

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Génie Mécanique  
Ref :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الهندسة الميكانيكية  
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention  
Du diplôme de  
**Doctorat en : Métallurgie**

**Spécialité (Option) : Métallurgie**

# **Soudage à l'état solide de deux aciers non semblables**

Présentée par :  
**BAGHDADI Lamia**

Soutenue publiquement le / /2023

**Devant le jury composé de :**

Pr. BENTRAH Hamza	Professeur	Président	Université de Mohamed Khider - Biskra
Pr. BOUMERZOUG Zakaria	Professeur	Directeur de thèse	Université de Mohamed Khider - Biskra
Dr. HELAL Yazid	MCA	Examineur	Université de Kasdi Merbah de Ouargla
Dr. RAOUACHE Elhadj	MCA	Examineur	Université de Mohamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arréridj.

# Remerciements

Louange à notre Seigneur « ALLAH », qui nous a dotés de la merveilleuse faculté de raisonnement. Louange à notre Créateur qui nous a incités à acquérir le savoir.

Je remercie vivement mon encadreur, professeur Boumerzoug Zakaria qui m'a proposé ce thème de recherche et aussi sa disponibilité durant toute ces années de recherche.

Je remercie le président de jury Mr. Bentrah Hamza, Professeur à l'université de Biskra, qui a accepté de présider mon jury de soutenance.

Je remercie Mr. Helal Yazid, maitre de conférences à l'université de Ouargla, et Mr. Raouache Elhadj, Maitre de conférences à l'université de Bordj Bou Arréridj, qui ont accepté d'examiner ce modeste travail de recherche et d'avoir accepté la participation au jury de soutenance.

Je remercie le personnel du laboratoire de métallurgie de département de génie mécanique.

Mes remerciements s'adressent également à toutes les personnes qui ont collaboré à la réalisation de ce travail. En particulier :

-Dr. Helal Yazid pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour son encouragement et sa disponibilité.

- Dr. Melik Wafa, Maroua Chettah, Walid Bezziou, et Walid Bedjaoui pour leur aides et leur support.

- mon oncle Abdelkader et tante Baya pour leur soutien, et leurs encouragements.

Je remercie mes parents qui m'ont toujours donné les moyens de réussir ce que j'entreprenais ; qui m'ont toujours soutenu et aidé et que je ne remercierai jamais assez.

# Dédicaces

*Je dédie ce travail de recherche à ma mère qui m'a épaulé  
tout le long de ma vie, qui a été un modèle*

*Je dédie aussi ce travail à ma soeur, Noor Al-Yaqin, que Dieu  
ait pitié d'elle*

*Je dédie aussi ce travail de recherche à mon père*

*et à mes frères et sœurs et à mon oncle Abdelkader et tante  
Baya et à mon frère Hasni et à tous les membres de ma famille  
pour leur soutien moral*

*A mes amis et tous ceux qui me sont chers.*

## Résumé

L'objectif principal de cette thèse était l'étude du temps de soudage par diffusion à l'état solide de deux aciers dissimilaires : un acier a bas carbone (X70) et un acier inoxydable duplex. Pour aboutir à notre objectif, on a utilisé plusieurs techniques de caractérisation comme la microscopie optique, la micro-dureté Vickers, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X et l'EBSD. Les deux aciers ont été soudés avec succès et on a pu mettre en évidence toutes les évolutions microstructurales et mécaniques dans le joint soudé.

## Abstract

The main objective of this thesis was the study of the diffusion welding time in the solid state of two dissimilar steels: a low carbon steel (X70) and a duplex stainless steel. To achieve our objective, we used several characterization techniques such as optical microscopy, Vickers microhardness, scanning electron microscopy, X-ray diffraction and EBSD. The two steels were successfully welded and it was possible to highlight all the microstructural and mechanical evolutions in the welded joint.

## ملخص

كان الهدف الرئيسي من هذه الأطروحة هو دراسة وقت اللحام بالانتشار في الحالة الصلبة لأنواع من الفولاذ: فولاذ منخفض الكربون (X70) و فولاذ مزدوج غير قابل للصدأ. لتحقيق هدفنا ، استخدمنا العديد من تقنيات التوصيف مثل الفحص المجهرى البصري ، والصلابة الدقيقة فيكرز ، والفحص المجهرى الإلكتروني ، وحيود الأشعة السينية ، و EBSD. تم لحام الفولاذين بنجاح و تسليط الضوء على جميع التطورات الهيكلية والميكانيكية في الوصلة الملحومة.



# **Table des matières**

# Table des matières

## Résumé

Table de matière

Liste des Figures

Liste des Tableaux

## Introduction Générale 1

### Chapitre. I Propriétés et Caractéristiques de l'aciers X70 et de l'acier Inoxydable Duplex

	Introduction.....	4
<b>I.1.1</b>	Diagramme Fer-Carbone.....	4
	- La structure cristalline du Fer.....	5
<b>I.1.2</b>	Généralités sur l'acier X70.....	6
<b>I.1.3</b>	Désignation de la série API 5LX.....	8
<b>I.1.4</b>	L'acier X70.....	8
<b>I.1.5</b>	Propriétés métallurgiques (Composition chimique).....	9
<b>I.1.6</b>	Propriétés mécaniques.....	9
<b>I.2.1</b>	Généralité sur l'acier inoxydable duplex.....	11
<b>I.2.2</b>	Définition.....	12
<b>I.2.3</b>	Les types des aciers inoxydables duplex.....	13
<b>I.2.4</b>	Composition chimique .....	13
<b>I.2.4.1</b>	Rôle des éléments d'alliage sur l'acier inoxydable duplex .....	14
<b>I.2.5</b>	Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex.....	17
<b>I.2.6</b>	Transformation de phases dans les aciers inoxydables duplex.....	18
<b>I.2.6.a</b>	Transformations à température supérieures à 1050°C.....	18
<b>I.2.6.b</b>	Transformations à température entre 600- 1050°C et en dessous de 600°C.....	18

	La phase sigma ( $\sigma$ ).....	20
	La phase Chi ( $\chi$ ).....	21
	L'austénite secondaire ( $\gamma_2$ ) .....	21
	Les carbures .....	22
	Les nitrures .....	23
	La phase $\alpha'$ .....	24
<b>I.2.7</b>	Soudabilité et mise en œuvre des duplex .....	25
<b>I.2.8</b>	Les contraintes d'utilisation des aciers inoxydables duplex .....	25
<b>I.2.9</b>	Les applications industrielles des aciers inoxydables duplex .....	26
	<b>Références Bibliographiques</b> .....	<b>28</b>

## **Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires**

	Introduction .....	34
<b>II.1</b>	Les procédés de soudage des métaux dissimilaires .....	34
<b>II.2</b>	Définition de soudage.....	36
<b>II.3</b>	Classification des procédés de soudage.....	36
<b>II.3.1</b>	Soudage par pression .....	37
<b>II.3.1.1</b>	Soudage par résistance.....	37
<b>II.3.1.2</b>	Soudage par friction.....	38
<b>II.3.2</b>	Soudage par fusion.....	38
<b>II.3.2.1</b>	Soudage par laser.....	39
<b>II.3.2.2</b>	Soudage à l'arc.....	39
<b>II.4</b>	Procédé de soudage par diffusion à l'état solide .....	41
<b>II.4.1</b>	Généralités .....	41
<b>II.4.2</b>	Principe de soudage par diffusion .....	42
<b>II.4.3</b>	Les paramètres de soudage par diffusion .....	42

<b>II.4.4</b>	Formation des intermétalliques .....	<b>43</b>
<b>II.4.5</b>	lois de diffusion .....	<b>43</b>
<b>II.4.6</b>	Applications.....	<b>44</b>
<b>II.4.7</b>	Quelques avantages du soudage par diffusion.....	<b>45</b>
<b>II.4.8</b>	Les limites de soudage par diffusion.....	<b>46</b>
<b>II.5</b>	Métaux dissimilaires soudés par diffusion à l'état solide.....	<b>47</b>
<b>II.5.1</b>	Paramètres de soudage par diffusion pour des couples métalliques différents.....	<b>47</b>
<b>II.5.2</b>	Quelques exemples de travaux de recherche sur le soudage par diffusion des métaux dissimilaires.....	<b>48</b>
<b>II.5.2.1</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de l'aluminium avec le cuivre.....	<b>48</b>
<b>II.5.2.2</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de couples Fe/ Cu et Cu/Ag et Al/Cu et Al/Ni.....	<b>48</b>
<b>II.5.2.3</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de titane avec l'alliage d'aluminium AA 7075.....	<b>49</b>
<b>II.5.2.4</b>	Soudage par diffusion à l'état solide d'aciers inoxydables avec le titane.....	<b>50</b>
<b>II.5.3</b>	Quelques exemples de soudage par diffusion des aciers dissimilaires.....	<b>51</b>
<b>II.5.3.1</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier XM19 à l'acier 316L.....	<b>51</b>
<b>II.5.3.2</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier au carbone moyen à l'acier inoxydable duplex.....	<b>51</b>
<b>II.5.3.3</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier AISI 304L à l'acier à faible teneur en carbone.....	<b>54</b>
<b>II.5.3.4</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de deux couples d'aciers.....	<b>54</b>
<b>II.5.3.5</b>	Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier inoxydable duplex SAE 2205 à l'acier	



à teneur moyenne en carbone AISI 1035.....	55
<b>Références Bibliographiques .....</b>	<b>57</b>

### **Chapitre. III Matériaux et Méthodes Expérimentales**

Introduction .....	63
<b>III.1</b> Matériaux étudiés .....	<b>63</b>
<b>III.2</b> Procédé de soudage.....	<b>63</b>
<b>III.3</b> Préparation métallographique .....	<b>65</b>
<b>III.4</b> Techniques de caractérisation .....	<b>65</b>
<b>III.4.1</b> Microscopie optique.....	<b>65</b>
<b>III.4.2</b> Micro dureté Vickers .....	<b>66</b>
<b>III.4.3</b> Diffraction des rayons X .....	<b>67</b>
<b>III.4.4</b> Microscopie électronique à balayage MEB .....	<b>69</b>
<b>III.4.5</b> La diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD) .....	<b>72</b>
<b>III.4.5.1</b> Définition et principe .....	<b>72</b>
<b>III.4.5.2</b> Représentation d'une orientation cristalline .....	<b>73</b>
<b>III.4.5.3</b> Diffraction des électrons rétrodiffusés .....	<b>74</b>
<b>III.4.5.4</b> L'acquisition et l'exploitation des données EBSD .....	<b>75</b>
<b>III.4.5.5</b> Données expérimentales de l'analyse EBSD.....	<b>76</b>
<b>Références Bibliographiques.....</b>	<b>78</b>

### **Chapitre. IV Résultats et interprétation**

Introduction .....	81
<b>IV.1</b> Métaux de bases .....	<b>81</b>
<b>IV.1.1</b> Observation microscopique.....	<b>81</b>
<b>IV.2.2</b> Diffraction des rayons X .....	<b>82</b>
<b>IV.2</b> Etude du joint soudé.....	<b>84</b>

<b>IV.2.1</b>	Evolution microstructurale.....	<b>84</b>
<b>IV.2.1.1</b>	Microscopie optique des joints soudés .....	<b>84</b>
<b>IV.2.1.2</b>	Microscopie électronique à balayage des joints soudés (MEB).....	<b>86</b>
	Autres observation .....	<b>88</b>
<b>IV.2.2</b>	Analyse spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) .....	<b>91</b>
<b>IV.2.3</b>	Coefficients de diffusion .....	<b>94</b>
	Calcul .....	<b>95</b>
<b>IV.2.4</b>	Microdureté Vickers .....	<b>100</b>
<b>IV.2.5</b>	Diffraction des Rayons X.....	<b>101</b>
<b>IV.2.6</b>	Analyse de la microstructure locale .....	<b>104</b>
	<b>Références Bibliographiques.....</b>	<b>108</b>
	<b>Conclusion générale .....</b>	<b>114</b>



**Liste des tableaux**

# Liste des Tableaux

---

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b>	Propriétés mécaniques des aciers pour tubes selon la norme API .....	7
<b>Tableau I.2</b>	Caractéristiques mécanique de l’X70 selon l’API5L.....	9
<b>Tableau I.3</b>	Les différentes phases possibles dans l’acier inoxydable duplex .....	19
<b>Tableau II.1</b>	Quelques couples des métaux dissimilaires soudés par diffusion à l'état solide	47
<b>Tableau II.2</b>	Les paramètres de soudage des couples métalliques.....	49
<b>Tableau III.3</b>	Composition chimique nominale (% en poids) de l'acier X70 et de l'acier inoxydable duplex.....	64
<b>Tableau VI. 1</b>	Les valeurs d'analyse EDS à travers l'interface de l'acier inoxydable duplex à joint dissemblable avec l'acier X70, joint par un processus de soudage par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant 45 min, 120 min et 1200 min.....	91
<b>Tableau VI. 2</b>	Les différentes concentrations élémentaires et la distance $x = 30 \mu\text{m}$ de l'interface liée DSS à l'acier X70, soudés par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant différent temps 45 min, 120 min, 300 min, 1200 min.....	95
<b>Tableau VI. 3</b>	Valeurs des coefficients de diffusion de Cr, Ni et Fe dans le DSS soudé à l'acier X70 pendant différent temps de soudage 45 min, 120 min, 300 min et 1200 min.....	99



**Liste des Figures**

# Liste des Figures

---

## Liste des Figures

<b>Figure I.1</b>	Diagramme de phase fer-carbone .....	<b>4</b>
<b>Figure I.2</b>	Transformation allotropique du Fer.....	<b>5</b>
<b>Figure I.3</b>	Microstructure de la perlite. Observation par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage.....	<b>5</b>
<b>Figure I.4</b>	Microstructure de l'acier API X70.....	<b>8</b>
<b>Figure I.5</b>	Arbres de roue secteur travaux publics, composants d'injection secteur automobile, arbre à cames.....	<b>10</b>
<b>Figure I.6</b>	Composants de transmission forgés à froid pour le secteur automobile.....	<b>10</b>
<b>Figure I.7</b>	Pipeline en acier X70 .....	<b>10</b>
<b>Figure I.8</b>	Micrographie optique d'un acier inoxydable duplex typique en coupe longitudinale.....	<b>12</b>
<b>Figure I.9</b>	Ajout de nickel à l'acier inoxydable.....	<b>14</b>
<b>Figure I.10</b>	Diagramme de Schaeffler.....	<b>15</b>
<b>Figure I.11</b>	Addition du nickel à l'acier inoxydable.....	<b>16</b>
<b>Figure I.12</b>	Courbe de contrainte-déformation pour certains aciers inoxydables.....	<b>17</b>
<b>Figure I.13</b>	Précipitations possibles dans les aciers inoxydables duplex.....	<b>19</b>
<b>Figure I.14</b>	(a) Structure quadratique de la phase sigma avec $a = 8.970 \text{ \AA}$ et $c = 4.558 \text{ \AA}$ . (b) Description de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface $\gamma/\alpha$ et sa croissance à l'intérieur de la ferrite.....	<b>20</b>
<b>Figure I.15</b>	Diagramme de phase pseudo-binaire Cr-Ni à l'équilibre, issu d'une coupe du diagramme de phase ternaire Fe-Cr-Ni à 70 % massique de fer.....	<b>21</b>
<b>Figure I.16</b>	(a) Image TEM de la phase $\chi$ du DSS 2205 vieilli à $750^\circ \text{ C}$ pendant 10 min.....	<b>22</b>
<b>Figure I.17</b>	Formation de l'austénite secondaire et de la phase sigma .....	<b>22</b>
<b>Figure I.18</b>	Formation de carbure $M_{23}C_6$ .....	<b>23</b>
<b>Figure I.19</b>	Formation de nitrure CrN.....	<b>24</b>

## Liste des Figures

---

<b>Figure I.20</b>	Formation de phase $\alpha'$ .....	24
<b>Figure I.21</b>	Quelques applications de l'acier inoxydable duplex : (a) Pont du port de la Californie (b) Pont hélix au Singapour, (c) arcs d'Oman (d) Fondation in Paris.....	27
<b>Figure II.1</b>	Le soudage dans son contexte industriel.....	35
<b>Figure II.2</b>	Classification des procédés de soudage.....	36
<b>Figure II.3</b>	Principe d'une machine à souder par point.....	37
<b>Figure II.4</b>	Principe du soudage par friction .....	38
<b>Figure II.5</b>	Technique de soudage au laser.....	39
<b>Figure II.6</b>	Soudage à l'arc électrique .....	40
<b>Figure II.7</b>	Les zones et les défauts de soudage à l'arc électrique .....	40
<b>Figure II.8</b>	Représentation schématique des différents stades du soudage par diffusion d'un assemblage homogène.....	42
<b>Figure II.9</b>	<b>Schéma illustré du mécanisme de soudage par diffusion.....</b>	<b>44</b>
<b>Figure II.10</b>	Application de soudage par diffusion à l'Etat solide pour la fabrication (a) : de..... la chambre de combustion d'une fusée et de la trappe de sortie de l'Airbus.....	45
<b>Figure II.11</b>	Micrographie de l'interface de transition aluminium /cuivre .....	48
<b>Figure II.12</b>	Microstructures des différents joints soudés.....	49
<b>Figure II.13</b>	Micrographies optiques de la région d'interface entre titane et alliage d'aluminium AA 7075.....	50
<b>Figure II.14</b>	Une morphologie typique de joint soudé entre Ti et un acier inoxydable AISI.....	50
<b>Figure II.15</b>	(a) : Micrographie du joint soudé des deux aciers XM19/316L et (b) : état des éprouvettes de traction bimétalliques XM19 / 316L avant et après essai de traction.....	51
<b>Figure II.16</b>	Micrographies optiques de l'interface de soudage de l'échantillon soudé à .....	52

## Liste des Figures

---

	température 800, 850 et 900 °C, (A) pour les faibles grossissements et (B) pour les forts grossissements .....	
<b>Figure II.17</b>	Microstructures des interfaces d'échantillons soudés à des températures (a, b) 850°C, (c, d) 900°C, (e, f) 950°C, les images agrandies correspondantes sont affichées sur le côté droit, à savoir (b), (d) et (f).....	<b>53</b>
<b>Figure II.18</b>	Micrographies de l'interface de liaison du couple duplex/acier AISI 4140.....	<b>55</b>
<b>Figure II.19</b>	Micrographies de l'interface de liaison du couple duplex/acier AISI 4140.....	<b>55</b>
<b>Figure II.20</b>	Microstructure optique des échantillons soudés traités dans différentes conditions de soudage.....	<b>56</b>
<b>Figure III.1</b>	Echantillons d'acier inoxydable duplex (DSS) et d'acier à faible teneur de carbone X70.....	<b>63</b>
<b>Figure III.2</b>	Configuration schématique du soudage par diffusion des aciers dissemblables.....	<b>64</b>
<b>Figure III.3</b>	Dispositif expérimental de soudage par diffusion à l'état solide .....	<b>64</b>
<b>Figure III.4</b>	Microscope optique de type Olumpus.....	<b>65</b>
<b>Figure III.5</b>	Essai de dureté Vickers.....	<b>66</b>
<b>Figure III.6</b>	Microduromètre de type HVS-1000 Z.....	<b>67</b>
<b>Figure III.7</b>	Schéma de la loi de Bragg .....	<b>68</b>
<b>Figure III.8</b>	Schéma du principe de diffraction .....	<b>68</b>
<b>Figure III.9</b>	Diffractomètre de rayons X de type Empréan( 3 <sup>ème</sup> génération).....	<b>69</b>
<b>Figure III.10</b>	Schéma de principe du microscope électronique à balayage.....	<b>70</b>
<b>Figure III.11</b>	Interaction électrons-matière.....	<b>71</b>
<b>Figure III.12</b>	Différentes émissions dues à l'interaction d'un faisceau d'électrons avec l'échantillon.....	<b>71</b>
<b>Figure III.13</b>	Microscope optique de type Prisma E.....	<b>72</b>
<b>Figure III.14</b>	Disposition schématique de l'orientation des échantillons dans le MEB .....	<b>73</b>
<b>Figure III.15</b>	Signification de la nomenclature d'orientation idéale.....	<b>74</b>
<b>Figure III.16</b>	(a) Configuration de l'échantillon incliné de 70° et position de la caméra EBSD collectant le signal diffracté sous forme de cônes dont l'intersection avec	<b>75</b>



## Liste des Figures

---

	l'écran donne les lignes de Kikuchi (b).....	
<b>Figure III.17</b>	Exemple de cartographie obtenue par EBSD (à gauche) et figure de pôle recalculée selon la famille de plan (001) correspondante (à droite) montrant une forte présence des familles de plans (001) et (111).....	<b>76</b>
<b>Figure III.18</b>	Illustration schématique montrant la configuration expérimentale pour la direction de rétrodiffusion d'électrons (EBSD).....	<b>76</b>
<b>Figure IV.1</b>	Microstructure des métaux de base, (a) d'acier X70, (b) d'acier inoxydable duplex.....	<b>82</b>
<b>Figure IV.2</b>	Diffractogramme de métal de base de l'acier à faible teneur en carbone X70 .....	<b>82</b>
<b>Figure IV.3</b>	Diffractogramme de rayons X de l'acier inoxydable duplex.....	<b>83</b>
<b>Figure IV.4</b>	Analyse EDS de l'acier à faible teneur en carbone X70.....	<b>83</b>
<b>Figure IV.5</b>	Analyse EDS de l'acier inoxydable duplex DSS .....	<b>84</b>
<b>Figure IV.6</b>	Microstructures des joints soudés à 1150°C : (a, b) 45 min, (d, c) 120 min, (e, f) 300 min, (g, h) 1200 min. (b,d,f et h sont les agrandissements de a, c, e et g respectivement).....	<b>86</b>
<b>Figure IV.7</b>	Micrographies MEB des joints soudés entre l'acier inoxydable duplex et l'acier X70. (a, b) : 45 min, (c, d) : 120 min, et (e, f) : 1200 min. (b,d,et f sont les agrandissements de a, c,et e respectivement).....	<b>87</b>
<b>Figure IV.8</b>	Microstructure du matériau de base (acier X70) après soudage durant : (a) 45 min, et (b) 120 min.....	<b>88</b>
<b>Figure IV.9</b>	Modèle de décomposition de perlite .....	<b>89</b>
<b>Figure IV.10</b>	Micrographies MEB du côté de l'interface en acier inoxydable duplex. (a,b) : 45 min, (c,d) : 120 min, (e,f) : 1200 min. (b,d,f et h sont les agrandissements de a, c, et e respectivement).....	<b>90</b>
<b>Figure IV.11</b>	Analyse EDS à travers l'interface de l'acier inoxydable duplex à joint dissemblable avec l'acier X70, soudé par un processus de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant différent temps 45min, 120 min et 1200 min.....	<b>92</b>
<b>Figure IV.12</b>	Analyse EDS à travers l'interface de l'acier inoxydable duplex à joint dissemblable avec l'acier X70, soudé par un processus de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant 300 min.....	<b>93</b>
<b>Figure IV.13</b>	Evolution de la microdureté des joints soudés à 1150°C pendant : 45 min, 120	<b>101</b>

## Liste des Figures

---

	min, 300 min, 1200min.....	
<b>Figure IV.14</b>	diffractogrammes de rayons X du côté acier inoxydable proche de l'interface du joint soudé à 1150 ° C durant 45 min, 120 min, 300 min et 1200 min.....	<b>102</b>
<b>Figure IV.15</b>	Diffractogrammes de rayons X dans chaque zone du joint soudé. (Oméga = 30° Chi 0 à 70 / 5°, Phi 0 à 355 / 5°). La courbe bleue en acier X70, la courbe verte en DSS et la courbe orange en joint soudé.....	<b>103</b>
<b>Figure IV.16</b>	Diffractogramme de rayons X dans la zone centrale du joint soudé.....	<b>104</b>
<b>Figure IV.17</b>	Carte EBSD "direction"-IPF du joint dissemblable, acier inoxydable duplex avec acier X70, soudé par un processus de liaison par diffusion à l'état solide à 1150°C pendant 5 h.....	<b>104</b>
<b>Figure IV.18</b>	(a) : carte EBSD et (b) : distribution granulométrique côté acier X70, soudé à l'acier inoxydable duplex par un procédé de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 ° C et pendant 5 h.....	<b>105</b>
<b>Figure IV.19</b>	Carte de couleur de phase du joint dissemblable, acier inoxydable duplex avec acier X70, soudé par un procédé de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant 5 h (Ferrite de couleur verte, Austénite de couleur rouge).....	<b>106</b>
<b>Figure IV.20</b>	Cartes EBSD des joints dissemblables, acier inoxydable duplex avec acier X70, assemblés par un procédé de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 ° C pendant 5 h. (a) –DN-IPF, (b) et (c) cartes de phase (vert = ferrite et rouge = austénite).....	<b>107</b>



# **Introduction Générale**

# Introduction Générale

Le soudage peut retracer son développement historique jusqu'à l'Antiquité. Les premiers exemples de soudage datent de l'âge du bronze. De petites boîtes circulaires en or ont été fabriquées en soudant sous pression des joints à recouvrement. On estime que ces boîtes ont été fabriquées il y a plus de 2000 ans.

Le soudage est maintenant la méthode universellement acceptée pour assembler de façon permanente tous les métaux. À certains égards, cela pourrait être considéré comme une industrie mature, mais c'est toujours une industrie en croissance.

Le soudage des métaux non semblables (dissimilaires) est devenu un sujet de recherche qui intéresse les industriels. Il existe de nombreuses applications et avantages du soudage de métaux différents. Le soudage des métaux non semblables nous permet de tirer le meilleur parti des propriétés unique de chaque métal. Par exemple, bien que l'aluminium soit léger et résistant à la corrosion, il est plus cher que d'autres métaux, comme l'acier.

Bien que la majorité des problèmes rencontrés dans le soudage de métaux dissimilaires utilisant des techniques de soudage par fusion soient présents dans les joints soudés à l'état solide, ils sont moins graves dans les soudures à l'état solide. Certains des avantages de la soudure à l'état solide par rapport aux soudures par fusion en ce qui concerne les soudures similaires sont toujours valables lors du soudage de matériaux différents, par exemple, l'absence de porosité et moins de distorsion lors des soudures à l'état solide.

Parmi les techniques de soudage à l'état solide est le soudage par diffusion (En anglais : Solid-state diffusion bonding). Le soudage par diffusion à l'état solide est un processus par lequel deux interfaces nominale de plaques peuvent être jointes à une température élevée (environ 50 % à 90 % du point de fusion absolu du matériau de base) en utilisant une pression appliquée pendant une durée allant de quelques minutes à quelques heures.

On note que le nombre des métaux non semblables reste limité. Notre choix s'est porté sur le soudage de deux aciers différents un acier à bas carbone (X70) et un acier inoxydable duplex. Ces deux aciers sont appliqués dans le domaine du transport des hydrocarbures ; en Algérie et à l'étranger. Ces deux aciers ont été soudés par diffusion à l'état solide. Nous avons opté pour cette technique d'assemblage pour voir sa faisabilité et mener un travail de recherche fondamental sur le joint soudé. Par conséquent, ce travail de thèse est une contribution scientifique dans le domaine du soudage des métaux dissimilaires.

Pour aboutir à notre objectif, les techniques de caractérisation suivantes ont été utilisées :

- Microscopie optique
- Microdureté Vickers
- Microscopie Electronique à balayage
- Diffraction des rayons X
- EBSD.

Le manuscrit est structuré de la manière suivante :

- Chapitre I : Propriétés et caractéristiques de l'acier X70 et l'acier inoxydable duplex, où on a essayé de donner les importantes caractéristiques des aciers de base utilisés dans cette thèse.

