Figure. 3.21 : Evolution de la microdureté en fonction de la température.

La ténacité du matériau a été fortement affectée par la formation des phases et des composés intermétalliques, à savoir la phase de sigma  $\sigma$  et les carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, plus particulièrement la phase  $\sigma$  qui est connue pour son effet particulièrement le plus nocif sur la résilience [22, 28]

Comme le montre la courbe de la figure 3.22, la résilience diminue avec la température de vieillissement, dans l'intervalle de 800 à 950 °C.

La résilience croit 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 de volumique de la ferrite après traitement à cette température.



Figure. 3.22 : Effet des traitements thermique sur l'essai de résilience (Charpy V).

#### 3.6 Analyse des faciès de rupture par MEB

L'utilisation de la microscopie électronique à balayage nous a permis d'effectuer des observations sur des faciès de rupture de quelques éprouvettes de résilience.

Les figures 3.23 et 3.24 représentants des micrographies par MEB montrent les fractographies de la ZAT après traitement de 850 et 1050°C.



Figure. 3.23 : Fractographie MEB de la ZAT à 850°C pendant 01 heure.



Figure. 3.24 : Fractographie MEB de la ZAT à 1050°C pendant 01 heure.

La figure 3.23 montre un mode de rupture fragile, caractérisé par une fractographie à clivage où il y a présence de stries, alors que pour le cas de la figure 3.24, on constate un mode de rupture ductile, caractérisé par une fractographie à cupules, ou bien phénomène d'arrachement de matière [26,27].

### CONCLUSION

Par une étude bibliographique, nous avons mis en évidence certaines informations disponibles sur le comportement structural et mécanique des aciers inoxydables austéno-ferritiques, leur évolution suite à une opération de soudage et en fonction de la température lors de traitements thermiques.

Nous avons alors étudié expérimentalement l'effet du cycle thermique de soudage sur la microstructure de l'acier inoxydable duplex 2205.

Une fois les soudures réalisées et caractérisées, une série de traitements thermiques allons de 800 jusqu'à 1200°C avec un pas de 50°C ont été réalisés sur des échantillons de soudure de notre acier 2205.

Les résultats obtenus peuvent nous mener à considérer certaines conclusions qui sont les suivantes :

- Lors du soudage de l'acier inoxydable duplex, plusieurs transformations de phases se produisent ; la structure solidifiée en mode ferritique peut être classée en «structure duplex normal » et «structure duplex vermiculaire dans laquelle la ferrite prend une morphologie en lattes.
- L'équilibre des phases  $\delta/\gamma$  de l'acier inoxydable duplex 2205 a été considérablement affecté suite à l'opération de soudage.
- L'introduction du traitement thermique a modifié la structure des soudures réalisées. En effet, pour des températures inférieures à 1000 °C, la structure est caractérisée par la présence d'un composé intermétallique à savoir la phase sigma, qui est une phase dure et très riche en chrome, et aussi des carbures de chrome de type M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Ces transformations se sont produites suite à la décomposition de la ferrite et la précipitation prend naissance aux interfaces ferrite/ferrite et ferrite/austénite.

Ces observations ont été enregistrées au niveau de la ZAT et la zone fondue et le métal de base.

- L'estimation du taux de précipitation par une méthode métallographique, a montré qu'il diminuait en augmentant la température de traitement, jusqu'à complète disparition de précipités (température >1000°C).
- La teneur en ferrite dans la soudure de l'acier 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 par rapport à la zone fondue et le métal de base et ce après chaque traitement de mise en solution. Ceci étant du au fait que la ZAT est une région qui a déjà subi des transformations structurales suite au cycle thermique de soudage.
- 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.
- 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 supérieurs 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.
- Une perte remarquable de la résilience est enregistrée lors des traitements thermiques entre 800 et 950°C. Ceci est du à l'effet fragilisant de la phase intermétallique σ et des carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> qui se forment dans cet intervalle de températures.
- La température optimale pour rétablir l'équilibre des phases  $\delta/\gamma$ , suite à une opération de soudage, dans l'acier inoxydable duplex 2205 est comprise entre 1050 et 1100°C.