- Chapitre II : Soudage des aciers dissimilaires. Ce chapitre a été consacré aux procédés de soudage des métaux non semblables ainsi aux leurs domaines d'application, puis les classifications des procédés de soudage (soudage par fusion et soudage par pression) avec des exemples. Ensuite, une bonne partie est réservée au soudage par diffusion à l'état solide (sans fusion et par pression) avec la présentation de quelques exemples de travaux de recherche sur l'assemblage des métaux dissemblables par le soudage par diffusion et en particulier aux aciers non semblables.

- Chapitre III : Matériaux et Méthodes expérimentales, où on a présenté le procédé de soudage par diffusion à l'état solide de nos deux aciers. De plus, les différentes techniques de caractérisation ont été présentées.

- Chapitre IV : Résultats et interprétation. Dans ce chapitre, les résultats obtenus ont été présentés ; commentés et aussi comparés à d'autres résultats antérieurs.

Et enfin une conclusion générale clôturera cette thèse en faisant ressortir les principaux résultats de cette étude suivie de perspectives d'avenir.

**Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques  
de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable  
Duplex**

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

## Introduction

L'industrie est l'outil développement de chaque pays et son but est la production des biens et de service. L'industrie automobile et pétrolière utilise largement l'acier. L'acier est un matériau de plus en plus présent dans la vie quotidienne. Cet alliage de fer et de carbone en fait un matériau fiable et d'une résistance extrême. L'acier sert dans de multiples domaines. Il doit donc pouvoir résister aux sollicitations chimiques ou mécaniques. Ce présent chapitre sera consacré à la présentation des deux types des aciers : L'acier à haute limite d'élasticité (HLE) X70 et l'acier inoxydable duplex (DSS). Ces deux aciers sont les matériaux de base de notre étude.

### I.1.1-Diagramme Fer-Carbone

Le diagramme de phase Fe-C fournit une carte température-composition de l'endroit où les deux phases (austénite et ferrite) se produisent. Il indique également où des mélanges de ces deux phases peuvent être attendus. Le diagramme de phase Fe-C est illustré dans la figure I.1 [1].

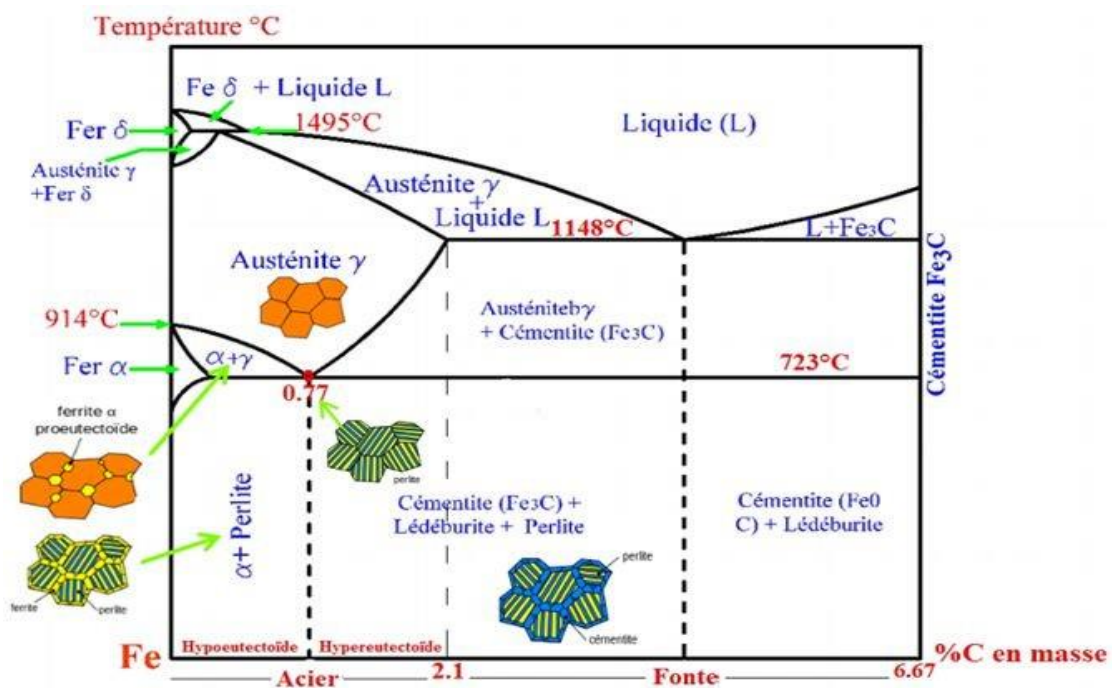


Figure I.1 Diagramme de phase fer-carbone [1].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

## ✓ La structure cristalline du fer

Selon Regheere [2], en dessous de 912°C, le fer est dit alpha (structure cc) alors qu'entre 912°C et 1394°C, il est dit gamma (structure cfc) et au-dessus de 1394°C, il est de type delta (structure cc) (Fig.I.2). Cette transformation est appelée: Transformation allotropique.

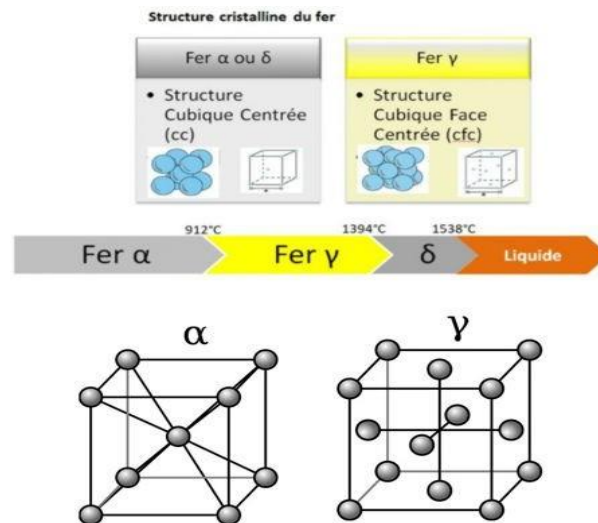


Figure I.2 Transformation allotropique du Fer [2].

Les principales phases dans un diagramme Fer-Carbone sont la ferrite, l'austénite et la cémentite. La perlite est composée de la phase ferritique et de la phase cémentite sous forme lamellaire comme le montre la figure I.3.

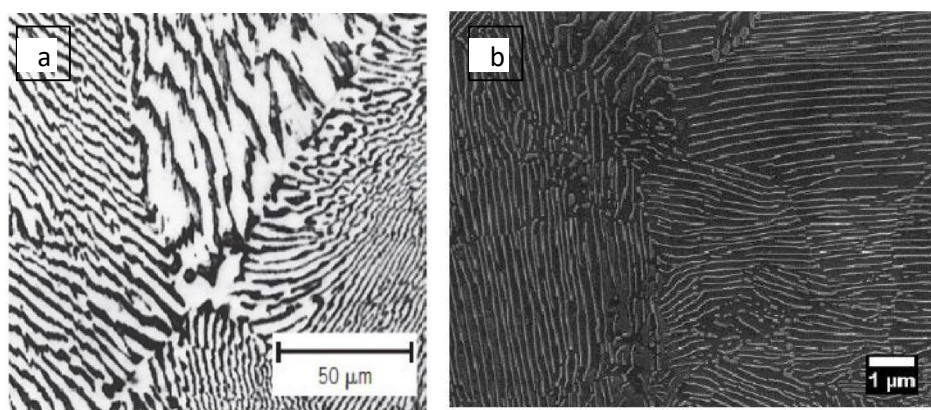


Figure I.3 Microstructure de la perlite. Observation par microscopie optique [3] et par microscopie électronique à balayage [4].



# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

La ferrite est de structure cubique centrée (CC). Il existe la ferrite à basse température (Appelée : Ferrite  $\alpha$ ) et la ferrite à haute température (Appelée : Ferrite  $\delta$ ). En général et dans la plupart des travaux de recherche, on s'intéresse à la ferrite  $\alpha$ . La solubilité maximale du carbone dans la Ferrite  $\alpha$  est de 0,025 % à 723°C. La ferrite  $\alpha$  possède des propriétés similaires au fer pur mais sa dureté est légèrement élevée par rapport au fer pur. C'est magnétique [1].

La deuxième phase qui se trouve dans le diagramme Fer-Carbone est l'austénite qui existe à haute température (appelée phase  $\gamma$ ). La solubilité maximale du carbone dans l'austénite est de 2,11 % à 1147°C. En faisant varier la teneur en carbone de 0 à 2,11 %, une variété d'aciers en phase  $\gamma$  peut être obtenue. En chauffant ou en refroidissant la phase  $\gamma$ , la taille des grains peut être modifiée (traitement thermique) de sorte qu'une variété de phases avec différentes résistances peut être obtenue. La dureté de la phase  $\gamma$  dépend du pourcentage de carbone qu'elle possède. La température minimale autour de laquelle la phase  $\gamma$  existe est de 723 °C à 0,8 pourcentage de carbone [1].

## I.1.2 - Généralités sur les aciers (HLE)

Les aciers à haute limite d'élasticité (HLE) ou (High Strength Low Alloyed) « HSLA steels » sont des aciers micro alliés de qualité fine à faible teneur en carbone avec ajout de niobium, vanadium, et titane, mais dans des proportions très faibles afin d'obtenir un effet de durcissement supplémentaire par la formation de fins carbonitrides et afin d'augmenter la température de recristallisation. Les autres éléments principaux entrant dans la composition chimique de ces aciers sont : le carbone, le manganèse, l'aluminium, le silicium, et le molybdène [5, 6].

Les HLE sont habituellement obtenus par un laminage à chaud conventionnel et s'emploient à l'état brut de laminage contrôlé. Ces aciers sont utilisés dans de nombreuses applications d'ingénierie en raison de leur coût relativement bas, de leur résistance modérée et de leur très bonne ténacité et résistance à la fatigue, ainsi que de leur capacité à être facilement soudés. Ils ont remplacé les aciers trempés et revenus dans de nombreuses applications [6, 7].

Les aciers à haute limite d'élasticité (HLE) ont été prometteurs matériaux pour diverses applications structurelles, à savoir, construction, composants automobiles, des cadres de

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

camion, flèches de grues, des applications de forage en mer et les tuyaux pour la transmission des tubes de canalisations d'huile et de gaz [8]. Et aussi, ces aciers à haute limite d'élasticité trouve une application répandue dans les tôles lourdes, les barres, les poutres, les pièces forgées et autres produits en acier, c'est pour cela les développements technologiques dans la métallurgie physique et la sidérurgie ont été stimulés par les demandes de ces secteurs de produits ainsi que par les besoins de l'industrie des pipelines et vice versa [9].

Une avancée particulièrement importante dans le développement des aciers pour pipelines s'est produite dans les années 1970 avec l'introduction du traitement thermomécanique pour se substituer aux voies de production traditionnelles de traitement thermique. C'était la base de la fabrication des aciers X-70, qui sont rapidement devenus la norme de l'industrie pour la construction de pipelines [9].

Selon la norme américaine API (l'American Petroleum Institute : API), ils sont classés en plusieurs grades : X52, X60, X70,... Le tableau I.1 présente ces aciers à haute limite d'élasticité.

SPECIFICATION	GRADE	LIMITE ELASTICITE (MGA)	RESISTANCE A LA TRACTION (MGA)
5LX	X42	289	413
5LX	X46	317	434
5LX	X52	358	455
5LX	X56	386	489
5LX	X60	413	517
5LX	X65	448	530
5LX	X70	482	565
5LX	X80	551	620

**Tableau I.1** Propriétés mécaniques des aciers pour tubes selon la norme API [10].

La demande pour ce type d'acier augmente de jour en jour, en raison de sa limite élastique élevée, représentant une grande économie de poids. Ils ont également une forte demande dans le secteur automobile, où ils contribuent, dans une large mesure, à l'économie de poids dans les corps.

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

## I.1.3 – Désignation de la série API 5LX

La série API 5LX est la plus couramment utilisée pour les pipelines transfrontaliers de pétrole et de gaz. Ils sont produits dans le plus grand respect des normes de qualité afin de satisfaire aux cahiers des charges les plus sévères. La signification de cette désignation (série API 5LX) est la suivante :

API : Institut Américain du Pétrole.

5 L : Spécification pour le pipeline.

X : Désignation de catégorie pour le pipeline de haute résistance.

Le chiffre après le « X » correspond à la valeur de la limite d'élasticité minimale, par exemple, X70 a une limite d'élasticité minimale de 70 PSI (485 MPa) [10].

## I.1.4 -L'acier X70

L'acier de type X70 est un acier micro-allié, à haute résistance mécanique et faiblement allié (HSLA). De plus, il a une plus grande résistance à la corrosion atmosphérique que les aciers au carbone conventionnels. Ce type d'acier est conçu pour répondre à des propriétés mécaniques spécifiques, telles qu'une limite d'élasticité supérieure à 275 MPa [11, 12]. Il présente une microstructure de type ferrito-perlitique comme il est montré dans la figure I.4 et contient des éléments puissants formant du carbure ou du carbonitride, en très petites quantités - souvent moins de 0,10 %. Ces éléments pourraient être du titane, du niobium et/ou du vanadium, et ils fournissent à l'acier HLE un renforcement par précipitation, un affinement du grain et la possibilité de contrôler la température de transformation. Les bandes de perlite marquées dans l'acier de type X70 expliquent la sensibilité de cet acier à la fissuration. Cette microstructure en bandes favorise la propagation des fissures [13, 14].

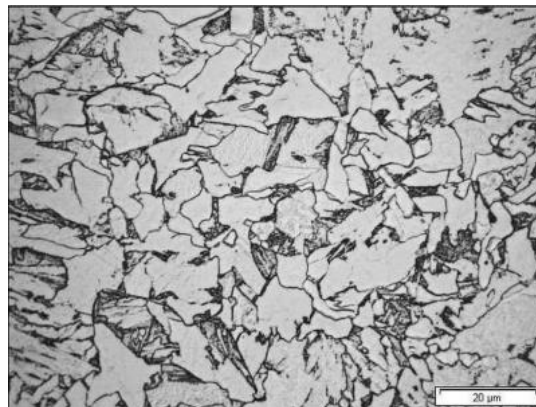


Figure I.4 Microstructure de l'acier X70 [15].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

## I.1.5 - Propriétés métallurgiques (Composition chimique)

La composition chimique des aciers faiblement alliés à haute résistance consiste en une faible teneur en carbone comprise entre 0,05 % et 0,25 % pour une formabilité et une soudabilité suffisante, et une teneur en manganèse pouvant atteindre 2 %. On note que l'acier X70 contient une faible teneur de carbone (0.085). Les constituants chimiques restants peuvent varier en fonction de l'épaisseur du produit et des exigences de propriétés mécaniques, et de petites quantités de chrome, molybdène, nickel, cuivre, vanadium, niobium, azote, zirconium et titrage peuvent être utilisées dans différentes combinaisons. La résistance est ajoutée à l'acier HLE avec l'ajout de vanadium, de niobium, de cuivre et de titane [16].

## I.1.6 - Propriétés mécaniques

Ces aciers sont caractérisés par de très bonnes propriétés mécaniques telles que :

- ✓ Une haute limite élastique.
- ✓ Une excellente propriété de résilience à basse température.
- ✓ Bonne aptitude à la mise en forme.
- ✓ L'aptitude à la soudure et excellente soudabilité sans précautions particulières.
- ✓ Leur confère de bonnes tenues au choc, jusqu'à basse température (- 40 °C).
- ✓ Reproduire de telles caractéristiques en fonderie représente un vrai challenge.
- ✓ La résistance à la fatigue de ces aciers HLE est légèrement meilleure que les aciers classiques normalisés [5, 6, 16, 17].

Le tableau I.2 présente les valeurs de la résistance à la rupture  $R_m$ , la limite élastique  $R_e$  et le pourcentage d'allongement après rupture (A%) de l'acier X70.

API 5L	Resistance à la rupture [N/mm <sup>2</sup> ] (min-max)	Limite élastique [N/mm <sup>2</sup> ] (min-max)	Allongement (%) min
X70	565-758	483-621	23

**Tableau I.2** Caractéristiques mécaniques de l'acier X70 selon l'API5L [18].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

Les figures I.5, I.6, et I.7 présentent quelques applications de l'acier X70 :



**Figure I.5** Arbres de roue secteur travaux publics, composants d'injection secteur automobile, arbre à cames [19].



**Figure I.6** Composants de transmission forgée à froid pour le secteur automobile [19].



**Figure I.7** Pipeline en acier X70 [20].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

## I.2.1- Généralités sur l'acier inoxydable duplex

Un acier inoxydable est, d'après la définition de la norme NF EN 10020, un acier contenant au minimum 10,5 % de chrome et au maximum 1,2 % de carbone [21]. Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques ferreux de grande importance. Ils sont connus depuis à près un siècle. Depuis son développement, l'acier inoxydable a révolutionné le monde des matériaux. Leur importance est due à la polyvalence et aux nombreuses applications, pour lesquelles ils sont utilisés [22, 23]. On note que il existe plusieurs types d'aciers inoxydables et qui peuvent être classés en fonction de leurs microstructures. On trouve par exemple l'acier inoxydable austénitique (formé que de la phase austénite) et aussi on peut trouver l'acier inoxydable ferritique (formé que de la phase ferritique). Seulement, certains types d'aciers inoxydables sont formés de deux phases (Par exemple la ferrite et l'austénite). Ces aciers sont appelés des aciers inoxydables duplex.

L'acier inoxydable duplex a toujours été un domaine d'intérêt passionnant pour les chercheurs, les producteurs d'acier inoxydable, les fabricants et les utilisateurs finaux. Ils présentent des défis techniques très diversifiés et simultanément des propriétés en service attractives. Les premiers aciers inoxydables duplex ont été produits en Europe dans les années 30 pour des applications dans l'industrie papetière. Après, ils ont été développés depuis plus de 25 ans. Ils sont généralement utilisés dans de nombreux environnements industriels, car l'équilibre austénite et ferrite a été contrôlé de manière plus stricte, ce qui a conduit à une augmentation des performances [23,24, 25].

Au cours des années 1970, le contrôle de la chimie des alliages et l'élimination de l'oxygène et du soufre ont été considérablement améliorés. Aujourd'hui, les aciers inoxydables duplex sont considérés comme des aciers industriels et non plus des alliages exotiques, et ils ont trouvé des applications répandues dans l'industrie des pâtes et papiers, l'industrie chimique, les réservoirs de transport des produits chimiques et la fabrication d'équipements de contrôle de la pollution, l'industrie marine du gaz et du pétrole, et un certain nombre d'applications navales [25].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

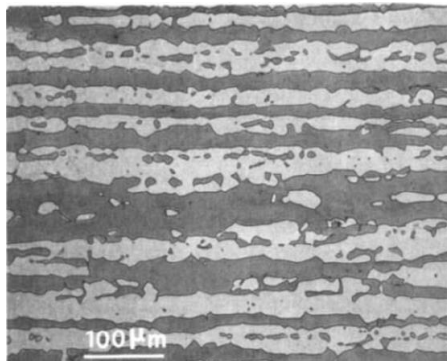
En outre, les aciers inoxydables duplex combinent les propriétés des classes austénitique et ferritique de l'acier inoxydable en raison du quasi-équilibre des phases austénite et ferrite présentes dans sa microstructure [26].

Les propriétés qu'ils offrent vont d'une résistance élevée à la corrosion dans des environnements corrosifs contenant des ions chlorure, à une très haute résistance aux piqûres, à une bonne corrosion sous contrainte au sulfure, à une bonne résistance mécanique et ductilité, à la résistance à l'abrasion, à l'érosion et à une très bonne soudabilité [27].

## I.2.2-Définition

Les aciers inoxydables duplex (en Anglais : Duplex Stainless Steel : DSS) se sont des alliages qui contiennent à la fois une phase ferrite et une phase austénitique (des alliages biphasés) dans la microstructure avec fraction volumique équivalente optimal de 50 % en Ferrite  $\alpha$  et 50% en austénite  $\gamma$ . Le DSS se solidifie sous forme de ferrite, dont une partie se transforme en austénite lors du refroidissement ultérieur, donnant le mélange prescrit des deux phases à température ambiante. Généralement, le rapport austénite/ferrite dépend de la composition chimique de l'alliage et du traitement thermique. Cependant, la plupart des alliages sont conçus pour contenir des quantités similaires de chaque phase à température ambiante [25].

La microstructure des aciers inoxydables duplex est illustrée dans la figure I.8 et peut être vue comme l'îlot d'austénite noyé dans la matrice de phase de ferrite. La phase ferrite ( $\alpha$ ) apparaît plus sombre tandis que la phase austénitique ( $\gamma$ ) apparaît plus claire sur l'image microscope.



**Figure I.8** Micrographie optique d'un acier inoxydable duplex typique en coupe longitudinale [28].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

## I.2.3 Les types des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex (DSS) sont des aciers inoxydables classés selon leur composition et traitement thermomécanique, ils constituent une famille de nuances couvrant une gamme de performances anticorrosion étendue, fonction de leurs teneurs en alliages. Le développement des aciers duplex n'a cessé de se poursuivre au fil de temps, et les aciers duplex modernes peuvent être divisés en cinq groupes :

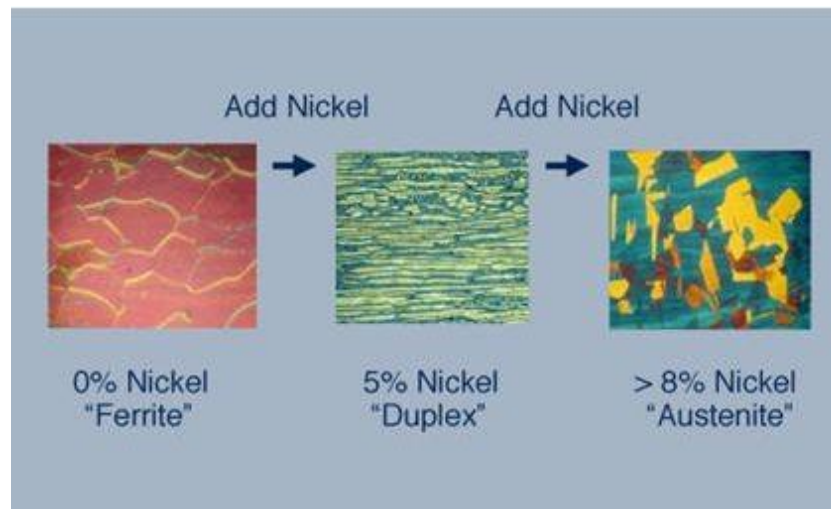
- **Lean duplex** tel la nuance EN 1.4362 (2304), sans addition de Mo ;
- **Duplex standard** tels l'acier EN 1.4462 (2205), un acier à tout éprouve, qui représente plus de 80 % des usages ;
- **Duplex 25 % Cr**, tels le 255, avec un PREN inférieur à 40 ;
- **Superduplex**(PREN 40-45), 25-26% de Cr à teneur accrue en Mo et N avec comparaison avec les nuances 25 % de Cr usuelles (exemple : EN 1.4410 (2207)) ;
- **Hyperduplex**, définis comme des aciers duplex fortement alliés, avec un PREN supérieur à 45.
  - ✓ **PREN\*** = indice de résistance à la corrosion par piqûres = % Cr + 3.3 (% Mo + 0.5 % W) + 16% N [49].

## I.2.4- Composition chimique

Les aciers inoxydables duplex sont caractérisés par leur microstructure. Ils ont une composition en chrome, nickel, molybdène et silicium équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée de 50% de grains d'acier ferritique (une structure cristallographique cubique centrée CC) et 50% d'acier austénitique (une structure cristallographique cubique à face centrée CFC) avec différents rapports utilisés selon les besoins. La figure I.9 montre l'effet d'ajout du Nickel dans la quantité des phases présentes dans l'acier inoxydable duplex.



# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex



**Figure I.9** Effet de l'ajout de nickel à l'acier inoxydable [2].

La structure métallurgique du DSS peut également être liée à sa composition au moyen du diagramme de Schaeffler (Fig.I.10). Différents éléments d'alliage (ou impuretés) vont accroître la tendance du fer à être sous forme alpha ou sous forme gamma. Ces éléments sont dits alphagènes (Cr, Mo, Si, Ti, Nb, Zr, V, Al) pour stabiliser la ferrite, ou gammagènes (C, N, Ni, Mn ou Cu) pour la stabilisation de l'austénite. Les aciers duplex ou austénito-ferritiques sont obtenus pour des teneurs spécifiques (diagramme de Schaeffer) en éléments alphagènes et gammagènes qui sont respectivement exprimés en termes d'équivalence de chrome et d'équivalence de nickel et forment les deux axes du diagramme de Schaeffler. Les formules d'équivalence du chrome et du nickel sont les suivantes :

$$\mathbf{Cr_{eq}} = \%Cr + \%Mo + 1.5x \%Si + 0.5 x \%Nb$$

$$\mathbf{Ni_{eq}} = \%Ni + 30x\%C + 0.5x\%Mn \quad [2, 25].$$

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

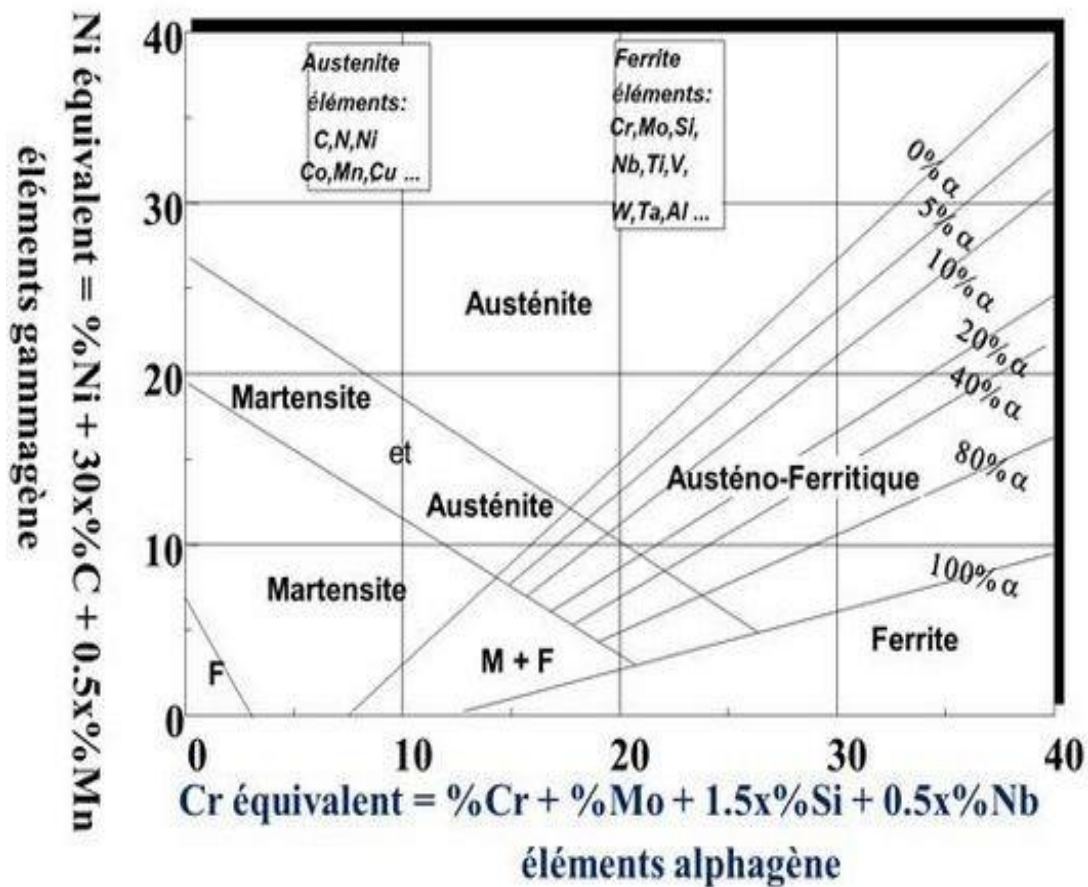


Figure I.10 Diagramme de Schaeffler [2].

## I.2.4.1 - Rôle des éléments d'alliage sur l'acier inoxydable duplex :

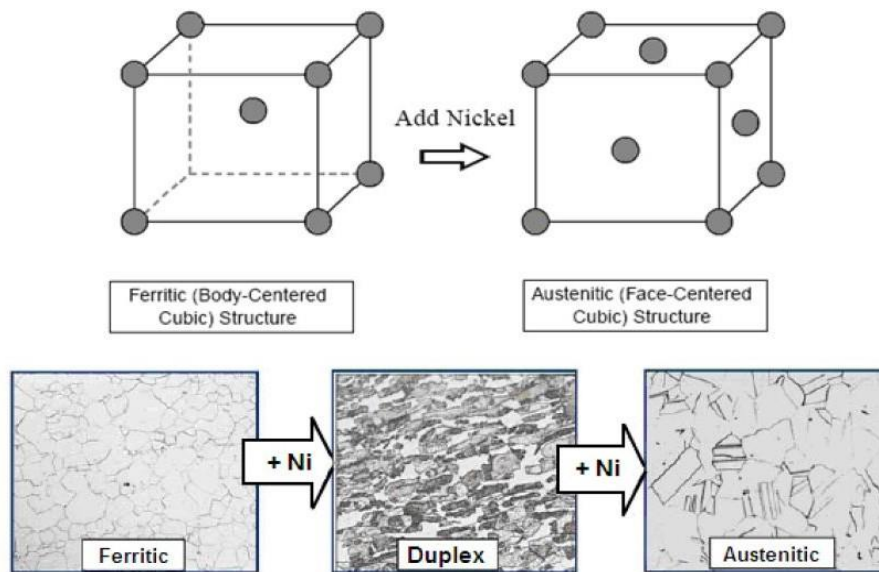
On note que chaque élément chimique a un effet particulier sur les propriétés de l'acier inoxydable duplex :

- **Le chrome (Cr)** est un puissant formateur et stabilisateur de ferrite ; c'est l'élément essentiel pour l'excellente amélioration de la résistance à la corrosion des aciers inoxydables grâce à la formation d'un film protecteur passif d'oxy-hydroxyde riche en chrome [29].
- **Le molybdène (Mo)** a un effet similaire sur la stabilité de la ferrite comme le Cr et augmente la résistance contre la corrosion locale telle que les crevasses, les piqûres et la corrosion. Le mécanisme par lequel Mo augmente la résistance aux piqûres s'est

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

avéré être la suppression des sites actifs via la formation d'un oxy-hydroxyde ou d'un ion molybdate [30].

- **Le nickel (Ni)** est un formateur d'austénite puissant et il est ajouté pour maintenir l'équilibre ferrite/austénite dans le DSS. Un excès de Ni peut améliorer la précipitation de la phase  $\sigma$  en favorisant de plus grandes concentrations de stabilisants de ferrite tels que Cr et Mo dans la matrice de ferrite (Fig.I.11) [25].



**Figure I.11** Effet de l'ajout de nickel à l'acier inoxydable [31].

- **Le cuivre (Cu)**, peut augmenter la résistance à la corrosion lorsqu'il n'est pas ajouté à plus de 2 % de DSS, car un niveau plus élevé peut réduire la ductilité à chaud et peut conduire à un durcissement par précipitation [32].
- **L'azote (N)**, comme Ni, est un puissant formateur d'austénite et peut souvent être utilisé à la place de Ni pour la stabilisation de l'austénite car il est plus efficace que Ni. L'azote augmente également efficacement la résistance sans risque de sensibilisation, donne une bonne amélioration de la soudabilité, augmente les performances de corrosion localisée et la température critique de piqûre (CPT) plus efficacement que le Cr [33].
- **Le manganèse (Mn)**, augmente les propriétés d'abrasion, de résistance à l'usure et de traction sans perte de ductilité. L'ajout combiné de N et Mn en duplex améliore la résistance aux piqûres et contrecarre les problèmes singuliers associés au Mn [33].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

- Le tungstène (W), a aussi un effet considérable. Des ajouts jusqu'à 2 % dans le DSS améliorent la résistance aux piqûres et à la corrosion caverneuse [34].
- Le silicium (Si) est utile pour le service d'acide nitrique concentré et améliore également la résistance à l'oxydation à haute température. Un niveau de silicium plus élevé (3,5 à 5,5 %) a été développé dans l'acier inoxydable duplex pour améliorer la résistance à la corrosion par piqûres et l'immunité à la fissuration par corrosion sous contrainte. Néanmoins, un niveau élevé de silicium est un puissant formateur de phase sigma [25].

## I.2.5 - Propriétés mécaniques de l'acier inoxydable duplex

Les différents genres d'acier inoxydable ont des propriétés mécaniques différentes. Ceci peut être illustré par la courbe contrainte-déformation de la figure I.12. Les aciers martensitiques ont une limite d'élasticité et une résistance à la traction élevées mais une faible ductilité tandis que les nuances austénitiques ont un faible limite d'élasticité et une excellente ductilité. Quelque part entre les deux se trouvent les aciers ferritiques-austénitiques (duplex) et ferritiques. L'avantage des aciers duplex est leur résistance élevée due à la phase austénitique, et une ductilité assez élevée, qui résulte de la phase ferritique. La limite d'élasticité du DSS est supérieure à celle de l'acier inoxydable austénitique et ferritique, ce qui est le résultat d'une petite taille de grain, causée par l'entrave mutuelle de la croissance des grains de ferrite et d'austénite, impliquant une résistance plus élevée pour la structure à deux phases que ses constituants [25, 35].

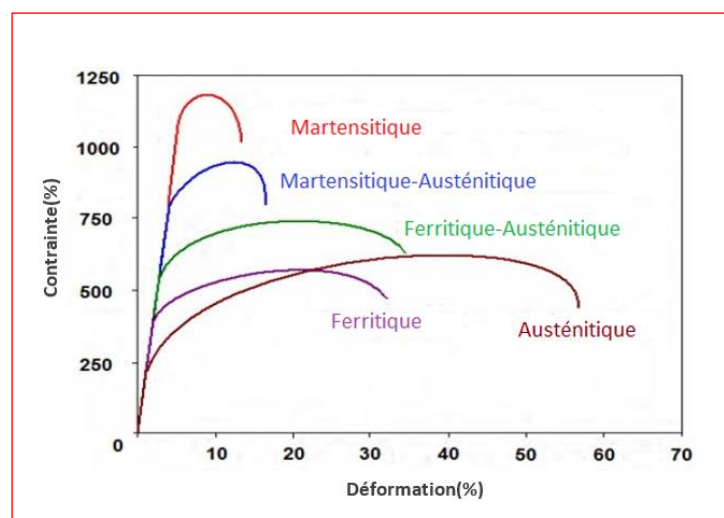


Figure I.12 Courbe de contrainte-déformation pour certains aciers inoxydables [36].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

## I.2.6 - Transformation de phases dans les aciers inoxydables duplex

Divers transformations microstructurales peuvent se produire dans les aciers inoxydables duplex durant les traitements thermiques isothermes ou anisothermes [37]. Du fait de leur teneur très élevée en éléments d'alliages. Ces modifications concernent en majeure partie la phase ferritique : pour deux raisons principales sont :

- La ferrite est riche en éléments, tels que le chrome et le molybdène, connus pour être des constituants privilégiés de la formation de ces phases.
- les vitesses de diffusion y sont plus élevées que dans la phase austénitique [38].

Selon D. Frédéric [38], ces transformations peuvent se produire lors du refroidissement, et qui peuvent être divisées selon les trois gammes de températures suivantes :

- au-dessus de 1050°C.
- entre 1050°C et 600°C.
- en dessous de 600°C.

### I.2.6.a - Transformations à température supérieures à 1050°C

Lors d'un refroidissement lent à partir des températures supérieures à 1050°C, les aciers inoxydables duplex se solidifient complètement en mode ferritique (ferrite delta). Cette solidification est suivie par une transformation à l'état solide en austénite [39].

Les travaux de Guo et al. [40] montrent que le taux d'austénite dépend de la vitesse de refroidissement dans l'intervalle de température 1350-800 °C. Cette transformation est réversible, et tout réchauffage au-dessus de 1050 °C et jusqu'à 1300°C entraîne une augmentation de la quantité de ferrite.

### I.2.6.b- Transformations à température entre 600°C et 1050°C et en dessous de 600°C

Les transformations de phases qui interviennent dans les deux domaines de températures suivants (entre 1 050°C et 600°C et en dessous de 600°C) peuvent être discutées à partir de diagramme T.T.T (Fig.I.13) et le tableau I.3. Beaucoup de changements microstructuraux peuvent apparaître dans les aciers duplex pendant le traitement thermique dans la plage de température critique entre 600°C et 1000°C. On peut citer la formation des carbures, des nitrures et des phases intermétalliques. L'augmentation de la teneur en Mo, en

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

Cr, en W et en Si dans les duplex a pour effet d'augmenter la vitesse de précipitation et d'agrandir le domaine de température relative à la précipitation comme ressort au diagramme T.T.T. suivant Gagnepain [37] et Frédéric [38].

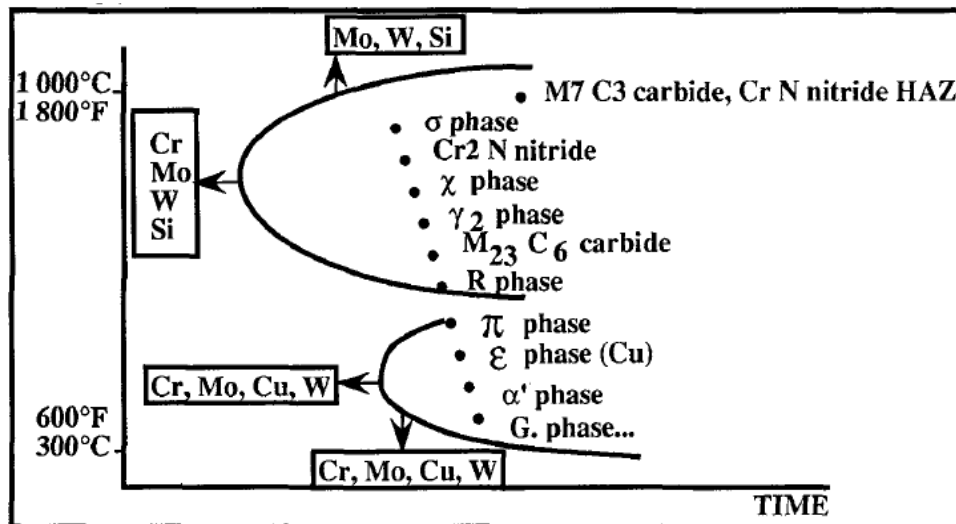


Figure I.13 Précipitations possibles dans les aciers inoxydables duplex [37].

Selon Frédéric [38]. La figure I.13 montre que la nature et la composition des précipités sont diverses. Entre 600 et 1000 °C, différents composés intermétalliques, qui dépendent de la composition chimique de l'alliage et de la nature du traitement thermique, peuvent apparaître. Le tableau I.3 présente les principales phases communément décelées, ainsi que leur composition chimique présumée et leur gamme de température de précipitation [41].

TYPE DE PRECIPITE	FORMULE CHIMIQUE	TEMPERATURE EN °C
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	950-1050
σ	30Cr 4Ni 4-7Mo	600-1000
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	600-950
Cr <sub>2</sub> N	Cr <sub>2</sub> N	900
χ	25Cr 3Ni 14Mo	700-850
R	25Cr 6Ni 34Mo 4Si	550-650
π	35Cr 3Ni 34Mo N	550-600
ε	Cu	500
α	80Cr	300-500
G	Ni Mo	300-500
τ		550-650

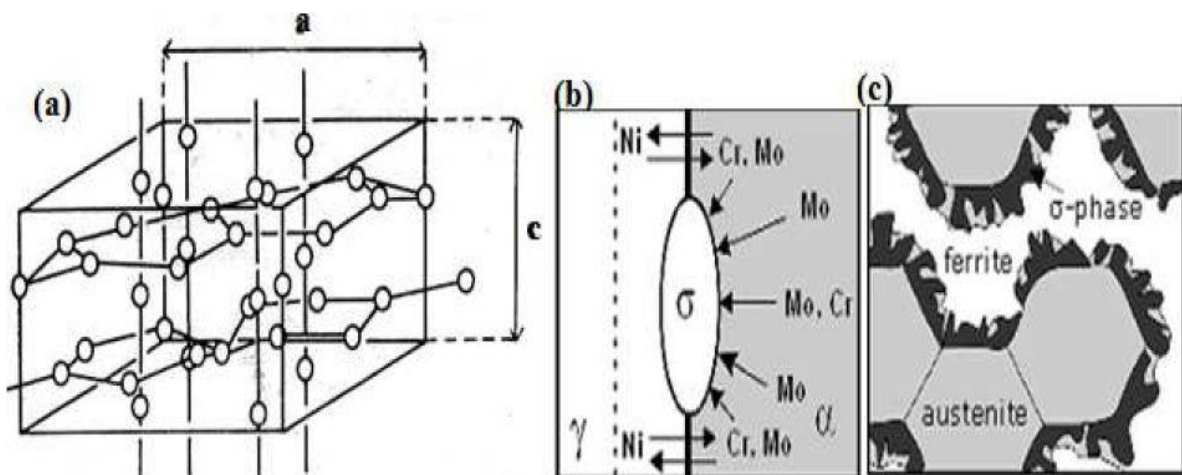
Tableau I.3 Les différentes phases possibles dans l'acier inoxydable duplex [41].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

- **La phase sigma ( $\sigma$ ) :** Cette phase (précipité non magnétique), avec une structure tétragonale riche en Cr-Mo (Fe – 30 % Cr- 4 % Ni- 4 à 7 % Mo) qui se produit à des températures comprises entre 600 et 1000 ° C. De plus, cette phase cause une chute considérable de la résistance à la corrosion de ces aciers. La formation de la phase sigma dans les aciers inoxydables austéno-ferritiques peut être décrite par la décomposition eutectoïdale de la ferrite tandis que la ferrite ( $\delta$ ) transforme en phase sigma et austénite secondaire ( $\sigma + \gamma_2$ ). Cette transformation de phase a une signification dans l'acier inoxydable duplex (Fig.I.14) [39, 42].

- **Décomposition eutectoïdale de la ferrite :**

En raison de traitement thermique le Cr et le Mo diffusent aux joints des grains de la ferrite/austénite et se forment des précipitations en phase sigma pendant ce temps, la ferrite s'appauvrit en ces éléments et perd sa stabilité et se transforme en austénite [42]. Selon Wang and al [43], le Cr, le Mo et le Si sont des formateurs de ferrite ce qui favorisent la précipitation de la phase  $\sigma$  dans les DSS vieillis à 700– 950°C. Les vitesses de diffusion de ces éléments dans la ferrite sont beaucoup plus rapides que dans l'austénite. Et le Mo est le principal élément contrôlant la précipitation en phase secondaire.

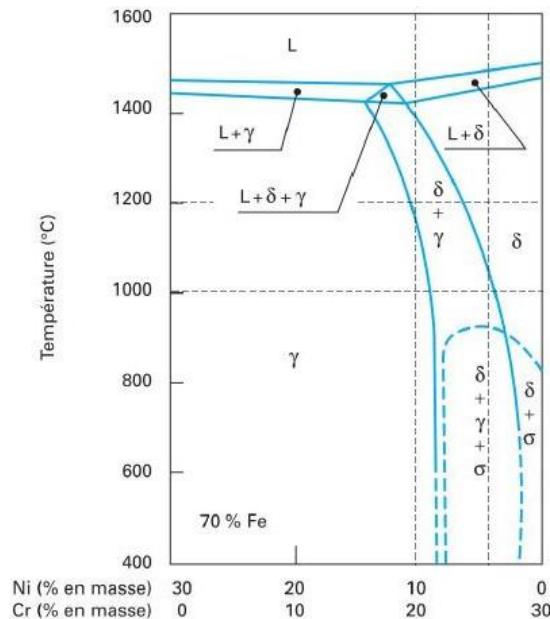


**Figure I.14** (a) Structure quadratique de la phase sigma avec  $a = 8.970 \text{ \AA}$  et  $c = 4.558 \text{ \AA}$ .

(b) Description de la germination de la phase sigma au niveau de l'interface  $\gamma/\alpha$  et sa croissance à l'intérieur de la ferrite [44].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

À la température de vieillissement, la phase sigma apparaît préférentiellement dans les joints de phases ferrite/austénite ( $\gamma/\delta$ ), mais elle peut aussi apparaître dans les joints de grains ferrite/ferrite ( $\delta/\delta$ ) et austénite/austénite ( $\gamma/\gamma$ ). Après germination, cette phase croît sous différentes formes : plaquettes, forme eutectoïde lamellaire  $\sigma + \gamma_2$  ou agrégat lamellaire  $\sigma + \delta$  [39].



**Figure I.15** Diagramme de phase pseudo-binaire Cr-Ni à l'équilibre, issu d'une coupe du diagramme de phase ternaire Fe-Cr-Ni à 70 % massique de fer [45].

- **La phase Chi ( $\chi$ )** : cette phase( $\chi$ ) ( $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ ) peut se former entre 700 et 850 °C (Fig.I.16). Elle est thermodynamiquement instable et se forme sur l'interface ferrite / ferrite et se développe dans la ferrite. La formation de la phase sigma a lieu aux dépens de la phase Chi, comme le montre la figure I.16. Comme la phase Chi est plus riche en Mo que la phase sigma et que Mo est un élément lourd, il est facile de comparer la phase sigma et chi à l'aide du microscope électronique rétrodiffusé [42, 46, 47, 48].



# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

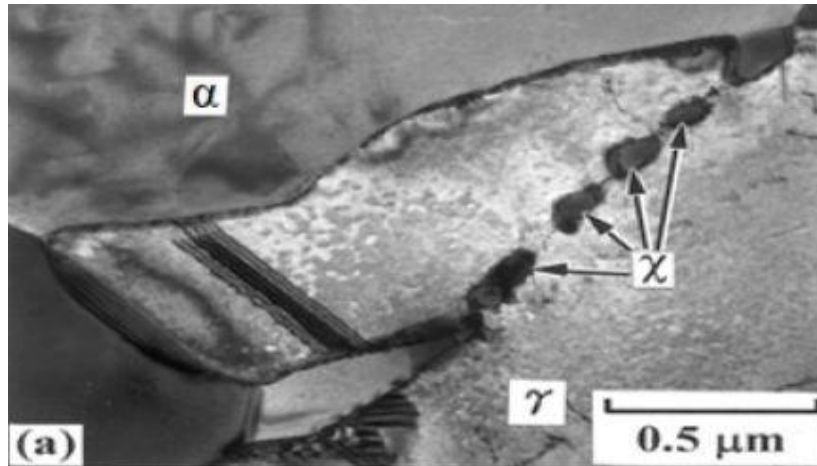


Figure I.16 (a) Image TEM de la phase  $\chi$  du DSS 2205 vieillie à 750 °C pendant 10 min [43].

- **L'austénite secondaire ( $\gamma_2$ ) :**

On note que la ferrite peut se décomposer en austénite, dite "austénite secondaire", selon trois mécanismes lors de traitements thermiques :

- une réaction eutectoïde entre 700 et 900°C :  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ .
- une précipitation de Widmanstätten pour  $T > 650^\circ\text{C}$ . Cette précipitation d'austénite secondaire peut être observée lors d'une trempe à haute température, nécessite la diffusion d'éléments (Fig.I.17). Toutefois, que les teneurs en Chrome et en Azote dans  $\gamma_2$  sont inférieures à celles dans l'austénite primaire.
- une transformation martensitique pour  $T < 650^\circ\text{C}$ . Cette réaction donne une austénite de composition proche de celle de la ferrite[49].

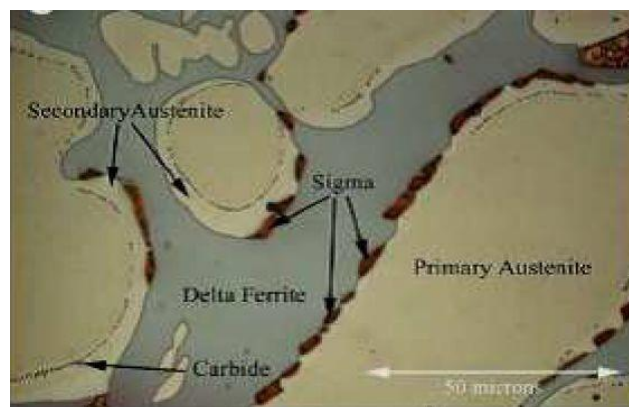
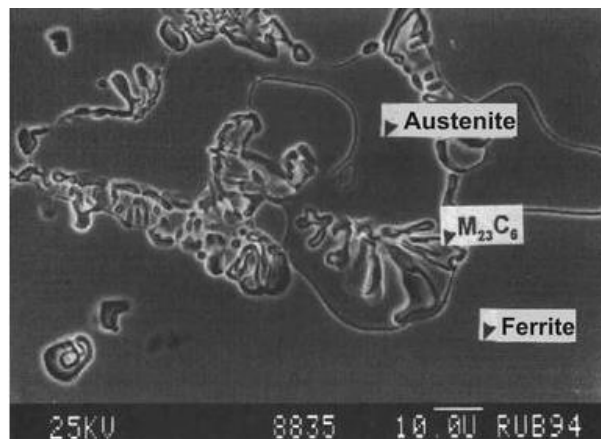


Figure I.17 Formation de l'austénite secondaire et de la phase sigma [50].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

- **Les carbures :**

Les premiers aciers inoxydables austéno-ferritiques avaient une forte teneur en carbone, alors que l'azote était en faible proportion. La diminution de la solubilité du carbone dans l'austénite et la ferrite conduisait à la précipitation de carbures  $M_7C_3$  et  $M_{23}C_6$  riches en chrome pour des températures inférieures à  $1050^\circ\text{C}$  (Figure I.18). La précipitation nécessite la diffusion du chrome et du carbone, or les diffusivités de ces éléments sont plus élevées dans les joints de grains, de ce fait, ils sont principalement observés aux joints de grains  $\alpha/\gamma$ , mais ils peuvent aussi se trouver aux joints  $\gamma/\gamma$  et  $\alpha/\alpha$ . Le chrome a un deuxième effet, il diminue la solubilité du carbone dans l'austénite favorisant ainsi la précipitation de carbures de chrome. D'autres éléments d'alliages peuvent intervenir sur la stabilité de ce carbure tel que le molybdène. L'azote a tendance à diminuer la diffusivité des éléments carbone et chrome dans l'austénite, Les précipités  $M_7C_3$  se forment dans le domaine de température  $950-1050^\circ\text{C}$ . La quantité de précipités dépendait du traitement thermique [49].



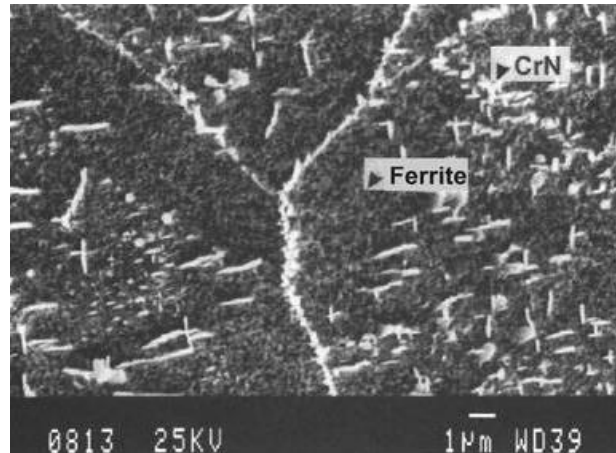
**Figure I.18** Formation de carbure  $M_{23}C_6$  [51].

- **Les nitrures :**

Les nitrures  $\text{Cr}_2\text{N}$  se forment dans la gamme de température variant de  $700$  à  $900^\circ\text{C}$  (Fig.I.19). Leur germination et leur croissance s'effectuent au cours de traitements thermiques longs. Pour les températures de  $800-900^\circ\text{C}$ , les précipités se situent plus fréquemment le long des interfaces  $\alpha/\gamma$ . Dans la gamme de température  $700-800^\circ\text{C}$ , les nitrures de chrome précipitent également aux joints de grains  $\alpha/\alpha$ . La précipitation peut aussi être intergranulaire, dans ce cas les nitrures de chrome ont une forme de

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

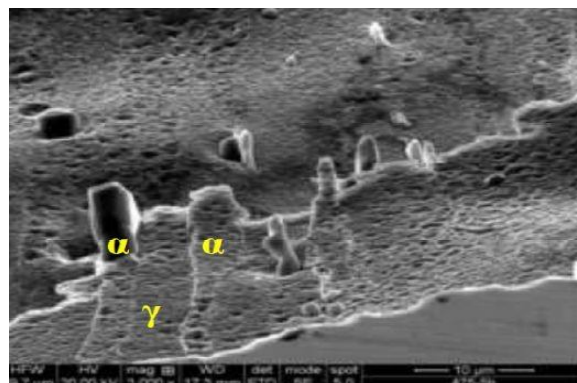
disque ou de lamelle. Plus la température du traitement thermique est élevée, et plus la teneur en azote solubilisée dans la ferrite est grande, engendrant une concentration en Cr<sub>2</sub>N plus importante lors de la trempe [49].



**Figure I.19** Formation de nitride CrN [51].

- **La phase  $\alpha'$**

Dans un système Fe-Cr de température inférieure de 350 à 550 °C, la phase ferrite se transforme en deux phases ferritiques : phases riches en Cr ( $\alpha'$ ) et pauvres en Cr ( $\alpha$ ) riches en fer via une décomposition spinodale [37]. Cette transformation est plus prononcée à 475 °C, communément appelée fragilisation à 475°C (Fig.I.20).



**Figure I.20** Formation de phase  $\alpha'$  [52].

# Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---

## I.2.7 - Soudabilité et mise en œuvre des duplex

La soudabilité des aciers duplex est très bonne, avec une faible sensibilité à la fissuration. La teneur élevée en azote permet de limiter la proportion de ferrite associée à la plus grande vitesse de refroidissement, avec toutefois des précautions lors du soudage (faible énergie de soudage, métal d'apport enrichi en nickel et en azote). Les caractéristiques de la soudure restent très proches de celles du métal de base (résistance mécanique et à la corrosion). Au niveau de leur mise en œuvre, la présence de ferrite limite la tendance à la crique, les impuretés se plaçant en solution solide dans la ferrite au lieu de se ségréger dans les zones de fin de solidification [5].

## I.2.8 Les contraintes d'utilisation des aciers inoxydables duplex

Les aciers inoxydables duplex ont cependant des limitations. En effet, la ferrite est comparativement moins stable que l'austénite. Lors du refroidissement dans le moule, à partir de 1000°C, il y a précipitation de carbures puis de phase « sigma ». A plus basse température (300-500°C), se produit une précipitation de phases intermétalliques.

Enfin, à température élevée (>1150°C), la solubilité de l'azote dans la ferrite augmente et conduit à la précipitation de nitrures de chrome au refroidissement. Ces phases sont dures et fragilisantes, qui consomment des éléments d'alliage et diminuent la tenue à la corrosion des pièces [5].

# **Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex**

---

## **I.2.9 - Les applications industrielles des aciers inoxydables duplex**

Selon Lo et al. [23]. et Hussain [26] et Charles [54], les aciers inoxydables duplex sont utilisés dans les industries pétrolière et gazière pour résister à la corrosion (un problème majeur qui provoque la défaillance des pipelines).