## **APPENDICE A**

## LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

S	: surface
Е	: énergie de soudage
Ι	: intensité du courant de soudage
U	: tension du courant de soudage
V	: vitesse de soudage
HV	: dureté Vickers
R <sub>0.2</sub>	: limite élastique
R <sub>m</sub>	: résistance à la traction
А	: allongement
ZAT	: zone affectée thermiquement
ZF	: zone fondue
MB	: métal de base
t	: temps
$\Delta m$	: masse de métal corrodé
α	: ferrite
γ	: austénite
σ	: phase intermétallique sigma.
λ	: longueur d'onde
θ	: angle de déviation du faisceau

## **APPENDICE B**

	MEMOIR UNIVER	E DE MAGISTER SITE DE BLIDA
CSC	Welding Specification Specification de soudage WPS No	DATE :
	W	Velding of stainless steels
		Soudage d'aciers inox
	CSC	Joint preparation : Conception du joint:
Welding process         Procédé(s) de soudag         Base Metal         Métal de base : Duple         Type         Nuance         2205 (UNS S3180)         Other:       E         Autres :	(es) e       GTAW         ex stainless steel       Δ         Φ (mm)       Th /Ep (mm)         03)       170         03)       170         Quivalent Type Material Nuance équivalente	$\begin{array}{c} \alpha \\ \hline \\$
		tout excès d'oxyde, rouille, graisse ou peinture.
Filler metal : Métal d'apport :		Shielding Gas: Gas de protection:
Layer/passe Class/Type Φ (mm)	Root/pén.Fill/BourCap/Fin.ER 2209E 2209E 22092.43.23.2	Comp.Flow Rate:Comp.Ar. 99.99%Debit: (l/min)12
		Backing gas Comp.Protection envers comp.Ar. 99.99%
Flux: AWS Class Flux : classe AWS Other: Autres:		Backing Flow Rate : Debit envers: (l/min)25Other: Autres:

### **APPENDICE B**

#### PROJET MAGISTER т

		UNIVERSITE DE BLIDA							
CSO	Welding Specificat	Specification ion de soudage	WPS No : 001	No :					
	<b>REV.</b> :			DATE :					
Welding Positi Position de Soud Layer/passe	ion: age: Root / Pén. 1 <sup>ere</sup> passe	<b>Fill</b> / Bour 2 <sup>eme</sup> passe	<b>Cap</b> / Fin. 3 <sup>eme</sup> passe	Preheat / préchauffage Preheat temp. Min : Préchauffage	1200 C				
Rot./ou Fix. Prog./Prog.	Fix Up Hill/Mont.	Fix Up Hill/Mont.	Fix Up Hill/Mont.	Inter passe temp.Max : Température interpasse	120° C				
Fixation direction	on:								
Other: Autres									
Electrical chan Technique d'exé	cacteristics & cution du joint et	Welding Techr caractéristiques	nique : électriques						

Layers / Passes	Root / pénétration	Fill / Bourrage	Cap / Finition
Welding Process / procédé de sondage	GTAW	SMAW	SMAW
Current & polarity / courant & polarité	(-)	(-)	(-)
Filer métal / métal d'apport	ER 2209	E 2209	E 2209
$\Phi$ Electrode / Electrode (mm)	2.5	3.2	3.2
Amp.Range / Gamme d'intensités (A)	100-135	80 -110	80 - 110
Gas / Gaz	Ar	Ar	Ar
Folw Rate / Débit (l/min)	10 - 20	10 - 20	10 - 20

The number of passes in filling and cap depends on the thickness to be welded Le nombre de passes en bourrage et finition dépend de l'épaisseur à souder.

**In filling and cap, passes can be done by juxtaposed beads.** En bourrage et finition, les passes peuvent être faites par cordons juxtaposés.