Les aciers inoxydables duplex sont utilisés dans les tuyaux de fond et les têtes de puits, les conduites d'écoulement, les ombilicaux, les cuves de tuyauterie de procédé, les systèmes d'eau, les usines de dessalement, les équipements de dépollution, les chimiquiers, les pièces mécaniques, le système haute pression et les échangeurs de chaleur [33, 54].

Ils trouvent également des applications dans les usines de pâtes et papiers, les fluides de traitement contenant des chlorures, les solutions de carbonate d'ammonium, les industries minières et de traitement des minéraux, les usines d'engrais et de nombreuses autres industries chimiques [55].

## Chapitre I : Propriétés et Caractéristiques de l'Acier X70 et de l'Acier Inoxydable Duplex

---



**Figure I.21** Quelques utilisation de l'acier inoxydable duplex : (a) Pont du port de la Californie (b) Pont hélix au Singapour, (c) arcs d'Oman (d) Fondation in Paris [56].



**Références Bibliographiques**

## Références Bibliographiques

---

### Références Bibliographiques

- [1] S. Mohammed, “Iron – Carbon Diagram Explanation”, Material Science, 2020.
- [2] G. Regheere, “Les aciers Duplex aux propriétés d’usage importantes”, le blog expert de la métallurgie, 2019.
- [3] N. Hussein, “Materials Science and Engineering, Edition de: International Energy and Environment Foundation”, 313 pages, 2017.
- [4] I. Costa, M. Batková, I. Batko, A. Benabou, C. Mesplont, and J. B. Vogt, “The Influence of Microstructure on the Electromagnetic Behavior of Carbon Steel Wires”, Crystals, 12, 576, 2022.
- [5] G. Regheere, “Aciers micro-alliés à traitement thermique intercritique”, metalblog, 2020.
- [6] M. Muller and F. Schroter, “Nouveaux aciers à haute limite d’élasticité application aux ouvrages d’art, recherche scientifique”, Paris, 2005.
- [7] H. Robert, “Thermomechanical Treatment of Steels, in Steels: Microstructure and Properties (Fourth Edition)”, Journal of Materials Research and Technology, 2017.
- [8] N. Garg, and S. Panwar, “Effet of austenization and cooling on hardening of X65 grade line- pipe HSLA steel”, Department of Physics, Maharishi Markandeshwar University, Mullana Ambala, India, 2015.
- [9] J. Gray and W. Fazakerley, “37th Annual Conf of Metallurgists”, Calgary, AB, Canada, 1998, August 16–19, CIM, Canada, pp. 1-31, 1998.
- [10] “Welding pressure pipelines & piping systems”, Guide, Procedures and Techniques
- [11] J. Paules, “Practical considerations in microalloying with vanadium, niobium, or titanium”, Proc. Of the Inter. Symp. on Micro-alloyed Vanadium Steels, Cracow, 19–32, 1990.
- [12] D. Bhadeshia, and R. Honeycomb, “Steels Microstructure and Properties”, 3<sup>rd</sup> ed, Elsevier, 2006.
- [13] V. Renaud, “Étude des mécanismes de fragilisation par l’hydrogène des aciers non alliés en milieu H<sub>2</sub>S humide : contribution de l’émission acoustique”, 2008.
- [14] Masteel, “What is a High Strength Low Alloy Steel (HSLA Steel)”, 2017.  
<https://masteel.co.uk/news/high-strength-low-alloy-steel-hsla-steel/>
- [15] K. Kofiani, A. Nonn, and T. Wierzbicki, “New calibration method for high and low triaxiality and validation on SENT specimens of API X70”, International Journal of



## Références Bibliographiques

---

- Pressure Vessels and Piping, 2013.
- [16] R. W. Fonda and G. Spanos, “Microstructural evolution in Ultra-Low-Carbon Steel Weldments Controlled Thermal Cycling and Continuous Cooling Transformation Diagram of the Weld Metal”, Metallurgical and Materials Transactions, 2000.
- [17] J. E. Ramirez, S. Mishael, and R. Shockley, “Properties and Sulfide Stress Cracking Resistance of Coarse- Grained Heat – Affected Zones in V – Micro alloyed X60 Steel Pipe”, Welding Journal, 2005.
- [18] American Petroleum Institute, “Specification for Line Pipe. ANSI/API Specification 5L”, 44th ed, American Petroleum Institute, 2008.
- [19] G. Frederic, “AcierMicroallieBaintitique”, Innovative solution for metal transformation, 2020.[www.farinia.com](http://www.farinia.com)
- [20] <https://www.derbosteelpipe.com/api-5l-x70-fbe-coated-steel-pipe-18-inch-sch-40.html>
- [21] Document téléchargé le 06/06/2022, de <https://www.a3ms.fr/les-aciers-inoxydables/>
- [22] M. Liljas, “80 years with duplex steels, a historic review and prospects for the future”, In: 6th European Stainless Steel Conference, Helsinki. 2008.
- [23] C. Shek, K.H.Lo, and J.K.L.Lai, “Recent developments in stainless steels”, Materials Science and Engineering: R: Reports, **65**(4-6), pp.39-104, 2009.
- [24] S. Aribo, “Corrosion and Erosion-Corrosion Behaviour of Lean Duplex Stainless Steels in Marine and Oilfield Environments”, The University of Leeds, 2014.
- [25] J. Alsarraf, “Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Super Duplex Stainless Steels”, PhD Thesis, 2010.
- [26] E. Hussain, and A. Husain. “Erosion-corrosion of duplex stainless steel under Kuwait marine condition”, Desalination, 183(1-3), pp.227-234, 2005.
- [27] R. Francis, G. Byrne, M. Maligas, and G. R. Warburton, “The selection of superduplex stainless steel for oilfield applications”, In: NACE corrosion conference, Paper No. 04123, New Orleans, La. NACE International, 2004.
- [28] A. Karimi, “Cavitation erosion of a duplex stainless steel”, Materials Science and Engineering, 86(0), pp.191-203, 1987.
- [29] K. Hashimoto, K. Asami, and K. Teramoto “Corrosion Science”, pp.3- 14, 1979.

## Références Bibliographiques

---

- [30] H. Nagano, “Highly Corrosion Resistance Duplex Stainless”, *Metaux Corrosion Industrie*, Vol. 667, pp. 81-88, 1981.
- [31] P. Yunan, M. Ikeda, S. Manville, and A. Nishikawa, “Effect of pH and Chloride Concentration on the Corrosion of Duplex Stainless Steel”, *The Arabian Journal for Science and Engineering*, Vol. 34, 2009.
- [32] D. Kotecki, and T. Siewert, “WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals: A Modification of the WRC-1988 Diagram”, *Welding Journal*, 71(5), pp. 171s-178s, 1992.
- [33] R. Gunn, *Duplex Stainless Steel – Microstructure, Properties and Applications*, Abington Publishing: Cambridge, England, 1997.
- [34] J. O. Nilsson, T. Huhtala, P. Jonsson, L. Karlsson, and A. Wilson, “Structural Stability of Super Duplex Stainless Weld Metals and Its Dependence on Tungsten and Copper”, *Metallurgical and Materials Transactions*, pp. 2196-2208, 1996.
- [35] J.O. Nilsson, “Overview: Super Duplex Stainless Steels”, *Material Science Technology*, V8, pp 685-700, 1992.
- [36] L. Bela, “Stainless Steel and their Properties 2nd revised edition”, AvestaSheffield AB, Stockholm, 1998.
- [37] J. Gagnepain, “Transformations structurales dans les aciers inoxydables austeno-ferritiques : influence des éléments d’alliage”, *Journal de Physique IV Colloque*, 1994.
- [38] P. Frédéric, “Influence de l’azote sur les mécanismes de fissuration en fatigue-corrosion d’un acier inoxydable austéno-ferritique de type Z3 CN D 22 05”, 1994.
- [39] D. Mustapha, “Effet de la cinétique de précipitation sur la résistance à la corrosion de l’acier inoxydable duplex 2205 et de l’alliage d’aluminium 2000”, thèse de doctorat, 2018.
- [40] Y. Guo, T. Sun, J. Hu, Y. Jiang, L. Jiang and J. Li, “Microstructure Evolution and Pitting Corrosion Resistance of the Gleeble-Simulated Heat-Affected Zone of a Newly Developed Lean Duplex Stainless Steel”, *J. Alloy. Compd* 658, 1031–1040, 2016.
- [41] B. Josefsson, J. Nilsson, and A. Wilson “Duplex Stainless Steels '91”, *Les Editions de Physique*, p 67, 1991.
- [42] I. Mészáros, B. Bögre, “Complex Study of Eutectoidal Phase Transformation of 2507-Type Super-Duplex Stainless Steel”, 2019.
- [43] K. W. Chan and S. Tjong, “Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels”, *Department of Physics and Materials Science, City University of Hong Kong, Tat Chee Avenue*, 2014.

## Références Bibliographiques

---

- [44] N. Kherrouba, “Précipitation de la Phase sigma et des Carbures de Chrome dans les Soudures D’acier Inoxydable Duplex”, Thèse de Magister, Département de Métallurgie, ENP, 2005.
- [45] P. Cunat, “Les aciers inoxydables”, Chapitre XXII, p. 795-835, Les éditions de physique, 1990
- [46] J. Michalska, M. Sozańska, “Qualitative and quantitative analysis of  $\sigma$  and  $\chi$  phases in 2205 duplex stainless steel” Mater. Charact. 56, 355–362. 2006.
- [47] D.M. Escriba, E. Materna-Morris, R.L. Plaut, A.F. Padilha “Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel” Mater Charact 60:1214–1219, 2009.
- [48] P. Paulraj, R. Garg, “Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super duplex stainless steel”, Advances in Science and Technology Research Journal Vol. 9 (27) 2015.
- [49] C. Baumhauer, “Influence du niobium sur la microstructure et les propriétés d’usage des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)”, Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés, 2018.
- [50] I. Zucato, M. C. Moreira, I. Machado, and S. M. G. Lebrão, “Microstructural characterization and the effect of phase transformations on toughness of the UNS S31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C”, Materials Research 5, 385- 389, 2002.
- [51] M. Knyazeva, “Precipitation Behavior of Duplex Steels, Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides, Metallography, Microstructure, and Analysis, 2013.
- [52] C. Mek, D. Engelberg, S. Lyon, and T. Ladwein, “Effect of “475 °C embrittlement” on the corrosion behavior of grade 2205 stainless steel investigated using local probing technique”, Corros. Manag. Mag, 115, 9–11, 2013.
- [53] “Edit par International Molybdenum Association (IMOA)”, guide pratique pour le travail des aciers inoxydables duplex, 2011. <https://docplayer.fr/5928276-Guide-pratique-pour-le-travail-des-aciers-inoxydables-duplex.html>
- [54] J. Charles, “Duplex Stainless Steels - a Review after DSS ‘07 held in Grado”, steel research international, 2016.
- [55] R.B. Francis, “Experiences with Zeron 100® super duplex stainless steel in the process industries” In: Stainless Steel World: KCL Publishing, pp.613 – 624, 1999.
- [56] H. Bernard, “projet international stainless steel forum (ISSF)”, Worldstainless.org, 2018.



**Chapitre. II Soudage des aciers  
dissimilaires**

# Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

---

## Introduction

L'étude du soudage des métaux dissemblables est une question importante en raison de leurs applications croissantes dans de nombreux domaines industriels. Et à l'heure actuelle, de nombreuses techniques des soudages ont été utilisées pour le soudage des métaux non semblables. Notamment, les procédés à l'état solide qui sont des procédés intéressants. Le soudage à l'état solide permet de créer une liaison mécanique en phase solide, puisque on n'atteint pas la température de fusion des matériaux à souder. Ces procédés sont le soudage par diffusion, soudage par friction, soudage par pression à froid, et soudage par explosion. Ils sont convenables surtout pour souder les métaux dissemblables, contrairement aux procédés conventionnels. Ils peuvent acquérir un joint soudé avec une force de liaison relativement élevée et fort et avec un minimum de destructions métallurgiques. La technique du soudage par diffusion à l'état solide (appelée en anglais " Solid state diffusion bonding ") et qui est utilisée dans ce travail de recherche, elle est intéressante car elle a été largement utilisée pour réaliser des interfaces fiables entre des matériaux similaires et dissemblables.

Ce chapitre est consacré aux procédés de soudage des métaux non semblables ainsi aux leurs domaines d'application, puis les classifications des procédés de soudage (soudage par fusion et soudage par pression) avec des exemples. Ensuite, une bonne partie est réservée au soudage par diffusion à l'état solide (sans fusion et par pression) avec la présentation de quelques exemples de travaux de recherche sur l'assemblage des métaux dissemblables par le soudage par diffusion et en particulier aux aciers non semblables.

## II.1 Les procédés de soudage des métaux dissimilaires

Les problèmes de durée de vie et de sûreté de fonctionnement des constructions, des machines et des unités de centrales nucléaires posent des tâches d'augmentation de la résistance et de la fiabilité des unités et des éléments structurels encouragent le développement de nouveaux matériaux liés à des métaux différents [1]. Le soudage des métaux et des alliages métalliques différent peut être effectué en utilisant diverses techniques de soudage. Les ingénieurs sont aujourd'hui confrontés au défi de joindre des matériaux différents alors qu'ils cherchent à créer de nouvelles structures ou pièces de machines dans diverses industries. L'assemblage de matériaux différents est très intéressant pour de nombreuses applications, car nous utilisons le plus coûteux que lorsque cela est nécessaire [2].

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

En fait, des assemblages différents pourraient être fréquemment rencontrés dans de nombreuses applications, notamment dans les secteurs de l'automobile, de l'aérospatiale, de l'électronique et de la construction navale. Ils sont utilisés afin d'obtenir, une bonne soudure sans fissure et qui a une résistance et une fiabilité élevées [3, 4, 5, 6]. Le soudage des matériaux dissemblables est généralement plus difficile par rapport au soudage des matériaux similaires, en raison de divers effets tels que les différences dans la composition chimique, les propriétés physiques et mécaniques des matériaux. Actuellement, le soudage des métaux dissimilaires est inévitable dans plusieurs industries d'ingénierie, il est notamment utilisé par exemple pour assembler un acier inoxydable avec un acier au carbone ou faiblement allié, et qui sont largement utilisés dans les enceintes sous pression, les chaudières, les échangeurs thermiques dans l'industrie énergétique et pétrochimique. De nos jours, diverses technologies traditionnelles et modernes d'assemblage sont utilisées dans de nombreuses applications industrielles telles que le soudage par fusion et le soudage à l'état solide. La figure II.1 présente des nombreuses applications industrielles des différents procédés de soudage des métaux dissimilaires. On peut citer :

- Les industries aéronautique et aérospatiale, par exemple pour les ailes et les fuselages,
- Les industries de transport terrestre / automobile.
- Les industries du pétrole et pétrochimique pour les plateformes de forage et les pipelines, par exemple.
- Domestique, par exemples les produits électroménagers et les meubles métalliques.
- Les industries navale et maritime, pour les panneaux des ponts et les superstructures, par exemple [8].



Figure II.1 Le soudage dans son contexte industriel [7].

# Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

## II.2 Définition de soudage

En général, le soudage est une technique qui permet d'obtenir des assemblages permanents entre deux ou plusieurs pièces des matériaux, de manière à assurer la continuité atomique entre les parties à assembler ; soit par pression, soit par fusion, soit par l'un et l'autre avec ou sans métal d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base.

## II.3 Classification des procédés de soudage

Actuellement, il existe de nombreux procédés de soudage qui sont largement utilisés dans divers technologies industriels, dont les principes et la mise en œuvre sont très différents. La classification des différents procédés de soudage peut s'effectuer selon le type de l'énergie nécessaire pour réaliser la jonction entre les parties assemblées. Pour les uns, l'assemblage est obtenu soit par : fusion locale des éléments à assembler sans action mécanique, en utilisant une source de chaleur telle que la flamme, l'arc électrique, plasma etc, ou soit par : pression pour d'autres, où la continuité métallique est obtenue sans fusion mais par une action mécanique (frottement, pression). La figure II.2 présente les deux grandes classes de soudage et les types de soudage pour chaque classe. On note que ces deux classes sont soit par fusion ou par pression :

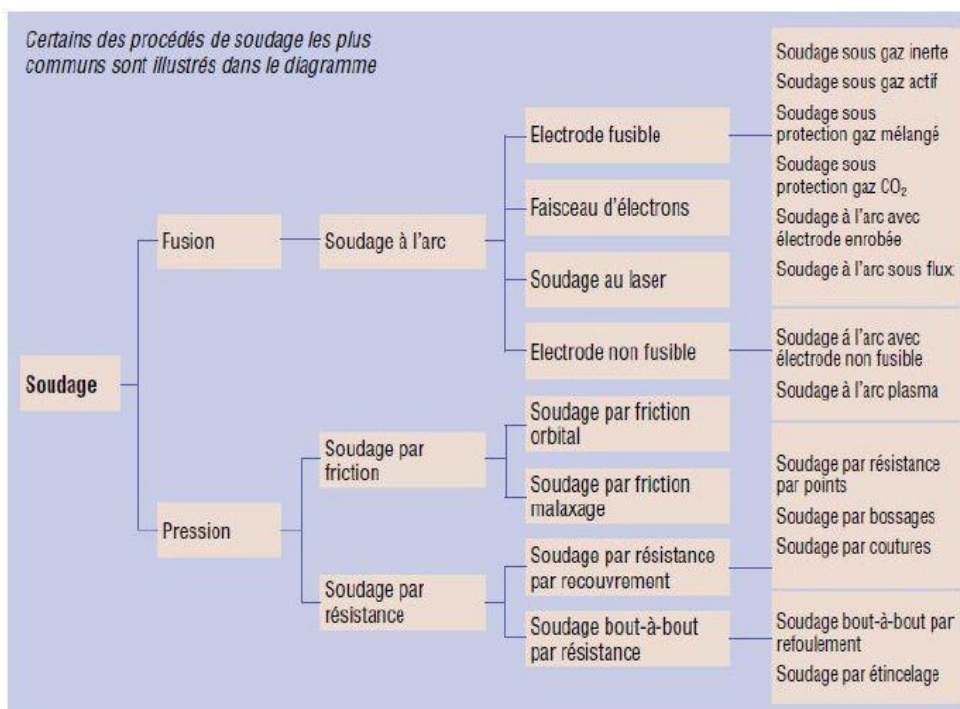


Figure II.2 Classification des procédés de soudage [8].

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

### II.3.1 Soudage par pression

Ce type de soudage est effectué par une action mécanique, c'est à dire par l'application d'une pression ou d'une friction, provoquant une déformation plus ou moins plastique. Ce procédé est effectué à froid ou à chaud pour assurant la continuité atomique entre les bords de la soudure, dont on obtient une soudure en général sans métal d'apport.

Les principaux procédés de soudage des métaux non semblables avec pression sont :

#### II.3.1.1 Soudage par résistance

Ce procédé de soudage est un procédé à chaud, sous pression et sans métal d'apport (Fig.II.3). Il consiste à échauffer localement les pièces par passage d'un courant électrique. La technique la plus utilisée est le soudage par résistance par points. Dans ce cas, les pièces à souder sont superposées et serrées localement entre deux électrodes et l'ensemble est traversé par un courant de soudage qui provoque une élévation de température. L'échauffement provoque la fusion localisée des deux pièces dans la zone située entre les deux électrodes, suivi de la formation d'un noyau de métal recristallisé. Il existe plusieurs procédés dérivés, on peut citer le soudage à la molette, le soudage par bossage ou le soudage en bout. Le point commun de ces procédés est qu'ils utilisent l'effet Joule, c'est-à dire qu'ils exploitent le phénomène de l'échauffement d'un conducteur parcouru par un courant électrique. Pour rappel, dans un circuit électrique, la chaleur dégagée par chaque élément est proportionnelle à  $R.I^2.t$  où  $R$  est la résistance de l'élément,  $I$ , l'intensité efficace du courant et  $t$ , la durée de son passage [9].

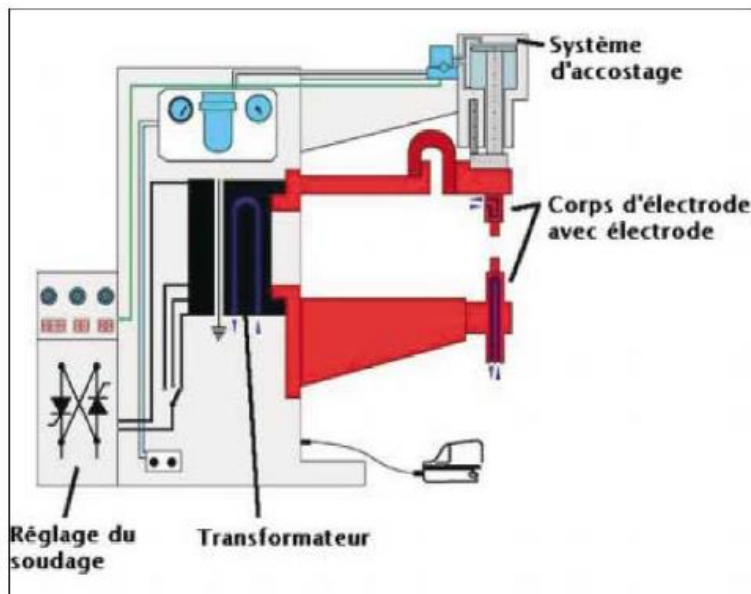


Figure II.3 Principe d'une machine à souder par point [10].



## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

---

### II.3.1.2 Soudage par friction

Le soudage par friction est un procédé de soudage mécanique où la chaleur nécessaire pour le soudage est fournie en frottant l'une contre l'autre les pièces à assembler sous une pression axiale. En pratique, le procédé de soudage par friction par rotation est le plus utilisé. Le principe de base est qu'une des deux pièces à assembler est mise en rotation et ensuite serrée contre l'autre, comme il est illustré dans la figure II.4. L'énergie apportée à la pièce en rotation est transformée, par friction, en chaleur dans la surface de contact des pièces à assembler. Cette chaleur augmente la température de la surface de séparation jusqu'à la température de forgeage sans atteindre cependant la température de fusion. A cet instant, les deux pièces sont forgées l'une à l'autre au moyen d'une pression axiale [11].

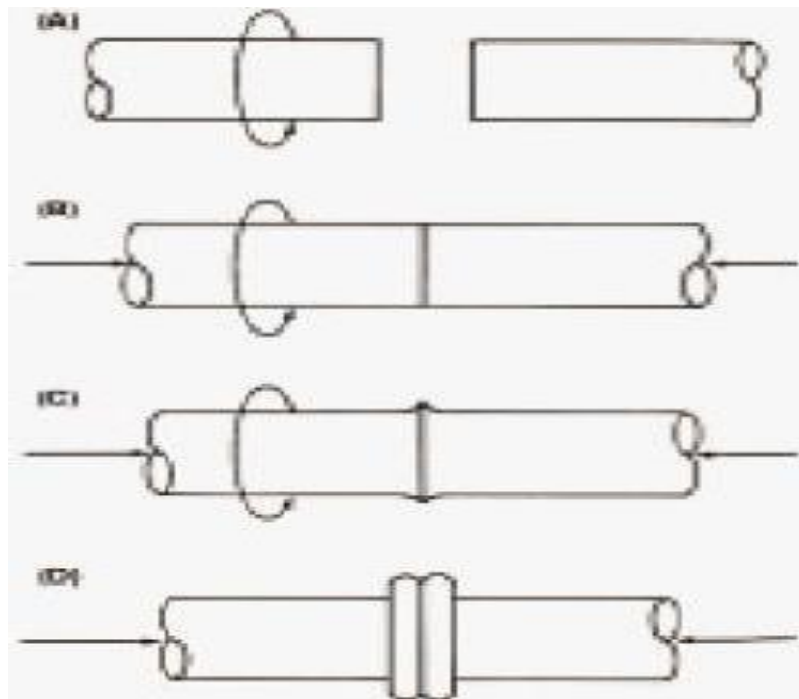


Figure II.4 Principe du soudage par friction [11].

### II.3.2 Soudage par fusion

Ce type de soudage est réalisé sous une action de la chaleur pour porter à fusion partiellement les bords des pièces à souder, sans action mécanique (sans application de pression), à l'aide d'une source d'énergie calorifique telle que la flamme de gaz, le jet de plasma, l'arc électrique, et l'énergie de rayon laser. On obtient une soudure en général avec un métal d'apport et le métal fondu devient après solidification une soudure (cordon soudé).

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

Les principaux procédés de soudage avec fusion des métaux non semblables sont :

### II.3.2.1 Soudage par laser

La configuration d'une soudure par faisceau laser, telle que décrite dans la figure II.5 présente les principaux éléments de ce procédé et qui sont : le faisceau laser, le miroir, le gaz de coupe, la buse et la pièce. Le faisceau laser est transféré sur la pièce et focalisé sur un petit point. La chaleur fond, évapore la pièce et le faisceau laser est entouré par une buse qui permet à un flux de gaz de coupe de débusquer la matière fondue ou de la vaporiser. La poutre est ensuite déplacée sur la pièce pour effectuer un soudage complet sur la zone requise de la pièce. On note que les vitesses de soudage élevées, un excellent fonctionnement automatique et la possibilité de contrôler la qualité pendant le processus font du soudage au laser une méthode de jonction courante dans la production industrielle moderne [2].

La technique de soudage au laser a été utilisée pour divers systèmes de matériaux non semblables, notamment aluminium-titane, titane-nickel, titane-cuivre, cuivre-aluminium, alliages de cuivre-nickel, alliages d'aluminium-aciers et magnésium-aluminium [2].

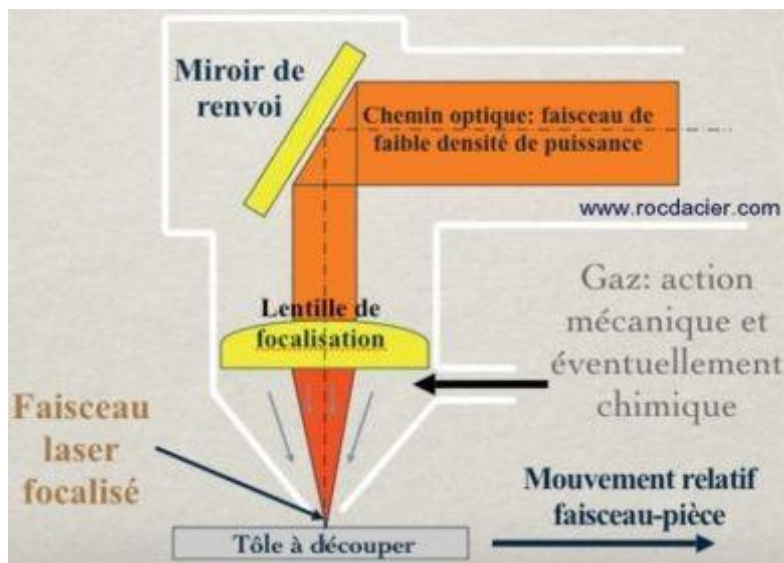


Figure II.5 Technique de soudage au laser [13].

### II.3.2.2 Soudage à l'arc

L'élément principal de ce procédé de soudage est l'électrode enrobée. La température est portée au point de fusion au moyen d'un arc électrique. Pour créer un arc électrique, une pince de masse est reliée à la pièce à souder et une électrode enrobée est fixée à une pince porte électrode. Lorsque l'électrode est proche de la pièce, un court-circuit est créé et l'arc électrique se forme. La chaleur dégagée fait fondre l'électrode et la pièce à souder.

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

L'enrobage de l'électrode fond pendant le soudage et protège le bain de soudure et l'arc de l'air extérieur, libérant des gaz et des laitiers. Le laitier est éliminé après le refroidissement du bain de soudure. (Fig.II.6) [14].

Il existe différents types de soudage à l'arc tel que le soudage TIG (Soudage au gaz inerte tungstène), Soudage MIG (Soudage au gaz inerte métal), le soudage à l'arc plasma (PAW),... etc.



Figure II.6 Soudage à l'arc électrique [7].

On note que du point de vue métallurgique, le joint soudé obtenu par ce procédé est pris comme un modèle pour montrer les différentes zones du joint et surtout la zone de fusion (ZF) et la zone affectée Thermiquement (ZAT) (Fig.II.7). Cette figure montre aussi les défauts qui peuvent se former dans un joint soudé à l'arc.

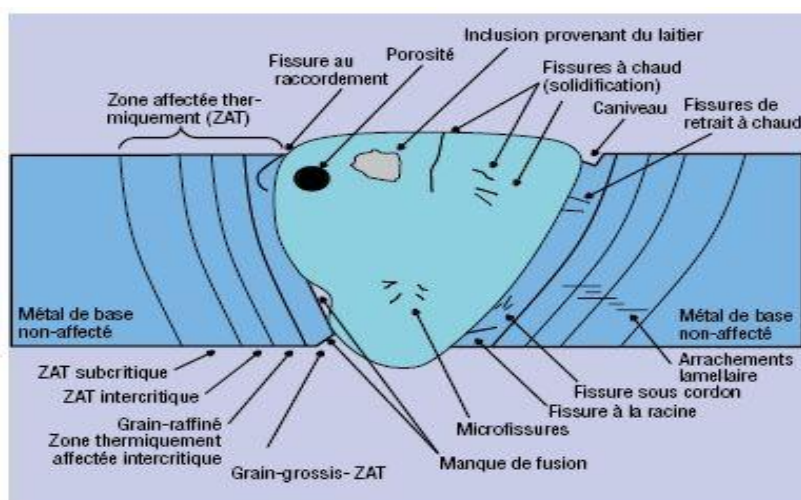


Figure II.7 Les zones et les défauts de soudage à l'arc électrique [7].

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

---

### II.4 Procédé de soudage par diffusion à l'état solide

#### II.4.1 Généralités

Le soudage par diffusion est un procédé de soudage à l'état solide qui met en œuvre l'application sur les pièces à assembler d'une forte pression, à haute température, généralement sous vide [15]. Les mécanismes de formation des assemblages sont nombreux et divers. Ils concernent l'évolution des surfaces en vis-à-vis sur le plan chimique (élimination des couches de polluants, d'oxydes), l'élimination des pores par des mécanismes de fluage et diffusion et enfin, l'homogénéisation du joint par grossissement de grain qui mène au franchissement de l'interface [16]. Cette étape d'homogénéisation est nécessaire pour obtenir des assemblages dont les propriétés mécaniques sont optimales [17].

Le soudage par diffusion fournit un nouveau procédé d'assemblage pour des métaux similaires et dissimilaires. Cependant, l'assemblage de métaux dissimilaires offre des avantages significatifs dans la conception et la fabrication de nombreux produits. La pression est appliquée sur deux métaux avec une surface nettoyée à une température inférieure au point de fusion des métaux. Ainsi, la liaison peut se produire dans leurs atomes d'interface [18,19]. Le soudage par diffusion est également connu comme un procédé d'assemblage récent et non conventionnel et qui a suscité un intérêt considérable de la part des chercheurs ces derniers temps [20], et il fait partie du procédé de soudage à l'état solide (Solid State Welding : SSW) [21]. Selon la recherche documentaire, de nombreux métaux dissimilaires ont également été soudés par SSW [22, 23, 24].

Dans tous les cas, le soudage par diffusion à l'état solide est une technique d'assemblage très intéressante, en raison de ses avantages essentiels. Selon Zhang et al. [25] cette technique est largement utilisée dans les applications industrielles (par exemple, aéronautique, aérospatiale, médicale, chimique, nucléaire et électronique, etc.) où ses avantages sont : (1) le joint parfait peut être produit sans zone de fusion, sans zone affectée par la chaleur, sans défauts, et même sans traces de collage; (2) différents matériaux, qui ne sont pas métallurgiquement compatibles, peuvent être assemblés entre eux; (3) les composants avec des structures internes complexes peuvent être produits en une seule opération.

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

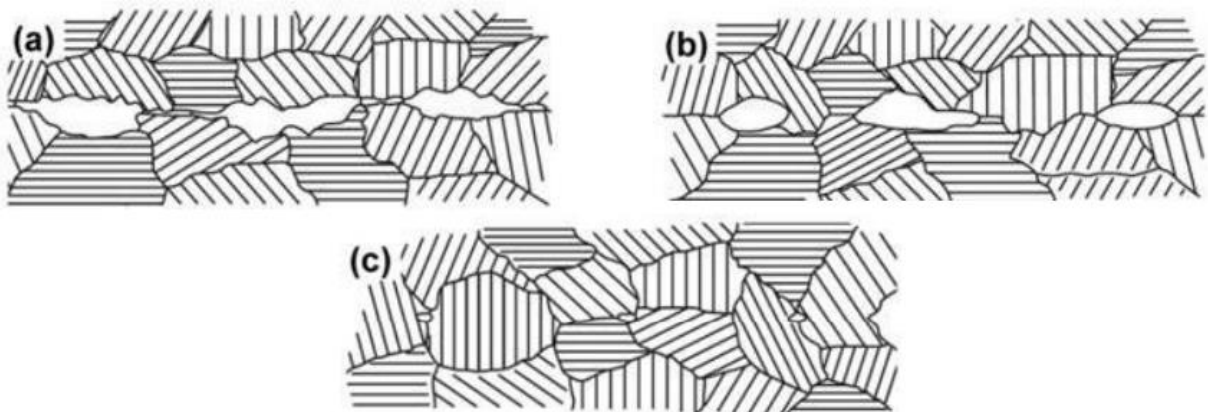
### II.4.2 Principe de soudage par diffusion

Le soudage par diffusion est un procédé d'assemblage en phase solide. Il consiste à positionner deux surfaces l'une en face de l'autre et en appliquant d'une forte pression principalement entre 2 et 20 MPa. Tout en étant placées dans une chambre thermique, portée à une température élevée, mais restant inférieure à la température de fusion du matériau à souder (généralement 0,5 à 0,8 fois sa température de fusion). Il s'agit uniquement d'une diffusion interatomique entre les différents matériaux en présence, avec la constitution d'un réseau cristallin commun à l'interface des pièces. Le temps de traitement peut atteindre une dizaine d'heures.

La figure II.8 schématise les différents stades de soudage par diffusion avec la distinction de deux stades :

- Accostage et déformation plastique localisée au niveau des aspérités (Fig. II.8.a),
- Puis résorption lente des cavités isolées par fluage et diffusion (Fig. II.8.b).

Cette étape est accompagnée par une croissance généralisée des grains permettant un franchissement de l'interface par les joints de grains, figure II.8 (c) [26, 15].



**Figure II.8** Représentation schématique des différents stades du soudage par diffusion d'un assemblage homogène [26].

### II.4.3 Les paramètres de soudage par diffusion

Les variables du soudage par diffusion sont :

1. La température est la variable la plus influente car elle détermine l'étendue de la zone de contact pendant la première étape et le taux de diffusion qui régit l'élimination des vides pendant les deuxième et troisième étapes du soudage.

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

---

2. La pression n'est nécessaire que pendant la première étape de soudage pour produire une grande zone de contact à la température de jonction. L'élimination de la pression après cette étape n'affecte pas significativement la formation des articulations. Cependant, la suppression prématurée de la pression avant la fin de la première étape est préjudiciable au processus.
3. Les finitions de surface initiales rugueuses affectent généralement le soudage en gênant le premier étage et en laissant de grands vides qui doivent être éliminés au cours des derniers stades du soudage.
4. Le temps requis pour former un joint dépend de la température et de la pression utilisée ; ce n'est pas une variable indépendante [17].

### II.4.4 Formation des intermétalliques

L'un des phénomènes principaux à éviter est la formation de composés intermétalliques qui tapissent les interfaces lorsque plusieurs matériaux sont mis en présence et que les mécanismes de diffusion (atomique) interviennent.

La diffusion entraîne la formation de deux types d'alliages de liaison :

- ✓ une solution solide : les atomes rentrent dans la maille du matériau de base et remplacent des atomes (solution solide de substitution) ou les atomes s'insèrent dans le réseau cristallin (solution solide d'insertion) ;
- ✓ un composé intermétallique : sa composition chimique est stoechiométriquement bien définie ( $Al_2Fe$  par exemple obtenu dans un joint Al/Fe). Ce sont des composés particulièrement durs qui rendent par conséquent la liaison fragile. Ces composés sont, de plus, thermiquement évolutifs et donnent naissance alors à d'autres intermétalliques par diffusion en phase solide.

La superposition des différentes couches d'intermétalliques est nuisible à la bonne tenue mécanique de l'assemblage. Il est donc important, dès le début de la mise aux points des paramètres de soudage, de bien être attentif à la composition chimique des matériaux en présence afin de limiter ou d'éviter la formation de ces intermétalliques fragilisant la liaison [26].

### II.4.5 Lois de diffusion

Il existe également certains paramètres qui affectent la liaison lors du processus de soudage par diffusion. La diffusivité peut être exprimée en fonction de la température comme suit :

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

$$D = D_o . e^{-Q / kT}$$

Où

$D$  = Diffusivité, le coefficient de diffusion à la température  $T$ ;

$D_o$  = Une constante de proportionnalité ;

$e$  = Une valeur exponentielle définie mathématiquement ;

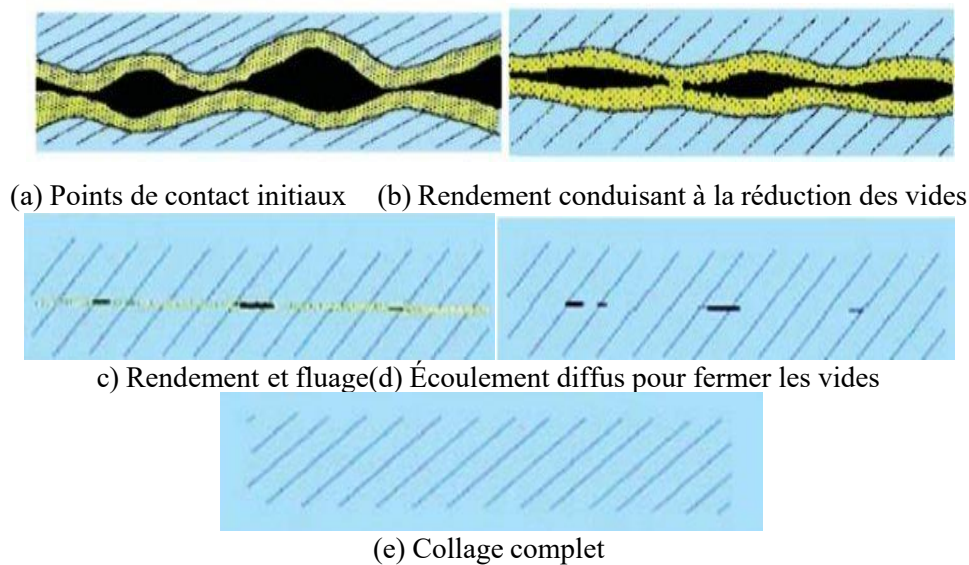
$Q$  = énergie d'activation pour la diffusion ;

$T$  = température d'activation ;

$k$  = constante de Boltzmann.

Il ressort de l'équation ci-dessus que les processus contrôlés par diffusion varient exponentiellement avec l'énergie d'activation et la température de diffusion [27].

La figure II.9 présente le mécanisme de liaison par diffusion.



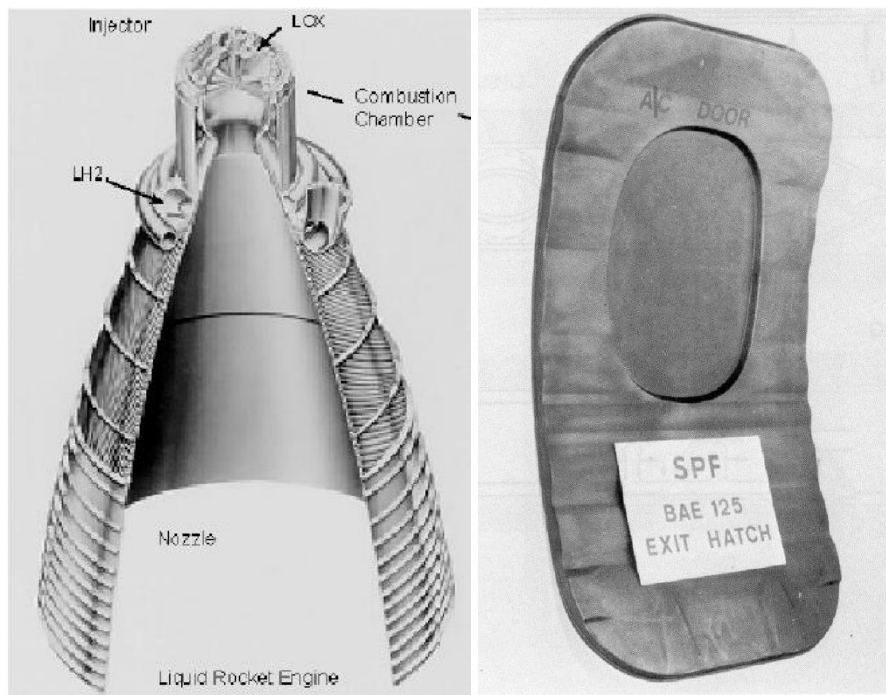
**Figure II.9** Mécanisme de liaison par diffusion schématiquement illustré [28].

### II.4.6 Applications

Le soudage par diffusion est de plus en plus applicable à l'industrie aérospatiale et il est également utilisé pour différentes applications en développement avancé, telles que la fabrication de nids d'abeilles, composants de turbines, moteurs fusées, éléments structurels, composites et laminés [20, 29].

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

Les applications du soudage par diffusion devraient augmenter au cours des prochaines années grâce à la recherche et à la formation supplémentaire des ingénieurs sur ce procédé [27]. La figure II.10 montre des panneaux fins de cuivre plats et qui ont été collés par diffusion à l'état solide en sur la paroi de la chambre de combustion d'une fusée [30]. La figure 10 b montre la trappe de sortie de l'Airbus en alliage de titane. L'assemblage par des rivets a été remplacé par le procédé de soudage par diffusion à l'état solide. L'utilisation de ce procédé a permis un gain de poids et de frais de 30 % [31].



**Figure II.10** Application de soudage par diffusion à l'Etat solide pour la fabrication (a) : de la chambre de combustion d'une fusée [30] et de la trappe de sortie de l'Airbus [31].

### II.4.7 Quelques avantages du soudage par diffusion

Les principaux avantages du soudage par diffusion sont :

- ✓ Le joint peut être réalisé avec des propriétés et des microstructures très similaires à celles du métal de base. Ceci est particulièrement important pour les fabrications légères.
- ✓ Le composant peut être assemblé avec une distorsion minimale et sans usinage, ni formage ultérieurs.



## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

---

- ✓ Des matériaux différents et des alliages différents peuvent être soudés (métaux, céramiques, graphite, verre) qui ne sont pas soudables par des procédés de fusion ou par des procédés nécessitant une symétrie axiale.
- ✓ Des soudures de haute qualité sont obtenues (pas de pores, inclusions, ségrégation chimique, distorsions)
- ✓ Un grand nombre de joints dans un assemblage peuvent être réalisés simultanément
- ✓ Les composants avec un accès limité aux joints peuvent être assemblés par ces processus
- ✓ De grands composants métalliques nécessitant un préchauffage important pour le soudage par fusion peuvent être assemblés par ce procédé.
- ✓ Les défauts normalement associés au soudage par fusion ne sont pas rencontrés.
- ✓ Avantages économiques [17, 32].

### II.1.1 Les limites de soudage par diffusion

Les limites de soudage par diffusion sont :

- ✓ Généralement, la durée du cycle thermique est plus longue que celle des procédés de soudage conventionnels
- ✓ Les coûts d'équipement sont généralement élevés, ce qui peut limiter la taille des composants qui peuvent être produits de manière économique
- ✓ Les processus ne sont pas adaptables aux applications à haute production, bien qu'un certain nombre d'assemblages puissent être traités simultanément.
- ✓ Les techniques d'inspection non destructive adéquates pour l'assurance qualité ne sont pas disponibles, en particulier celles qui garantissent les propriétés de conception du joint
- ✓ Les métaux d'apport et les procédures appropriés n'ont pas encore été développés pour tous les alliages structuraux
- ✓ Les surfaces à assembler et l'aménagement des pièces de raccordement ont généralement nécessité plus de soin lors de la préparation que pour le procédé de soudage sous pression à chaud conventionnel.
- ✓ La nécessité d'appliquer simultanément de la chaleur et une force de compression élevée dans l'environnement restrictif d'un vide ou d'une atmosphère protectrice est un problème majeur d'équipement avec le soudage par diffusion [17].

# Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

## II.2 Métaux dissimilaires soudés par diffusion à l'état solide

La technologie d'assemblage de matériaux est vitale pour la croissance de diverses industries telles que le nucléaire, l'aérospatiale, l'automobile, la production d'électricité, la construction navale, le pétrole, la pétrochimie et l'ingénierie des processus. Les progrès dans les différentes technologies d'assemblage améliorent la productivité et la qualité de composants joints. L'amélioration de la productivité et de la qualité en incorporant des solutions rentables dans les processus de fabrication, nécessite également des développements innovants dans les technologies et les processus d'assemblage [33]. Le soudage de matériaux dissemblables est généralement plus difficile que celui des matériaux similaires, en raison de divers facteurs tels que les différences dans la composition chimique, les propriétés physiques et mécaniques des matériaux soudés. La liaison par diffusion à l'état solide est intéressante pour l'assemblage des matériaux différents, car la formation de composés intermétalliques fragiles (IMC) ainsi que la ségrégation chimique et l'accumulation de contraintes résiduelles à l'interface de liaison peuvent être relativement faible par rapport à d'autres techniques de soudage [34]. Il est capable de lier des métaux différents, qui sont difficiles à souder par d'autres procédés de soudage : Acier au tungstène, Acier au niobium, Acier inoxydable au titane, Or aux alliages de cuivre [32]. De nombreuses recherches ont été publiées sur le comportement de diffusion lors de liaisons dissemblables [25].

### II.5.1 Paramètres de soudage par diffusion pour des couples métalliques différents

Le tableau II.1 présente quelques couples de soudage des métaux dissimilaires et qui ont été soudés par diffusion avec leurs paramètres optimaux (Température, Pression, Temps).

Métal 1	Métal 2	Intermétallique	Température (°C)	Pression (N/mm <sup>2</sup> )	Temps (minutes)	Les références
Acier inoxydable duplex	Acier à faible teneur en carbone	-	900	Serré par gabarits	180	[35]
Titane	acier inoxydable	-	750 à 850	5 à 15	60 à 120	[27]
Acier inoxydable duplex	Alliage de titane	-	650 et 800	10	30	[36]
l'acier à haute résistance XM19	l'acier inoxydable AISI 316L	-	200 à 1200	20 à 200	-	[37]
Acier inoxydable 304L	Alliage de zirconium	Nikel et Titane	800 à 900	30 à 90	-	[38]
Acier Inoxydable 304L	Acier à faible teneur en carbone	Acier Inoxydable 304L	850 à 950	90	10	[39]

**Tableau II.1** Quelques couples des métaux dissimilaires soudés par diffusion à l'état solide.

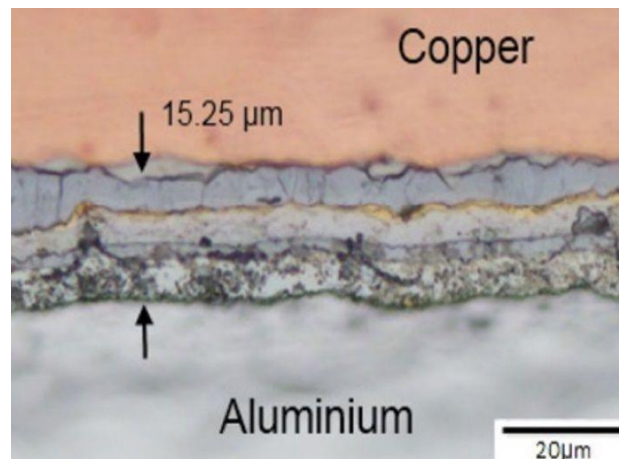
## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

### II.5.2 Quelques exemples de travaux de recherche sur le soudage par diffusion des métaux dissimilaires

Dans cette partie d'étude on présente l'aspect métallurgique de quelques travaux de recherche sur le soudage par diffusion des métaux dissimilaires :

#### II.5.2.1 Soudage par diffusion à l'état solide de l'aluminium avec le cuivre

Elsa [40], réalisa avec succès un soudage par diffusion à l'état solide de l'aluminium avec le cuivre comme il est illustré dans la figure II.11 qui montre la microstructure du joint soudé. Elle a utilisé une pulsation de pression qui cassant la couche d'oxyde présent au niveau des surfaces métalliques de contact tandis qu'une pression de liaison accrue est envisagée pour produire une déformation plus compressive (effet de compression) sur la couche de réaction, dont la température de liaison (600 C°) et le temps (60 min) ont été maintenus constants tandis que la pression de liaison était modifiée entre 5 et 12,5 MPa.



**Figure II.11** Micrographie montrant l'interface de transition entre l'aluminium et le cuivre [40].

#### II.5.2.2 Soudage par diffusion à l'état solide de couples Fe/ Cu et Cu/Ag et Al/Cu et Al/Ni

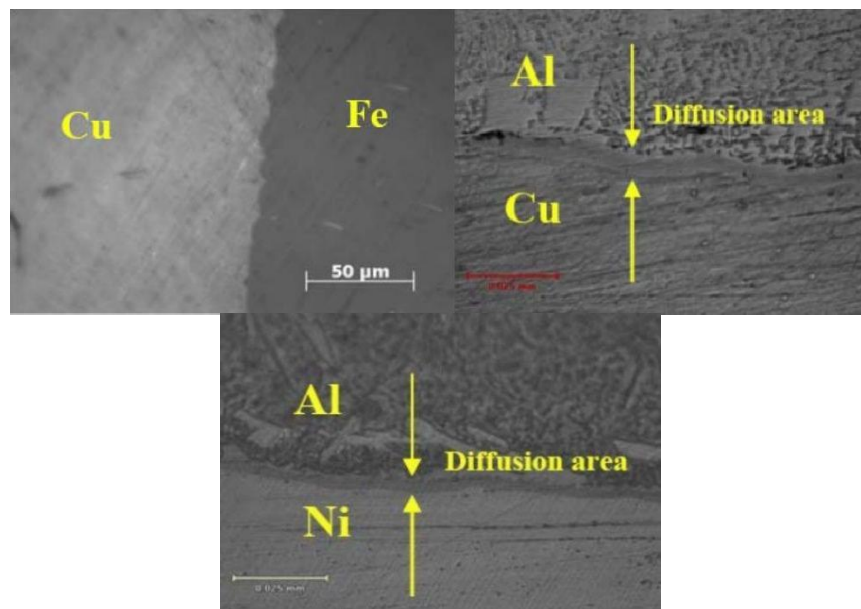
Tsakiris [41], réalisa le soudage par diffusion de plusieurs couples formés des métaux dissemblables Cu/Fe, Cu/Ag, Cu/Al et Al/Ni avec le choix de paramètres technologiques optimaux (température, temps, pression, atmosphère) (Tableau II.2).

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

Couple métallique	Temp du four. zone 1 (°C)	Temp du four. zone 2 (°C)	Temp du four. zone 3, 4 et 5 (°C) (Température de traitement de collage par diffusion)	Bande de vitesse du four (mm / min)	Temps de maintien sur la bande du four dans les zones: 3, 4 et 5 (min)
Cu-Fe	650	700	1100 ± 10	max.180	10 ± 2
Cu-Ag	650	650	800 ± 10	max.180	10 ± 2
Cu-Al	500	500	640 - 650	max.180	8 ± 2
Al-Ni	500	500	660 - 670	max. 90	16 ± 2

**Tableau II.2** Les paramètres de soudage des couples métalliques par diffusion [41].

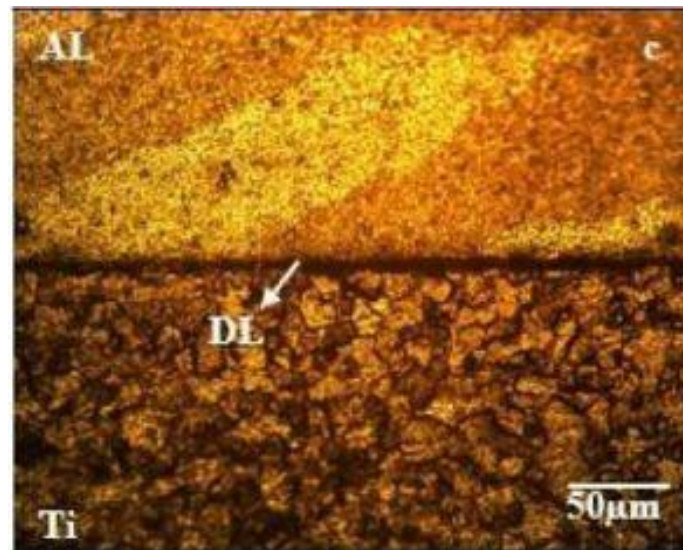
La figure II.12 présente la microstructure des différents joints soudés par diffusion. On peut constater la différence microstructurale d'un joint à un autre. On constate la formation de la zone d'inter-diffusion des atomes à travers l'interface.



**Figure II.12** Microstructures des différents joints soudés par diffusion [41].

### II.5.2.3 Soudage par diffusion à l'état solide de titane avec l'alliage d'aluminium AA 7075

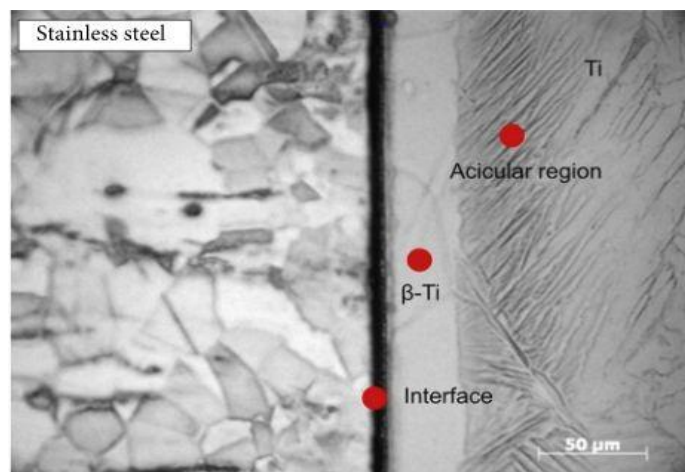
Rajakumar [42], effectua une étude sur le soudage par diffusion de titane avec alliage d'aluminium AA 7075, à une température de soudage de 510 ° C, une pression de 17 MPa et un temps de maintien de 37 min. La microstructure de ce couple soudé est illustrée dans la figure II.13. On constate que l'interface (indiquée par DL) est très visible dans la figure II.13.



**Figure II.13** Micrographies optiques de la région d'interface entre titane et alliage d'aluminium AA 7075[42].

### II.5.2.4 Soudage par diffusion à l'état solide d'aciers inoxydables avec le titane

De-Feng et al. [43], réalisèrent un de soudage par diffusion de titane avec un acier inoxydable dont, la température optimisée est comprise entre 800 et 950 ° C, pour une période de 60 à 120 min. Ils confluèrent qu'un joint solide peut être obtenu, mais des phases Fe-Ti et Fe-Cr-Ti cassantes se forment à l'interface, comme il est illustré dans la figure II.14.