Other :

SULPRET IT LECTION

Autres :

#### REFERENCES

- 1. Colombié, M. "Aciers inoxydables"; Technique de l'ingénieur, Traité Métallurgie, (M 320,1-M 320,1-20), et (M320-1-M320-14).
- 2. Lacombe, P., Baroux, B. et Beranger G., "Les aciers inoxydables" Les éditions de physique, France, (1990).
- 3. Gunn, R. N. "Duplex Stainless Steels. Microstructure, properties and applications"; Abington Publishing; Cambridge England, (2003)
- 4. Rapport technique CETIM. "Soudage des tuyauteries en acier austénitique", Institut de Soudure, (Mai 1997).
- 5. Van Nassau, L., Meelker, H. et Hilkes, J., "Le soudage des aciers inoxydables duplex et superduplex", Souder, n° 4 ; (Juillet 1994). 35 50
- 6. R. Wiktorowicz, J. Crouch. "Shielding gas developments for TIG welding of duplex"
- 7. Martin, J. L. et George, A., "Caractérisation expérimentale des matériaux II", Traité des Matériaux, (1998).
- Kotrcki, M. D.; "Mesure et contrôle de la ferrite dans les soudures en acier inoxydable duplex"; Souder; n°5; (septembre 1992). 15 – 21.
- 9. Bonnefois, B.et Charles, J., "Evolutions dans la mise en œuvre des aciers inoxydables austéno-ferritiques", Soudage et techniques connexes, (Juillet-Août 1997). 40 45.
- 10. Norme ASTM A 790/A–99. "Standard specification for seamless and weld ferritic/austenitic steel pipe". (1999). 1 6.
- 11. Moiron, J. L., Bonnefois, B. et Cunat, P. J., "Souder les aciers inoxydables", OTUA, SIRPE Paris. (2000)
- 12. Rouilly, G., "Influence de la nature et de la qualité de la protection envers sur la sensibilité à la corrosion en soudage TIG des aciers inoxydables"; Soudage et techniques connexes ; (novembre-décembre 2000). 3 9
- 13. Rabensteiner, G., "Le point sur la mesure de ferrite" ; Soudage et techniques connexes, (Janvier- Fevrier 1996). 11 16
- 14. Norme AFNOR, "Soudage et Techniques Connexes", Qualification de procédures de soudage, (1994).
- 15. Chen, T. H.and Yang, J. R.; "Effects of solution treatment and continuous cooling on  $\sigma$  phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel"; Materials science and engineering. A311; (2001). 28 41.
- Capello, E., Chiarello P., Previtali, B. and M. Vedani. "Laser welding and surface treatment of a 22Cr- 5Ni-3Mo duplex stainless steel", Materials Science and Engineering A351, (2003). 334-343.
- 17. 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.
- 18. Kobayashi, D.Y. and Wolynec, S., "Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steel", Materials Research, 4, (1999) 239-247.
- 19. Gregori, A and Nilson, J.O., "Decomposition of ferrite in commercial super duplex stainless steel weld metals; Microstructural transformation above 700°C", Metallurgical Transactions, 33A, (2002) 1009-1018.
- 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 2005 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  $\delta/\gamma$  interface boundary and growth of austenite" Journal of Alloys Compounds, 285, (1999). 156-161
- 22. 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,
- 23. Aubin, V. "Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxiale non proportionnel". Thèse de Doctorat en Mécanique. Université des Sciences et Technologies de Lille. (Novembre 2001).
- 24. Multhupandi, V., Bala Srinivasan P., Seshadri, S.K, and Sundaresan, S. "Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds", Materials Science and Engineering, A00, (2003). 1 8.
- 25. 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.
- 26. Philbert, J., Vignes, A., Brechet, Y., et Combarde, P., "Métallurgie du minerai au matériau", Edition Masson, Paris. (1998).

- 27. Tavares, S.S.M., Terra, V.F., Pardal, J.M., Cindra Fonseca, M..P., "Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steel UNS S31803", Journal of materials science, 40, (2005) 145 154
- 28. Unnikrishnan, K. and Mallik, A.K., "Aging behaviour of a duplex stainless steel", Materials Science and Engineering, 95, (1987). 259 265.
- 29. Nakade, K., "Sigma phase precipitation and its influence on hydrogen induced cracking of duplex stainless steel base metal and weld metal", Welding in the World, Vol. 47,  $n^{\circ}$  9/10, (2003). 9 – 20.
- Badji R., Belkessa B., Maza H., Bouabdallah M., Bacroix B. and Kahloun C., "Effect of post weld heat treatment on microstructure and mechanical properties of welded 2205 duplex stainless steel", Material Sciences Forum, Vols 467-470, (2004). 217 -222.