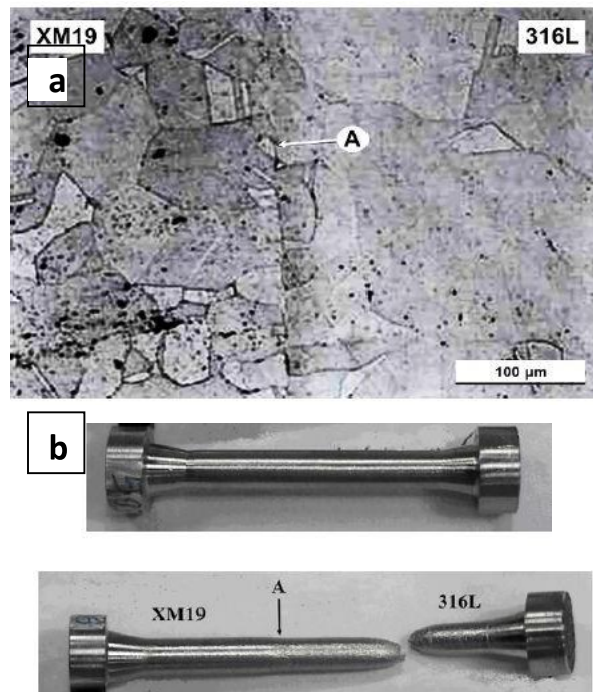
**Figure II.14** Une morphologie typique de joint soudé entre Ti et acier inoxydable AISI 321 [43].

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

### II.5.3 Quelques exemples de soudage par diffusion des aciers dissimilaires

#### II.5.3.1 Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier XM19 à l'acier 316L

Butrim [37], étudia le soudage par diffusion de l'acier à haute résistance XM19 à l'acier inoxydable AISI 316L avec utilisation de la compression isostatique à chaud (HIP) (hotisostatic pressing) dans un intervalle de température de 200 à 1200 ° C et à une pression de 20 à 200 MPa. La figure II.15a montre la microstructure du joint dissimilaire où on constate la trace de l'interface. Par contre la figure II.15b montre la zone de rupture après un essai de traction sur une éprouvette composée de ces deux aciers dissimilaires.



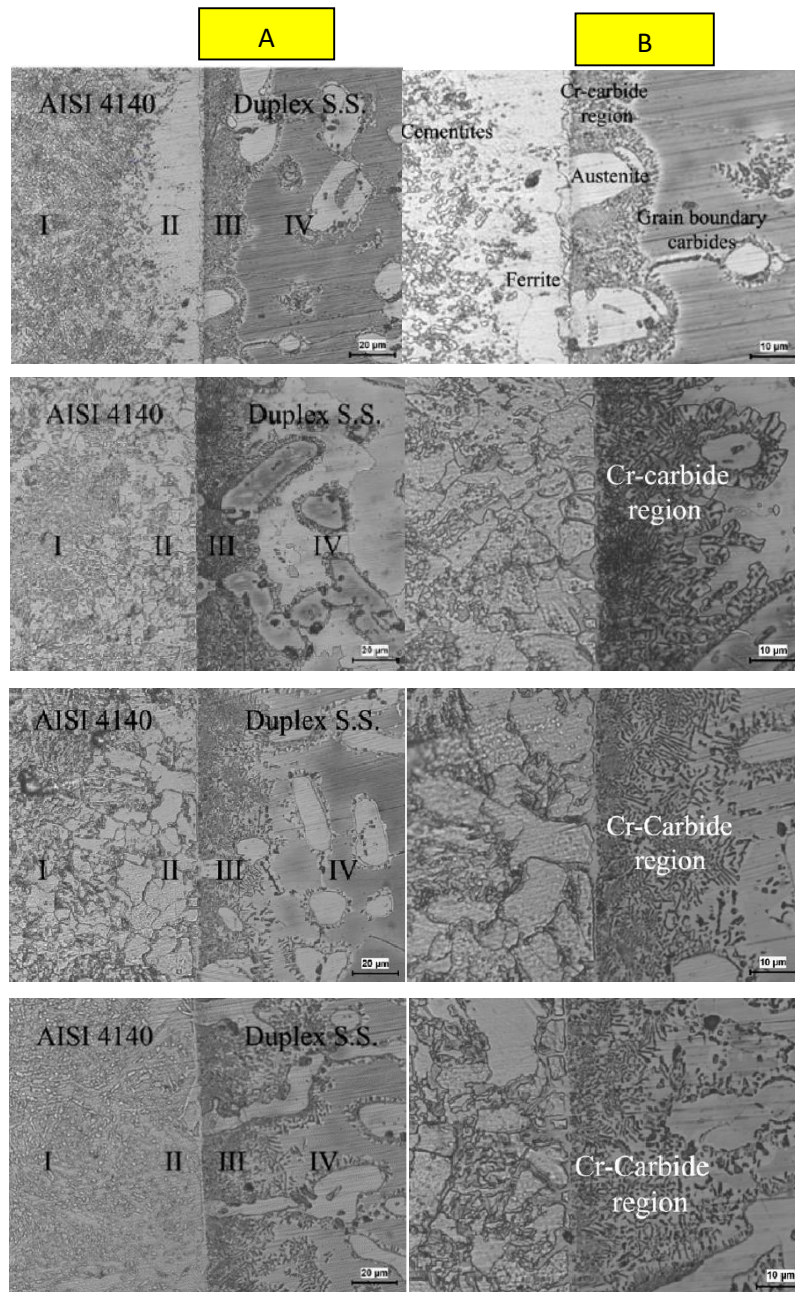
**Figure II.15** (a) : Micrographie du joint soudé des deux aciers XM19/316L et (b) : état des éprouvettes de traction bimétalliques XM19 / 316L avant et après essai de traction [37].

#### II.5.3.2 Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier à moyenne teneur en carbone à l'acier inoxydable duplex

Bulent et al [44], soudèrent avec succès l'acier à moyenne teneur en carbone à l'acier inoxydable duplex par le procédé de soudage par diffusion. Des températures relativement intermédiaires telles que 750, 800, 850 et 900 °C ont été utilisées avec un temps de maintien de 30 min. Dans cette étude, les changements microstructuraux et les propriétés mécaniques dans la région d'interface des couples d'acier inoxydable duplex et d'acier à teneur moyenne en carbone ont

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

été déterminés (Fig.II.16). Les résultats ont montré que, dans la région de l'interface, Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> s'est formé du côté de l'acier inoxydable, tandis que la formation de ferrite a été observée du côté de l'acier au carbone en raison de la diffusion mutuelle de C et Cr.

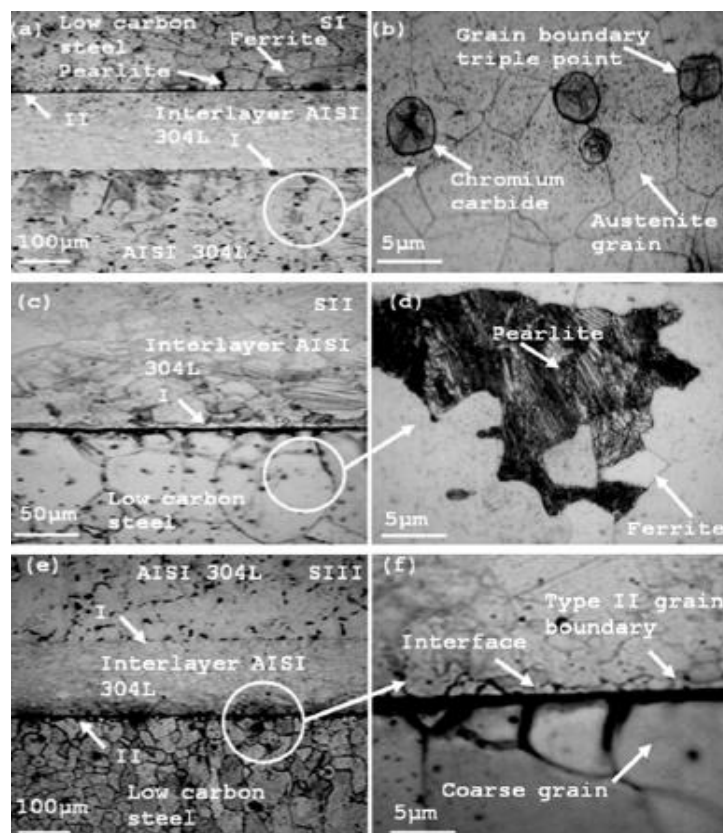


**Figure II.16** Micrographies optiques de l'interface de soudage de l'échantillon soudé à température 800, 850 et 900 °C, (A) pour les grossissements inférieurs et (B) pour les grossissements supérieurs [44].

## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

### II.5.3.3 Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier AISI 304L à l'acier à faible teneur en carbone

Vigraman et al. [39], conduisaient une étude sur le soudage de l'acier AISI 304L à l'acier à faible teneur en carbone, avec intercalaire en acier AISI 304L. Le soudage a été effectué à températures de 850, 900 et 950 C, avec un temps de maintien de 90 minutes à une pression de 10 MPa. La microstructure du joint soudé est illustrée dans la figure II.17. L'essai de traction a révélé que les joints de transition ont atteint une résistance à la traction maximale de 340,5 MPa. Les valeurs du coefficient de diffusion ont été estimées pour Cr, Ni et Mn et qui étaient plus élevées que les valeurs rapportées par les auteurs précédents en raison de l'augmentation de 30 min du temps de soudage. Des micrographies optiques et des images de microscopie électronique à balayage (MEB) ont montré la croissance des grains, la largeur de la région diffusée et les détails fins de la structure de l'interface. La résistance à la traction des joints soudés par diffusion n'a pas été affectée en raison de la formation de composés intermétalliques à l'interface, car la rupture s'est produite dans le métal de base en acier à faible teneur en carbone.



**Figure II.17** Microstructures des interfaces d'échantillons soudés à des températures (a, b) 850°C, (c, d) 900°C, (e, f) 950°C, les images agrandies correspondantes sont affichées sur le côté droit, à savoir (b), (d) et (f) [39].



## Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

---

### II.5.3.4 Soudage par diffusion à l'état solide de deux couples d'aciers :

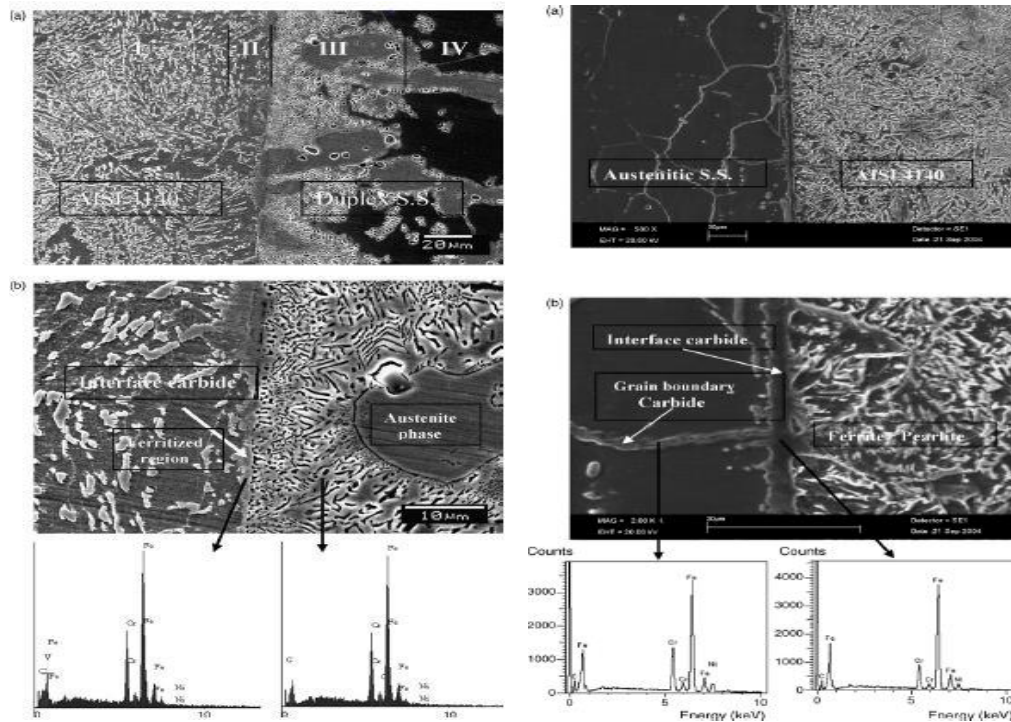
#### **l'acier inoxydable duplex à l'acier à faible teneur en carbone**

#### **l'acier inoxydable austénitique à l'acier à faible teneur en carbone**

Kurt [45], réalisa un travail de recherche sur le soudage d'un acier inoxydable duplex et un acier inoxydable austénitique et qui ont été liés par diffusion à l'acier à teneur moyenne en carbone. Les liaisons ont été réalisées sous une pression de 8 MPa à une température de 900°C pendant 30 min (Fig.II.18 et Figure II.19).

Les différences de morphologie d'interface de liaison par diffusion des couples duplex/acier à moyenne teneur en carbone et austénitique/ à moyenne teneur en carbone ont été étudiées. Ils trouvèrent les résultats suivants :

- Les interfaces des couples soudés étaient exemptes de micropores et des fissures.
- La microstructure de la zone d'interface était constituée de carbures de chrome.
- La microstructure de l'acier inoxydable duplex était constituée d'un réseau de carbures de chrome en phase ferrite d'acier inoxydable duplex tandis que seul le carbure aux joints de grains était formé dans l'acier inoxydable austénitique de couple soudé.
- Dans les couples duplex-austénitique/acier à moyenne teneur en carbone, la résistance maximale au cisaillement est déterminée à 767 et 475MPa, respectivement.
- Un réseau de carbures très dense s'est formé autour de la phase austénite dans la région adjacente à l'interface en duplex côté acier inoxydable. Ce comportement était différent du côté de l'acier inoxydable austénitique en raison de la plus faible diffusivité du Cr dans l'austénite.
- La sphéroïdisation de la cémentite due au Cr diffusée du côté de l'acier à moyenne teneur en carbone dans la région de l'interface a augmenté la résistance au cisaillement du joint.



**Figure II.18** Micrographies de l'interface de liaison du couple duplex/acier AISI 4140 [44].

**Figure II.19** Micrographies de l'interface de liaison du couple duplex/acier AISI 4140 [44].

### II.5.3.5 Soudage par diffusion à l'état solide de l'acier inoxydable duplex SAE 2205 à l'acier à teneur moyenne en carbone AISI 1035

Vigraman et al [46], étudièrent le soudage de l'acier inoxydable duplex 2205 à l'acier à teneur moyenne en carbone AISI 1035. Le soudage a été effectué à 850, 900, 950 et 975 C, avec temps de maintien de 60 et 90 min et des pressions de 20 et 30 MPa. Dans cette étude, ils effectuèrent une évaluation des propriétés microstructurales et mécaniques dans la région d'interface de ces couples (Fig.II.20). Ils ont confirmé la présence de produits de réaction interfaciale, tels que la phase sigma et les intermétalliques à l'interface. La résistance au cisaillement des échantillons traités à 975 C pendant 90 min et à une pression de 20 MPa était de 360,9 MPa. Fait intéressant, la capacité de la résistance du joint n'a pas été réduite en raison de la formation d'intermétalliques durs en raison de réactions de diffusion et d'interface.

# Chapitre. II Soudage des aciers dissimilaires

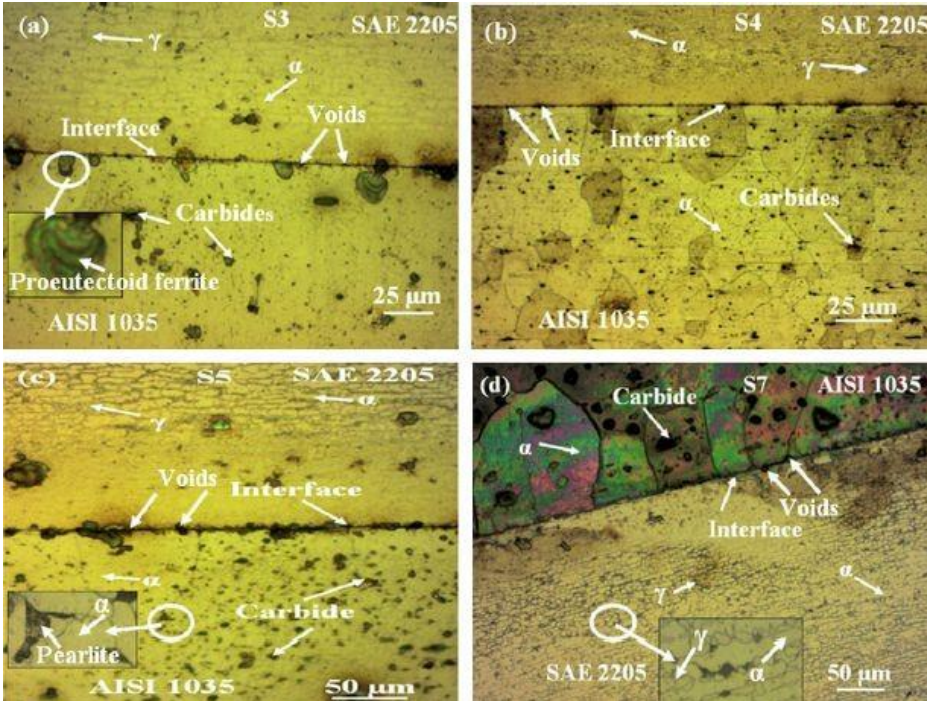


Figure II.20 Microstructure optique des échantillons soudés traités dans différentes conditions de soudage [46].



## **Références Bibliographiques**

### Références Bibliographiques

- [1] B.V. Borts, I. M. Korotkova, O. O. Lopata, V. I. Sytin, V. I. Tkachenko, and I. O. Vorobyov, “Production of Dissimilar Metals Materials by the Method of Solid-State Joining”, National Science Center “Kharkov Institute of Physics & Technology”, Open Journal of Metal, Vol.04, No.02, Pp: 40-47, 2014.
- [2] T.E. Abioye, T.O. Olugbade and T.I. Ogedengbe, “Welding of Dissimilar Metals Using Gas Metal Arc and Laser Welding Techniques: A Review”, Journal of Emerging Trends in Engineering and Applied Sciences (JETEAS), Scholar link Research Institute Journals, (ISSN: 2141-7016), Ondo State, January 2017.
- [3] J.F. Guo, H.C.Chen, C.N.Sun, G.Bi, Z. Sun, and J.Wei, “Friction stirwelding of dissimilar materials between AA6061 and AA7075 Al alloys effects of process parameters”, Materials and Design. Vol. 56, Pp: 185–192, 2014.
- [4] Y. Bozkurt, and M. Bilici , “Application of Taguchi approach to optimize of FSSW parameters on joint properties of dissimilar AA2024-T3 and AA5754- H22aluminum alloys”, Materials Science, Materials and Design. Vol. 51, Pp: 513– 521, 2013.
- [5] T.E. Abioye, “The Effect of Heat Input on the Mechanical and Corrosion Properties of AISI 304 Arc Weldments”, Materials Science, British Journal of Applied Science & Technology. Vol. 20(5), Pp: 1-10. 2017. DOI: 10.9734/BJAST/2017/32846.
- [6] J.M. Vitek, S.A. David, J.A. Johnson, “Trends in Welding Research: Proceedings of the 5th International Conference”, Pp: 467-472, 1999.
- [7] J. Chapuis, “Une approche pour l’optimisation des opérations de soudage à l’arc”, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, thèse doctorat, 2011.
- [8] B. Taylor, A. Guesnier, métallographie des soudures, Copenhague, Denmark.
- [9] P.V. Rymenant, “Le soudage par résistance de l’aluminium”, EWE hogeschool voor wetenschapkunst, de nayer institut, Métallurgie 61, Février 2004.
- [10] K. Faes, N. Debroux, and W. Waele, Assemblage et contrôle destructif, soudage par résistance, CEWAC Equipe, 2012.
- [11] K. Faes and, P. Afschrift, “Nouveau procédé de soudage par friction - Principes, avantages, résultats - Compte rendu programme de recherche”, Belgian Welding Institute, April 2006.
- [12] Ir Koen Faes, “Soudage par friction”, l’institut Belge de la soudure, pp. 5-9, Métallerie 80, Juin 2005.
- [13] Rocardier, “Cours découpe Laser”, Soudage Laser, Cours de soudage, chaudronnerie et tuyauterie, 18 AOÛT 2017.
- [14] B. Coglitore, “Soudure à l’arc : notions de base”, 2021

## Références Bibliographiques

---

- [15] B. Yves, “Assemblage par diffusion (soudage ou brasage)”, Chapitre d'ouvrage, Sciences de l'ingénieur [physics] / Matériaux (Techniques de l'ingénieur), BM 7 747, 2010.
- [16] E. Rigal, N. Bouquet, M. Bernacki, and F. Bernard, “Etablissement et évolution des interfaces lors du soudage diffusion, journées annuelles de la SF2M”, Matériaux et conversion, Paris, France, 2015.
- [17] N. Bouquet, “Etude de la formation des joints soudés par diffusion : Application aux échangeurs de chaleur compacts”, thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 2014.
- [18] R. Rusnaldy, “DIFFUSION BONDING : AN ADVANCED OF MATERIAL PROCESS”, ROTASI, vol. 3, no. 1, pp. 23-27, Mar. 2012.  
<https://doi.org/10.14710/rotasi.3.1.23-27>.
- [19] S. Çelik, and I. Ersözülü, “Investigation of the mechanical properties and microstructure of friction welded joints between AISI 4140 and AISI 1050 steels”, Materials and Design, vol.30, pp. 970-976, 2009.
- [20] E. Akca and A. Gursel, “A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based Inconel Superalloy”, Periodicals of Engineering and Natural Sciences, vol. 3, pp. 15-27, 2015.
- [21] R. W. Messler, “Principles of Welding; Processes, Physics, Chemistry, and Metallurgy”, Singapore: John Wiley & Sons, 685 Pages, 2008.
- [22] R. E. Avery, “Pay attention to dissimilar metal welds, American Institute of Chemical Engineers”, pp. 1-7, 1991.
- [23] M. Aonuma and K. Nakata, “Dissimilar metal joining of 2024 and 7075 aluminium alloys to titanium alloys by friction stir welding”, Materials Transactions, vol. 52, pp. 948- 952, 2011.
- [24] M. S. Kenevisi, S. M. MousaviKhoie, “A study on the effect of bonding time on the properties of Al7075 to Ti-6Al-4V diffusion joint”, Materials Letters, vol. 76, pp. 144-146, 2012.
- [25] C. Zhang, M.Q. Li, and H. Li, “Diffusion behavior at void tip and its contributions to voids shrinkage during solid-state bonding”, Published by Elsevier Ltd on behalf of The editorial office of Journal of Materials Science & Technology, 1005-0302/© 2017.
- [26] D. Macel, “L'assemblage de pièce au four sous vide : principe et application en brasage-diffusion et soudage-diffusion”, Institut de Soudure, 2014.
- [27] E. Akca and A. Gursel, “The importance of interlayers in diffusion welding – A review”, Periodicals of engineering and natural sciences, Vol. 3 No. 2, 2015.
- [28] S. Arun, N. Harikrishna, J. JahangirA, W. Edwin Lyonal, and G. Mahadevan, “Optimization of Process Parameters Of Diffusion Donding in Titanium with Stainless Steel”, international journal of engineering research and science Technology, ISSN 2319-5991 www.ijerst.com Vol. 4, No. 1, February 2015.
- [29] A.O'Brien, “Diffusion welding and Diffusion brazingWelding”, Processes-Part

## Références Bibliographiques

---

- 2,Miami, pp. 421-448, 2007.
- [30] Rusnaldy, Diffusion Bonding : An Advanced of Material Process, *ROTASI* , 3, 1, 2001, 23-27.
- [31] EnesAkca, Ali Gursel, Solid State Welding and Application in Aeronautical Industry, *Periodicals of Engineering and Natural Sciences* , Vol. 4 No. 1 (2016).
- [32] E. Akca, A.Gursel, “solid State Welding and Application in Aeronautical Industry”,*International University of Sarajevo Faculty of Engineering and Natural Sciences Sarajevo, Bosnia and Herzegovina, Vol. 4 No. 1, 2016.*
- [33] K. Bhanumurthy, D. Joyson, S. B. Jawale, and A. Laik, “Diffusion Bonding of Nuclear Materials”, *Reserch Article, bark newsletter, ISSUE NO. 331, MARCH - APRIL 2013.*
- [34] A. AlHazaa, and N. Haneklaus, “Diffusion Bonding and Transient Liquid Phase (TLP) Bonding of Type 304 and 316 Austenitic Stainless Steel—A Review of Similar and Dissimilar Material Joints”, 8 May 2020.
- [35] B. Baharudin, P. Hussain, M. Mustapha, and A. Fauzuddin, “Tensile Properties of Diffusion Bonded Duplex Stainless Steel to Low Carbon Steel”,*Advancement in Emerging Technologies and Engineering Applications*,pp.333-338,January 2020.
- [36] C.Velmurugan, V.Senthilkumar, S.Sarala, and J.Arivarasan, “Low temperature diffusion bonding of Ti-6Al-4V and duplex stainless steel”, *Journal of Materials Processing Technology, Elsevier, Volume 234, Pages 272-279, August 2016.*
- [37] V.N. Butrim, A.G. Beresnev, V.N. Denisov, A.S. Klyatskin, D.A. Medvedev, and D.N. Makhina, “Experience in HIP Diffusion Welding of DissimilarMetals and Alloys”, *Material Research Proceedings, 65-72, 2019.*
- [38] V.Srikanth, A.Laik, and G.K.Dey, “Joining of stainlesssteel 304L with Zircaloy-4 by diffusion bonding technique using Ni and Ti interlayers”, *Materials&Design,Volume 126, Elsevier, Pages 141-154, 15 July 2017.*
- [39] T.Vigraman, D.Ravindran, and R.Narayanasamy, “Diffusion bonding of AISI 304L steel to low-carbonsteelwith AISI 304L steelinterlayer”, *Materials&Design,Volume 34, Elsevier, Pages 594-602, 2012.*
- [40] M. Elsa, A. Khorram, O. Oladimeji, and M. Paida, “Effect of bonding pressure on microstructure and mechanicalproperties of aluminium/copper diffusion-bonded joint”, *IndianAcademy of Sciences, Sådhanå (2019) 44:126*
- [41] V.Tsakiris, W. Kappel, A.Georgeta, “Solid state diffusion welding of Cu-Fe/Al/Ag and Al-Ni dissimilar metals”, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, National Institute for Research and Development in Electrical Engineering ICPE-CA, SplaiulUnirii 313, Bucharest, Romania, September 2011.*

## Références Bibliographiques

---

- [42] S. Rajakumar and al, “Diffusion bonding of titanium and AA 7075 aluminum alloy dissimilar joints—process modeling and optimization nusing desirability approach”, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, January 2016.
- [43] M. De-feng,S.Ting-feng, F.Yong-jian, J. Xiao-song,Q. Charles, D. Simpson, and L. Zhi-ping, “A Review on Diffusion Bonding between Titanium Alloys and Stainless Steels”, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2018.
- [44] B. Kurt and A. Çalik, “Interface structure of diffusion bonded duplex stainless steel and medium carbon steel couple”, 1 0 3 5 – 1 0 4 0, 2009. doi:10.1016/j.matchar.2009.04.011
- [45] B. Kurt, “The interface morphology of diffusion bonded dissimilar stainless steel and medium carbon steel couples”, *Firat University, Technical Education Faculty Metal Department*, 23119 Elazig, Turkey, 2007.
- [46] T. Vigraman, R. Narayanasamy, and D. Ravindran, “Microstructure and mechanical property evaluation of diffusion-bonded joints made between SAE 2205 steel and AISI 1035 steel”, *Materials and Design*, 156–169, India, 2012.





**Chapitre III Matériaux et Méthodes  
Expérimentales**

# Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

## Introduction

Dans ce chapitre, on présente les matériaux utilisés, la méthode de soudage et les techniques de caractérisation pour répondre à la problématique de notre étude. Les échantillons soudés ont été soumis aux différentes méthodes de caractérisation pour évaluer leurs propriétés.

### III.1 Matériaux étudiés

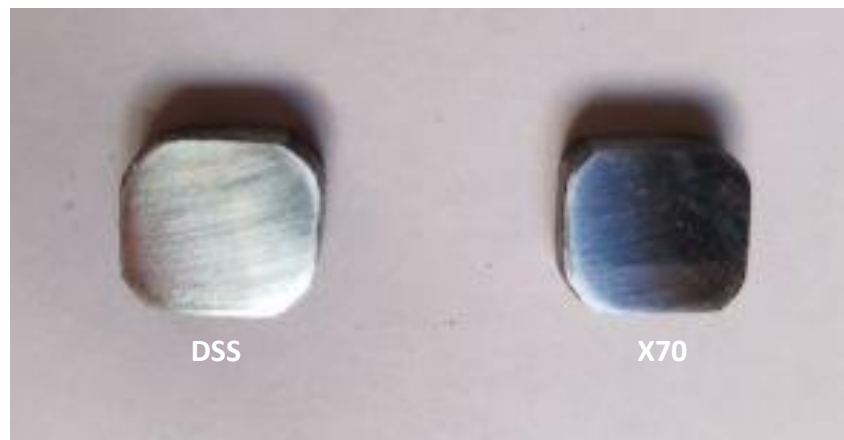
Dans cette étude, l'acier inoxydable duplex (**Duplex standard** tels l'acier EN 1.4462 (2205) et l'acier à faible teneur en carbone X70 ont été utilisés comme des métaux de base pour les expériences de soudage par diffusion. Ces types d'acier sont utilisés dans la construction de pipelines pour le transport du gaz et du pétrole. Les compositions chimiques nominales de ces aciers dissimilaires sont présentées dans le tableau III.1.

Matériaux étudiés	C	Si	Mn	P	Cr	Ni	Mo	Fe	Autres éléments
X70	0.07	0.20	1.02	0.02	0.05	0.06	0.15	98.00	0.43
SSD	0.02	1.50	1.54	0.02	20.00	6.65	2.01	67.00	1.26

**Tableau III.1** Composition chimique nominale (% en poids) de l'acier X70 et de l'acier inoxydable duplex.

### III.2 Procédé de soudage

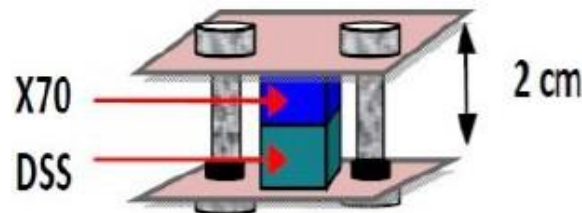
A l'aide d'une scie électrique et la meule, des échantillons parallélépipédiques de dimensions de 10 × 8 × 5 mm ont été préparés (Fig. III.1).



**Figure III.1** Echantillons d'acier inoxydable duplex (DSS) et d'acier à faible teneur de carbone X70.

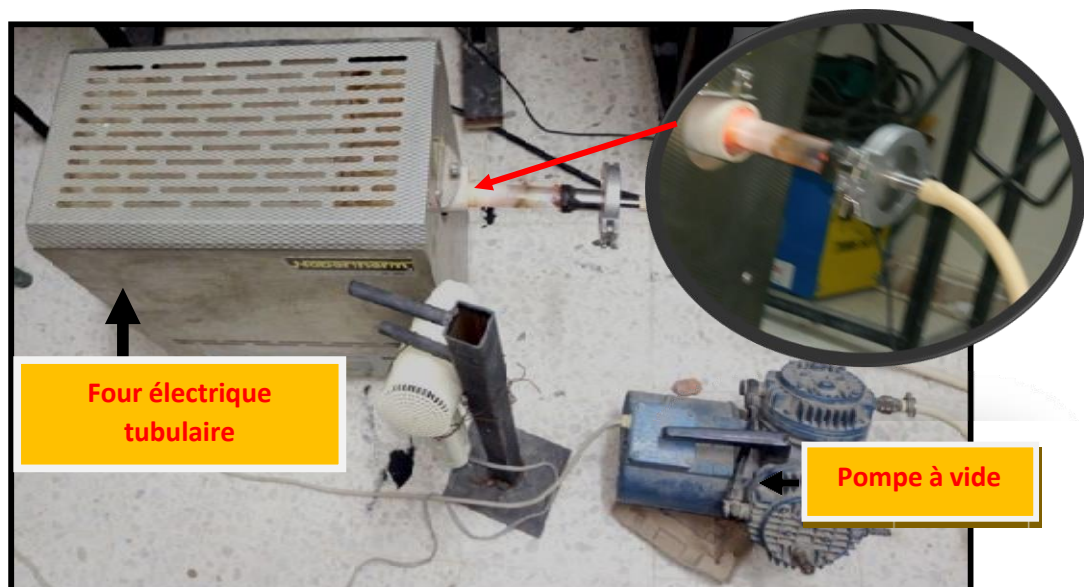
## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

Avant le soudage par diffusion, la surface du métal de base a été préparée. La préparation débuta par un polissage mécanique de la surface des échantillons avec des papiers abrasifs de carbure de silicium de grade croissante (120,320, 600, 800, 1200 et 2400), c'est-à-dire, le polissage débuta avec un papier à gros grains jusqu' au papier à petits grains pour éliminer progressivement les rayures existants. Ensuite, les échantillons polis sont ensuite nettoyés à l'éthanol pour les mettre dans le dispositif de soudage par diffusion à l'état solide. La figure II.2 illustre ce dispositif de soudage par diffusion à l'état solide. Les deux échantillons des deux aciers dissemblables ont été fixés et mis en contact à l'aide de deux vis de serrage pour exercer une pression homogène (Fig.III.2).



**Figure III.2** Configuration schématique du soudage par diffusion des aciers dissemblables.

On note que la pression a été maintenue constante. Le soudage par diffusion a été réalisé à 1150°C dans une chambre à vide pendant différents temps de maintien (45 min, 120 min, 300 min, et 1200 min.). La figure III.3 montre le dispositif expérimental utilisé. Les deux échantillons ont été introduits dans un tube de Quartz où règne un vide. Ce tube de Quartz est ensuite introduit dans un four tubulaire.



**Figure III.3** Dispositif expérimental de soudage par diffusion à l'état solide.

# Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

---

## III.3 Préparation métallographique

Pour les observations métallographiques et autres techniques de caractérisation, les échantillons soudés ont été coupés perpendiculairement à la surface de jonction (interface) et puis polis en utilisant les différents papiers abrasifs: 240, 400, 600, 800 et finition 1000, 1200, 2400, 3000. La dernière étape de polissage est effectuée en utilisant une pâte diamantée de 3  $\mu\text{m}$  jusqu'à l'obtention d'une surface bien polie (miroir). Pour l'examen microstructural, l'acier X70 a été attaqué avec 2 % de Nital pendant 20 s, par contre l'acier inoxydable duplex a été attaqué avec une solution chimique contenant 5 g de  $\text{CuCl}_2$ , 100 ml de  $\text{HCl}$  et 100 ml d'alcool pendant 10 s.

## III.4 Techniques de caractérisation

### III.4.1 Microscopie optique :

Le microscope optique sert à déterminer ou à observer la microstructure de l'échantillon (phases, forme des grains.....etc.). On a utilisé un microscope métallographique de type Olympus relié à un appareil photo numérique (Fig.III.7). C'est un appareil optique qui permet l'agrandissement de l'image et par conséquent, l'observation des petits détails comme les grains et les phases (Fig.III.4).



**Figure III.4** Microscope optique de type Olympus.

# Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

## III.4.2 Micro dureté Vickers :

La microdureté est une partie complémentaire de l'examen métallographique et qui donne un aperçu sur les caractéristiques mécaniques, en mesurant la dureté des matériaux. Parmi les types de microdureté, on peut citer la microdureté Vickers. Les essais de micro dureté Vickers consistent à mesurer les longueurs des diagonales de l'empreinte laissée à la surface de l'échantillon après application d'une charge constante d'un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée en diamant (Fig.III.5). Le temps de mise en charge est de 15 secondes, tout comme le temps de maintien de la charge. L'empreinte est d'autant plus grande que le matériau est mou.

La dureté est donnée par la formule :

Avec  $H (H=F/S).$

$$S = \frac{d^2}{2 \cdot \sin 68^\circ}$$

La formule de dureté Vickers s'écrit :

$$Hv = 1.8544 \frac{F}{D^2}$$

Avec :

F : charge d'essai en kilogramme force à  $\pm 1\%$ ,

S : la surface indentée en  $\text{mm}^2$ .

$D = (d_1 + d_2) / 2$  (en mm).

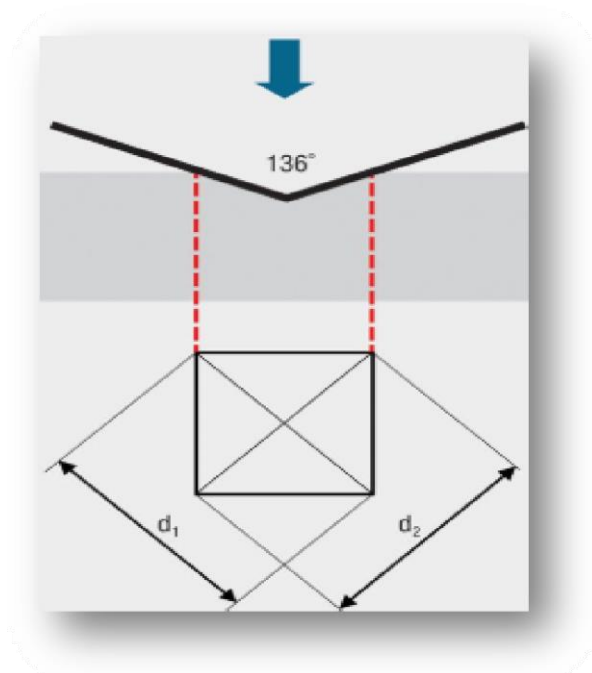


Figure III.5 Essai de dureté Vickers.

## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

---

Le pénétrateur de type Vickers est utilisé pour les essais de dureté et les essais de micro dureté. Les essais de dureté correspondent à des charges comprises entre 5 et 100 Kilogrammes forces et les essais de micro dureté correspondent à des charges inférieurs à 1000 g et relatent la dureté sur des domaines microscopique. Nous avons utilisé la charge 0,3 kg force. La dureté Vickers à travers le joint de soudure a été mesurée par un testeur de dureté numérique Micro-Vickers de type HVS-1000 Z (Fig.III.6). Il permet l'acquisition automatique des valeurs de micro dureté Hv.



**Figure III.6** Microduromètre de type HVS-1000 Z.

### III.4.3 Diffraction des rayons X :

Le principal outil utilisé pour la détermination de la cristallinité des matériaux est la diffraction des rayons X (DRX). Lors d'une analyse par cette technique, un faisceau de rayons X, émis par une source, est envoyé sur l'échantillon à analyser sous un angle  $\theta$  (Fig.III.7) et un détecteur reçoit le faisceau de rayon X diffracté par cet échantillon et enregistre l'intensité

# Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

en fonction de l'angle de diffraction  $2\theta$ . Les paramètres de maille du réseau peuvent être calculés à partir de la loi de Bragg.

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \dots\dots\dots (III - 1).$$

Où :

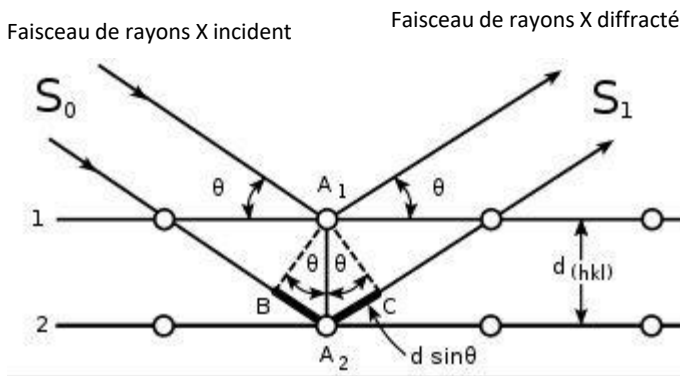
$n$  : 1,2,...ordre de la diffracté.

$\lambda$ : la longueur d'onde du faisceau diffracté.

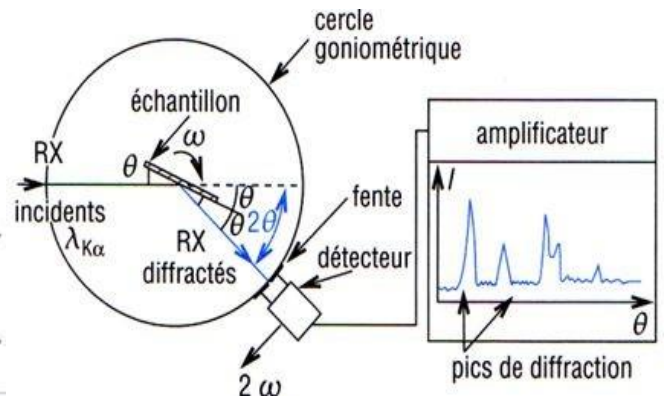
$d_{hkl}$ : est la distance entre les plans cristallins parallèles.

$\theta$ : l'angle d'incidence du faisceau des rayons X.

Le schéma du principe de diffraction est présenté dans la figure III.8.



**Figure III.7** Schéma de la loi de Bragg.



**Figure III.8** Schéma du principe de diffraction.

L'analyse des spectres de rayon X permet d'obtenir des informations sur :

- La ou les phases cristallines (position des pics)
- La taille des cristallites (largeur des pics à mi-hauteur).

Dans ce travail, nous avons utilisé un diffractomètre Empyrean 3<sup>ème</sup> génération (XRD) avec une radiation monochromatique Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.541838 \text{ \AA}$ ) une tension de 40 Kv et un courant de 20 mA (Fig.III.9).



**Figure III.9** Diffractomètre de rayons X de type Empyrean (3<sup>ème</sup> génération).

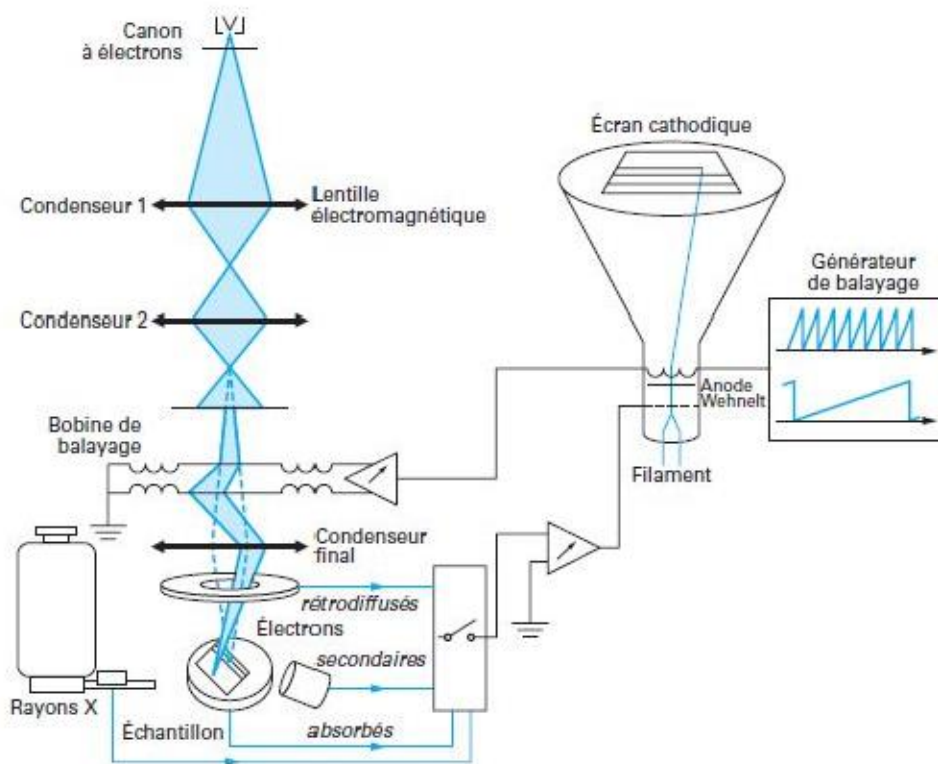
### III.4.4 Microscopie électronique à balayage MEB :

La microscopie électronique à balayage constitue un excellent prolongement de la microscopie optique. Elle possède deux avantages importants :

- l'obtention possible de forts grossissements, jusqu'à 150 000 en format photo, mais également le recoupement avec la microscopie optique puisque les grossissements minimaux sont de l'ordre de 10 à 15 ;
- une profondeur de champ très importante : environ cent fois celle de la microscopie optique à même grossissement, ce qui autorise la réalisation d'images sur des échantillons non plans (topographie).

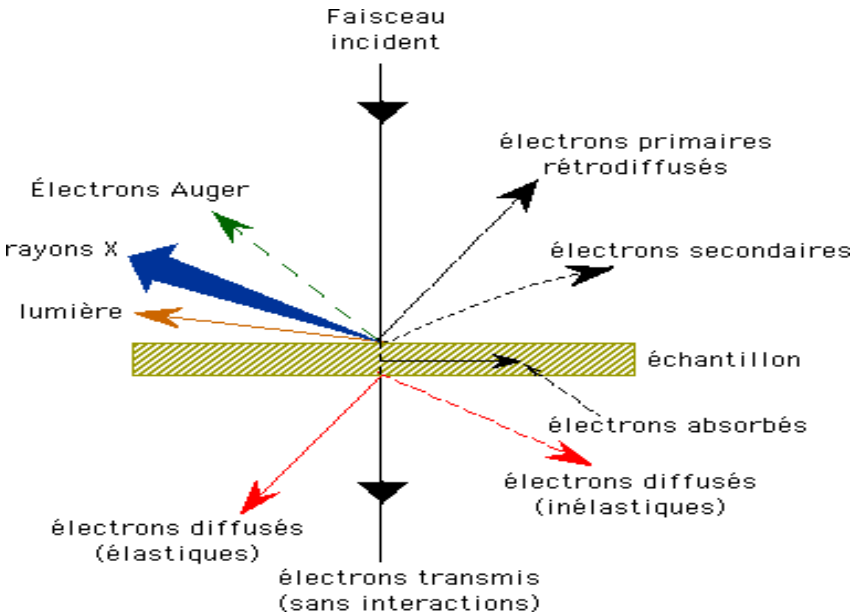
Le schéma du principe du microscope électronique à balayage est présenté dans la figure III.10.





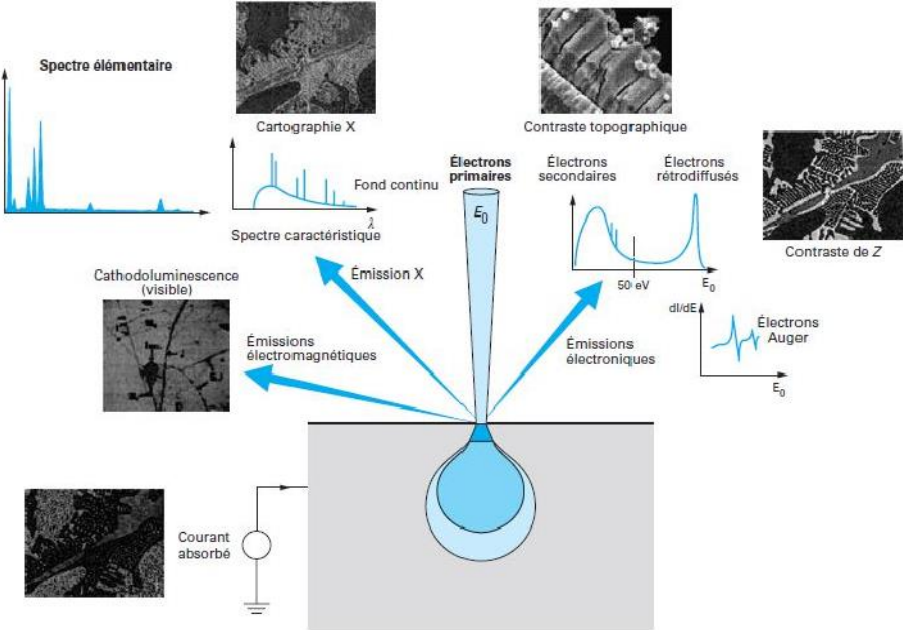
**Figure III.10** Schéma de principe du microscope électronique à balayage.

Le fonctionnement du microscope électronique est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon. Ces électrons qui irradient la surface de l'échantillon pénètrent profondément dans le matériau et affectent un volume appelé "poire d'interaction". Dans ce volume d'interaction, les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreux phénomènes secondaires. La figure III.11 illustre l'ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. Toutes ces radiations sont produites simultanément et rendent possibles à la fois l'observation et l'analyse d'un objet choisi.



**Figure III.11** Interaction rayonnement électronique-matière.

La figure III.12 résume les émissions électroniques et électromagnétiques principales dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec l'échantillon et les applications correspondantes.

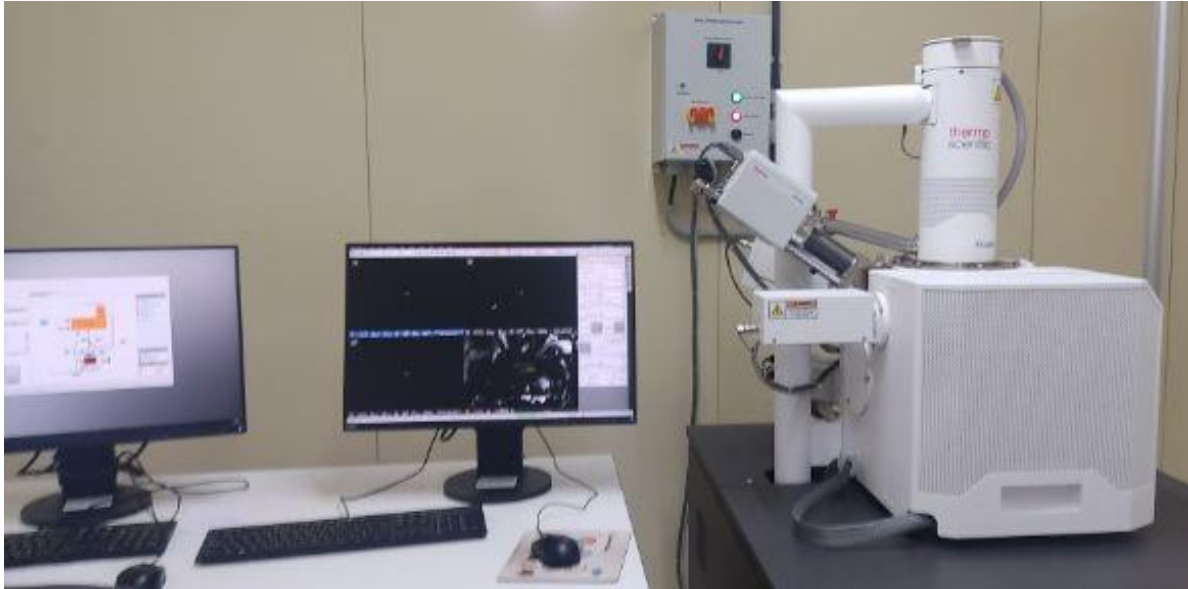


**Figure III.12** Différentes émissions dues à l'interaction d'un faisceau d'électrons avec l'échantillon.

## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

---

Pour notre travail de recherche, on a utilisé un MEB de type Prima E (Fig.III.13). Le MEB utilisé est équipé d'une spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) qui nous a permis d'effectuer des analyses chimiques à travers l'interface du joint soudé.



**Figure III.13** Microscope optique de type Prisma E.

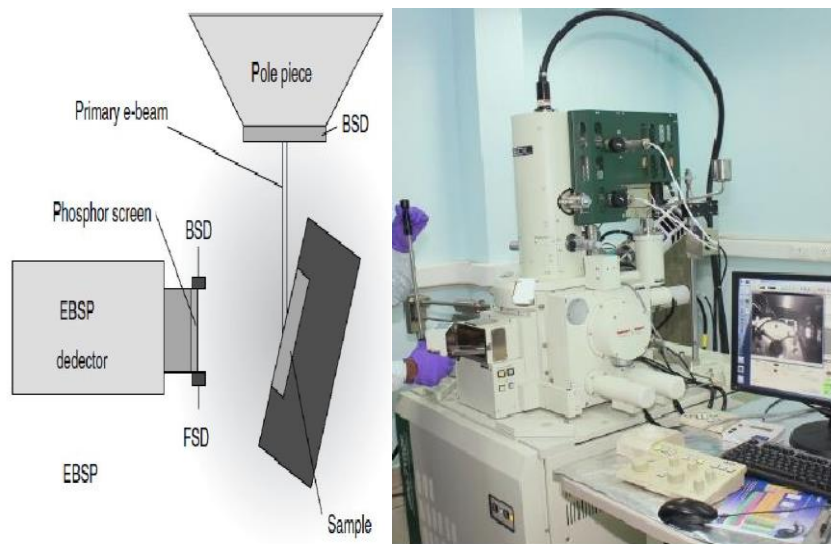
### III.4.5 La diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD)

#### III.4.5.1 Définition et principe

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (en anglais électron backscatter diffraction ou EBSD, ou encore Backscatter Kikuchi Diffraction ou BKD) est une technique cristallographique-microstructurale permettant de mesurer l'orientation cristallographique de nombreux matériaux, qui peut être utilisée pour déterminer la texture ou l'orientation préférentielle de n'importe quel matériau monocristallin ou polycristallin. Dans l'EBS, un faisceau d'électrons interagit avec un échantillon cristallin incliné et génère un cliché. Le cliché est caractéristique de l'orientation cristalline de l'échantillon où il a été généré. Par conséquent, le cliché peut être utilisé pour déterminer l'orientation des cristaux, faire la distinction entre des phases cristallographiquement différentes, caractériser les joints de grains et fournir des informations sur les imperfections cristallines [1].

## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

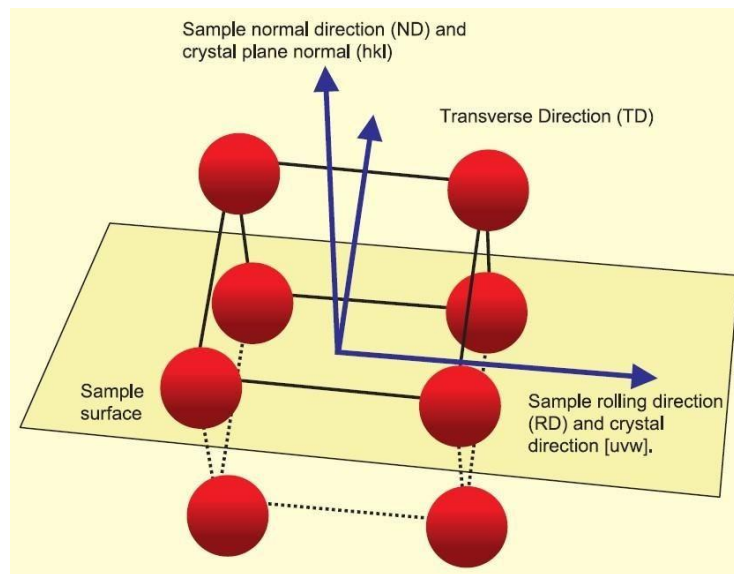
Expérimentalement, l'EBS est réalisée avec un microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'un détecteur EBSD comportant au moins un écran phosphorescent, un objectif compact et une caméra CCD à faible lumière [2]. EBSD fonctionne en disposant un échantillon plat, hautement poli (ou en couche mince déposée) à un angle peu profond, généralement à  $20^\circ$ , par rapport au faisceau d'électrons incidents (Fig.III.14) (la phase SEM étant souvent utilisée pour incliner le plan de l'échantillon à cet angle peu profond, on parle souvent de la valeur d'inclinaison de la platine et est typiquement de  $70^\circ$ ). Avec une tension d'accélération de 10–30 kV et des courants de faisceau incident de 1–50 nA, la diffraction électronique se produit à partir du point du faisceau incident sur la surface de l'échantillon [3].



**Figure III.14** Disposition schématique de l'orientation des échantillons dans le MEB [3].

### III.4.5.2 Représentation d'une orientation cristalline

Une méthode courante pour représenter une orientation cristalline consiste à utiliser l'orientation idéale nomenclature  $(hkl)[uvw]$ . Les directions dans le cristal sont référées à un ensemble de coordonnées fixé dans l'échantillon. En utilisant la terminologie des tôles laminées, il s'agit de l'échantillon normal (ND), du sens de laminage (RD) et du sens transversal (TD). Dans la nomenclature d'orientation idéale, la normale au plan cristallin  $(hkl)$  est parallèle à la normale de l'échantillon et la direction cristalline  $[uvw]$  est parallèle à la direction de laminage (Fig.III.15). La notation  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  désigne l'ensemble de directions symétriquement liées qui représentent la texture [1].



**Figure III.15** Signification de la nomenclature d'orientation idéale  $(hkl)[uvw]$ .

Ici, la normale du plan  $(110)$  est parallèle à la direction normale et la direction  $[001]$  est parallèle à la direction de laminage, donc la texture est  $(110) [001] [1]$ . L'orientation de la figure 1 peut également être représentée par trois angles d'Euler  $\Phi_1$ ,  $\Phi$  et  $\Phi_2$  avec  $\Phi_1=135^\circ$ ,  $\Phi=90^\circ$  et  $\Phi_2=90^\circ$ .

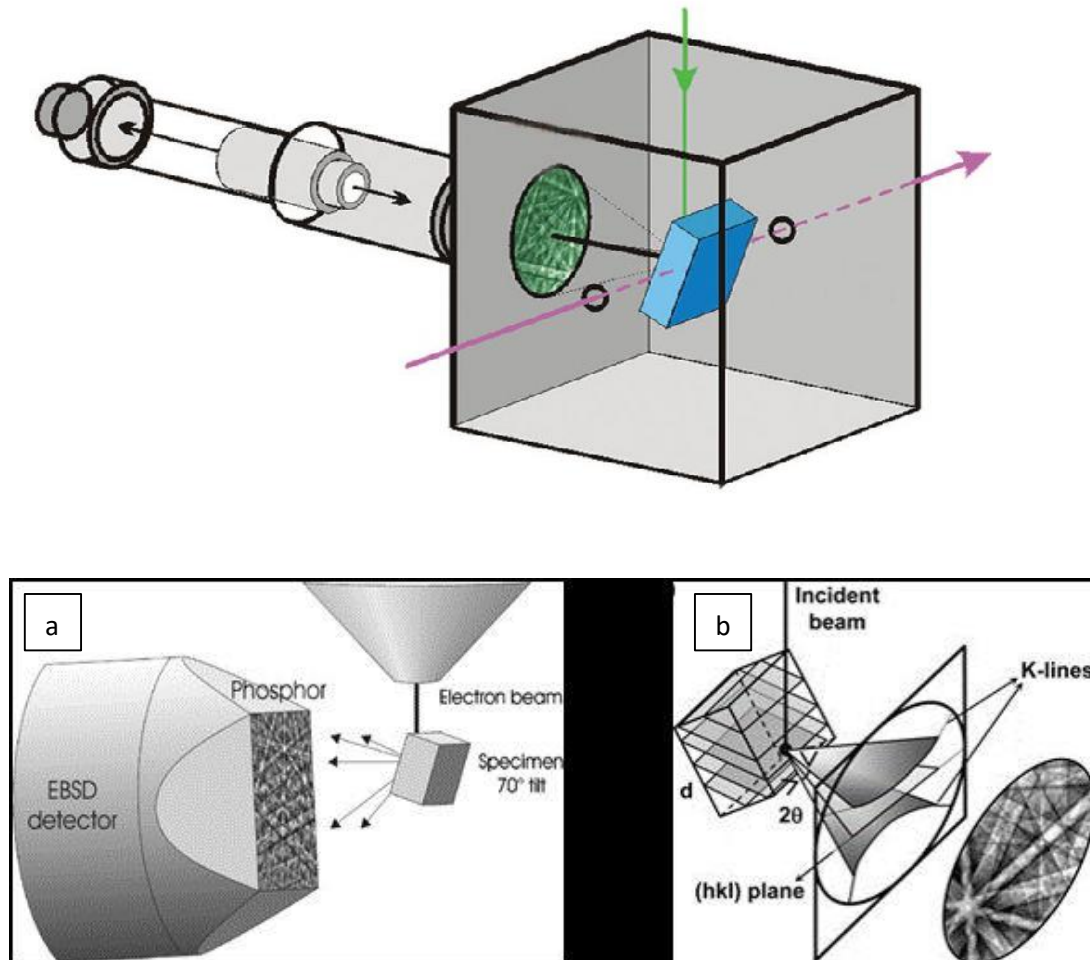
### III.4.5.3 Diffraction des électrons rétrodiffusés

Le signal de diffraction des électrons rétrodiffusés est généré comme suit. Le faisceau d'électrons primaire généré par la colonne MEB est focalisé sur un grain (Fig.III.16 (a,b)). Sous l'effet d'interactions élastiques et inélastiques avec les atomes du grain cible, certains électrons incidents sont diffusés de façon quasi-élastique et forment une source ponctuelle et divergente d'électrons. Les électrons ainsi rétrodiffusés peuvent subir la diffraction de Bragg avec les plans réflecteurs environnants avant de sortir de la cible.

Pour une famille donnée de plans réflecteurs  $(hkl)$ , les électrons diffractent selon deux cônes de diffraction symétriques par rapport au plan  $(hkl)$ . L'intersection de ces deux cônes avec l'écran de phosphore de la caméra EBSD produit des hyperboles assimilables à deux droites parallèles formant une bande de Kikuchi. L'ensemble des plans diffractant génère ainsi le diagramme de diffraction (ou diagramme de Kikuchi) constitué de plusieurs bandes. Le faisceau primaire doit être en faible incidence avec la surface de l'échantillon (environ  $20^\circ$  - ce qui correspond à un échantillon incliné de  $70^\circ$  dans le MEB) pour produire en surface des

## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

électrons rétrodiffusés d'énergie proche des électrons primaires et augmenter le rendement de diffraction. Par ailleurs, la surface de l'échantillon doit être polie sans écrouissage de surface induit par la préparation[4].



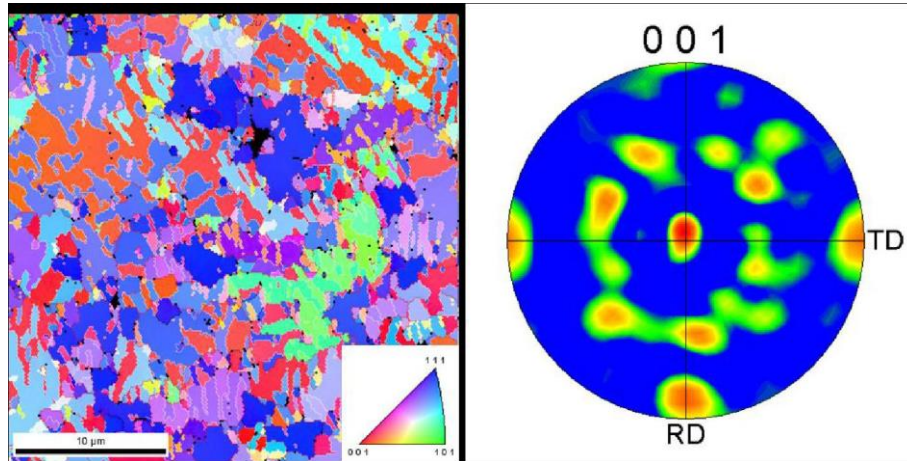
**Figure III.16:** (a) Configuration de l'échantillon incliné de 70° et position de la caméra EBSD collectant le signal diffracté sous forme de cônes dont l'intersection avec l'écran donne les lignes de Kikuchi (b) [4, 5].

### III.4.5.4 L'acquisition et l'exploitation des données EBSD

L'acquisition et l'exploitation des données EBSD en mode 'cartographie' est la plus courante. Cette cartographie permet de visualiser les orientations des grains mais également leur forme. On peut ensuite nettoyer, filtrer, et traiter cette cartographie selon ce que l'on souhaite mettre en évidence. Suite à la reconstruction, nous avons aussi accès à la distribution de taille des grains, les types de joints de grains, leur longueur, leur désorientation. Il est

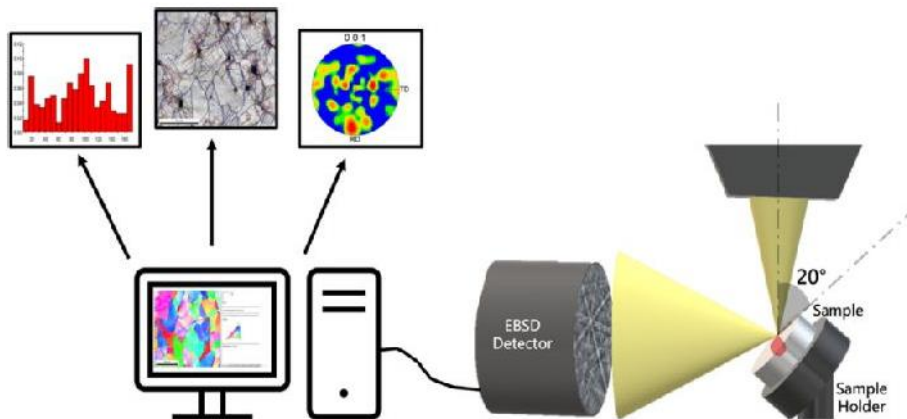
## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

également possible d'obtenir à partir de l'ensemble des diagrammes indexés, la figure de pôle correspondante à la surface analysée (Fig.III.17) [6].



**Figure III.17** Exemple de cartographie obtenue par EBSD (à gauche) et figure de pôle recalculée selon la famille de plan (001) correspondante (à droite) montrant une forte présence des familles de plans (001) et (111) [6].

La figure III.18 montre une illustration globale de la technique EBSD.



**Figure III.18** Illustration schématique montrant la configuration expérimentale pour la direction de rétrodiffusion d'électrons (EBSD)[7].

### III.4.5.5 Données expérimentales de l'analyse EBSD

Cette analyse est réalisée au laboratoire de l'Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay, Paris (France). Pour l'analyse par diffraction par rétrodiffusion d'électrons (EBSD), les échantillons ont été préparés en suivant la méthode standard (polissage mécanique avec un émeri grade 2400 papier, suivi d'un polissage OPS). Un Zeiss Supra 50

## Chapitre III Matériaux et Méthodes Expérimentales

---

FEGSEM fonctionnant à 20 kV couplé à l'OIMMM automatique (Orientation Imaging Microscopy) logiciel de TSL-EDAX Company a été utilisé pour les analyses transversales de l'EBSD.





**Références Bibliographiques**

## Références Bibliographiques

---

### Références Bibliographiques

- [1] B. Matat Jablon, document online : “Qu’est-ce que l’EBSD – la génération des clichés Kikuchi”,07-03-2021.  
<https://nano.oxinst.com/library/fr/blog/quest-ce-que-lebsd-%E2%80%93-la-generation-des-cliches-kikuchi>
- [2] T. Baudin, “Analyse EBSD - Principe et cartographies d’orientations”, Techniques de l’ingénieur , M 4 139, 2010.
- [3] A. J. Bard, and L. R. Faulkner, “Principes, Méthodes et Applications”, Electrochimie, Masson, Paris, 1983.
- [4] G. Nathalie, “La microscopie d’orientation et ses applications à l’étude des microstructures héritées par transformation de phase : État de l’art et Récents Développements”, Sciences de l’ingénieur [physics], Université de Lorraine, École doctorale C2MP - Chimie mécanique matériaux physique (Lorraine), 2021.
- [5] R. Ellemann-Biltoft, “Préparation des métaux ferreux pour l’analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)”, Document technique de la compagnie Struers, téléchargé le 02/09/2022.
- [6] R. Galand, “Caractérisation physique de la microstructure des interconnexions avancées Cu/Low-k pour l’étude des défaillances par électromigration”, Thèse de doctorat ,Université de Grenoble, 2011.
- [7] Í. Carneiro, and S. Simões, “Recent Advances in EBSD Characterization of Metals”, Metals, 10, 1097,2020.

## **Chapitre IV Résultats et interprétation**

# Chapitre IV Résultats et interprétation

---

## Introduction

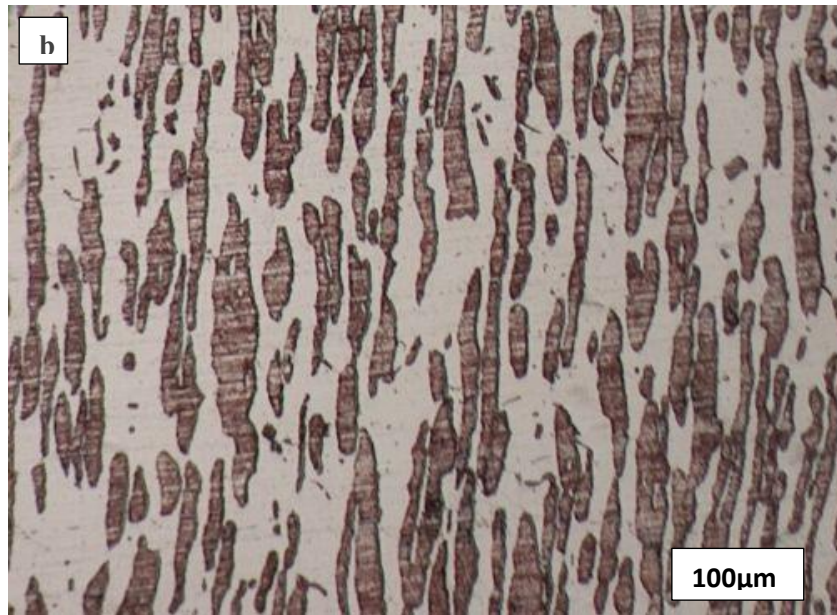
Ce chapitre sera consacré aux différents résultats expérimentaux obtenus sur les échantillons soudés par diffusion de l'acier inoxydable duplex (DSS) avec l'acier à faible teneur en carbone X70, ainsi que leurs discussions. Les différents résultats de chaque technique de caractérisation seront présentés successivement. On note qu'on présente en premier lieu l'état microstructural des deux métaux de base et ensuite on présente les résultats obtenus à partir des différentes techniques de caractérisation des joints soudés par diffusion à l'état solide.

## IV.1 Métaux de bases

### IV.1.1 Observation microscopique

La figure IV.1 montre la microstructure des deux métaux de bases: l'acier X70 et l'acier inoxydable duplex, respectivement à la température ambiante. La figure IV.1.a montré que la microstructure de l'acier X70 révèle un mélange de ferrite et de perlite (Fig.IV.1 (a)) et que l'acier inoxydable duplex présente une microstructure à deux phases (ferrite et austénite) (Fig.IV.1(b)). Dont une orientation des îlots d'austénite dans une matrice de ferrite, parallèle et transversale à la direction de laminage à la suite du travail à chaud.

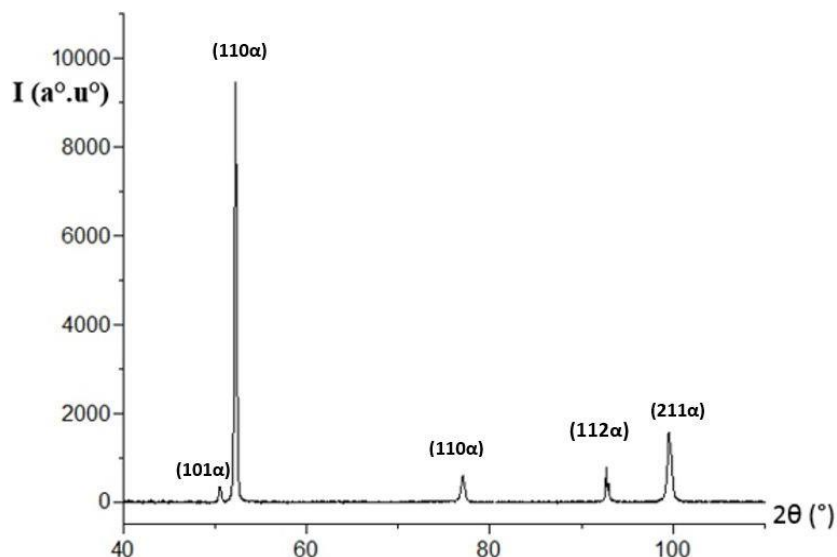




**Figure IV.1** Microstructure des métaux de base, (a) d'acier X70, (b) d'acier inoxydable duplex.

### IV.2.2 Diffraction des rayons X

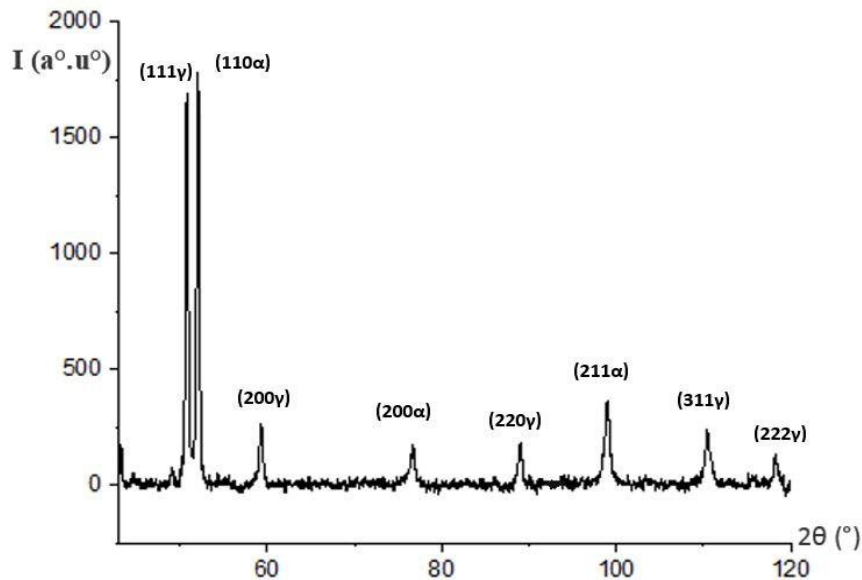
Dans cette partie d'étude, la diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée pour révéler les différentes phases existantes dans les métaux de base (de l'acier X70 et de l'acier inoxydable duplex (DSS)). Le diffractogramme de l'acier à faible teneur en carbone X70 relève que les pics de la phase ferritique (Fig.IV.2).



**Figure IV.2** Diffractogramme de RX du métal de base de l'acier à faible teneur en carbone X70.

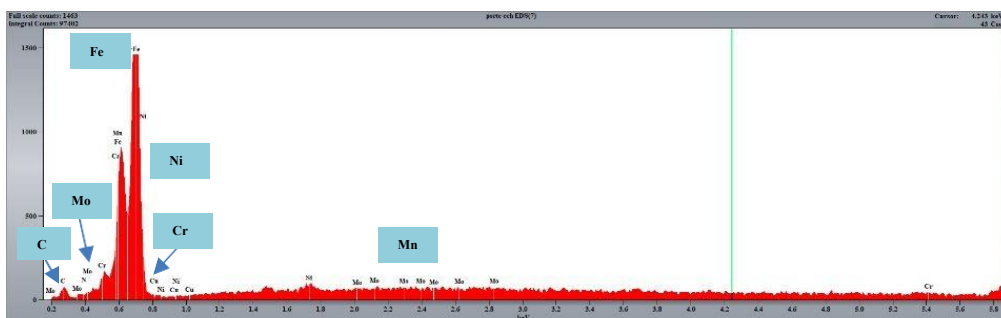
## Chapitre IV Résultats et interprétation

Pour le diffractogramme de rayons X de l'acier inoxydable duplex (Fig.IV.3), les pics de la phase ferrite et de la phase austénite ont été bien révélés. Ces résultats sont en bon accord avec ceux obtenus par l'analyse métallographique et la littérature [1].



**Figure IV.3** Diffractogramme de rayons X de l'acier inoxydable duplex.

Les analyses EDS qui ont été effectuées sur l'acier à faible teneur en carbone X70 et l'acier inoxydable duplex DSS sont illustrées sur les figures IV.4 et IV.5. L'analyse EDS nous présente la composition chimique des éléments présents dans le matériau analysé. On constate que les plus importants éléments dans l'acier X70 sont : Fe, Mn, C, Si et Ni. Par contre les plus importants éléments dans l'acier inoxydable duplex sont : Fe, Cr, Ni, Mo et C.



**Figure IV.4** Analyse EDS de l'acier à faible teneur en carbone X70.

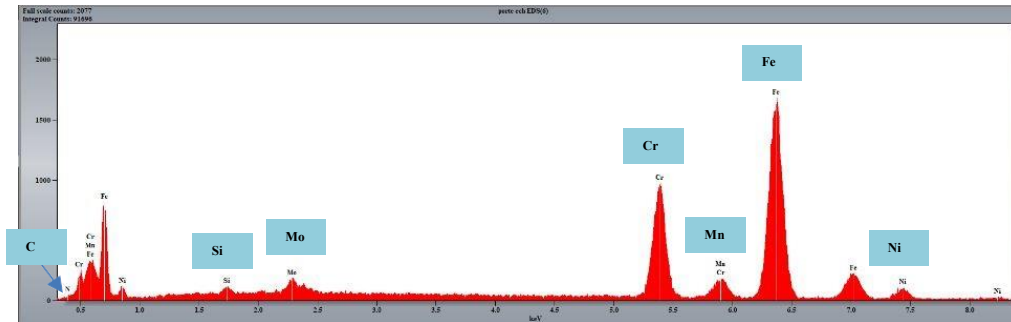


Figure IV.5 Analyse EDS de l'acier inoxydable duplex DSS.

### IV.2 Etude du joint soudé

#### IV.2.1 Evolution microstructurale

Dans cette partie d'étude des micrographies optiques ont été réalisées sur les différents joints soudés obtenus avec le changement de temps du soudage, pour une température très élevée.

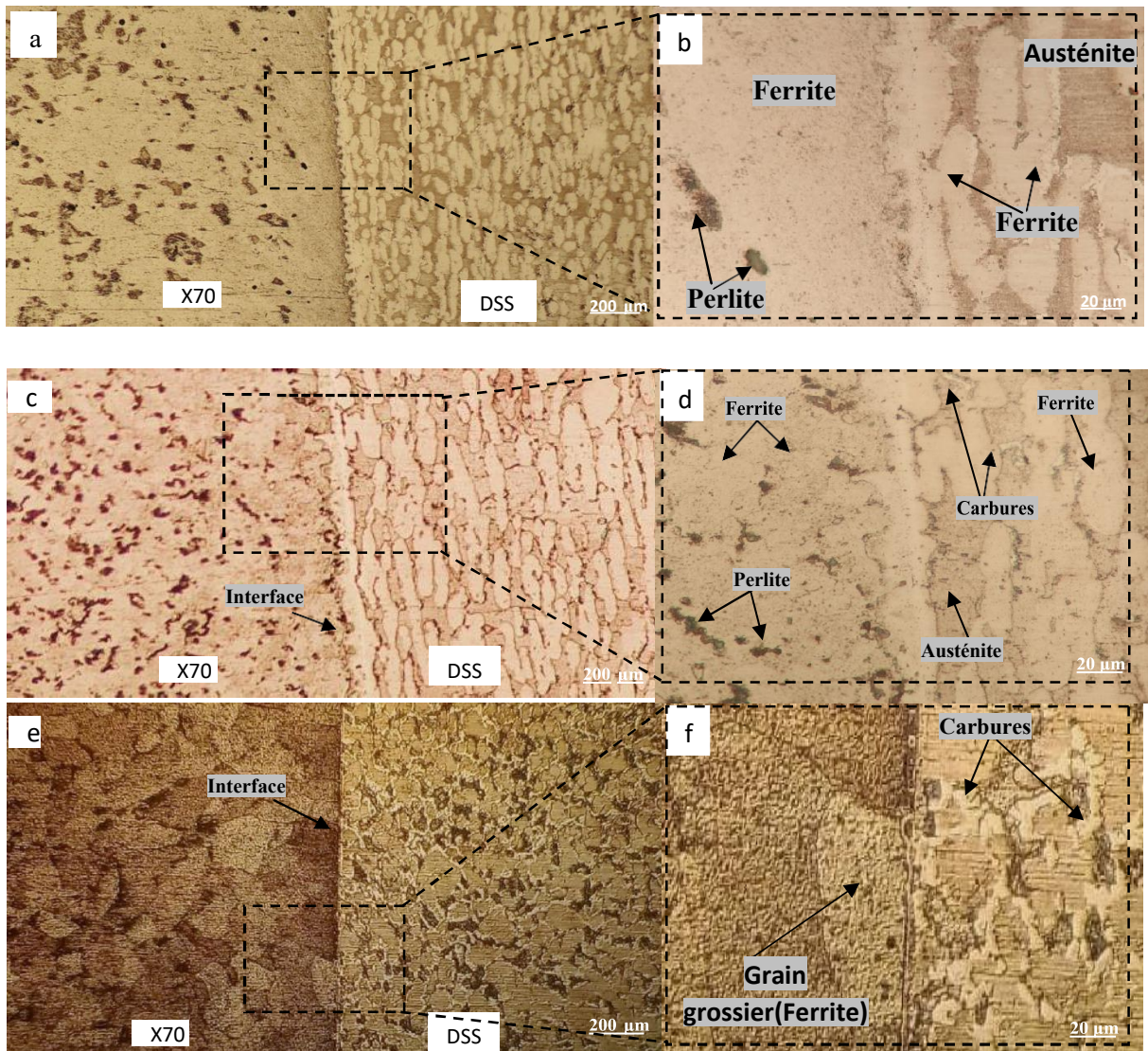
##### IV.2.1.1 Microscopie optique des joints soudés

La figure IV.6 présente les évolutions microstructurales provoquées par le soudage par diffusion réalisé à la température de 1150 °C pour différents temps de maintien. L'interface est droite et ne contient pas aucun défaut comme les pores ou les fissures (Fig.IV.6a- g)). On remarque qu'après 45 minutes de maintien (Fig.IV.6a), une très fine couche est observée tout au long de l'interface. Cela prouve la soudabilité entre les deux aciers. Cependant, on peut observer qu'à 120 minutes de maintien (Fig.IV.6c)), le début de formations des carbures, au tour de l'austénite dans la ferrite près de l'interface, et qui apparaissent sous une forme irrégulière avec une couleur plus claire (Fig.IV.6d)). De plus, des changements microstructuraux ont été observés dans les deux métaux de base, dans tous les échantillons. Après 300 minutes de maintien (Fig.IV.6e), il a été constaté dans le côté acier inox duplex, que les grains ne conservent pas leur forme allongée et deviennent équiaxes avec une granulométrie de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ . Il a été observé aussi que la majorité des colonies de perlite existantes dans l'acier X70 ont subi une dispersion dans les grains ferritiques. De plus, après long temps de maintien de 1200 minutes (Fig.IV.6g), un phénomène de croissance des grains est observé près de l'interface, où la taille moyenne des grains est supérieure à 100  $\mu\text{m}$ . Cette croissance de grains semble liée à la disparition de la perlite sur une distance de l'ordre de 200 $\mu\text{m}$  par rapport à l'interface. On peut donc attribuer ce phénomène à une réaction de diffusion du carbone sur cette distance.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

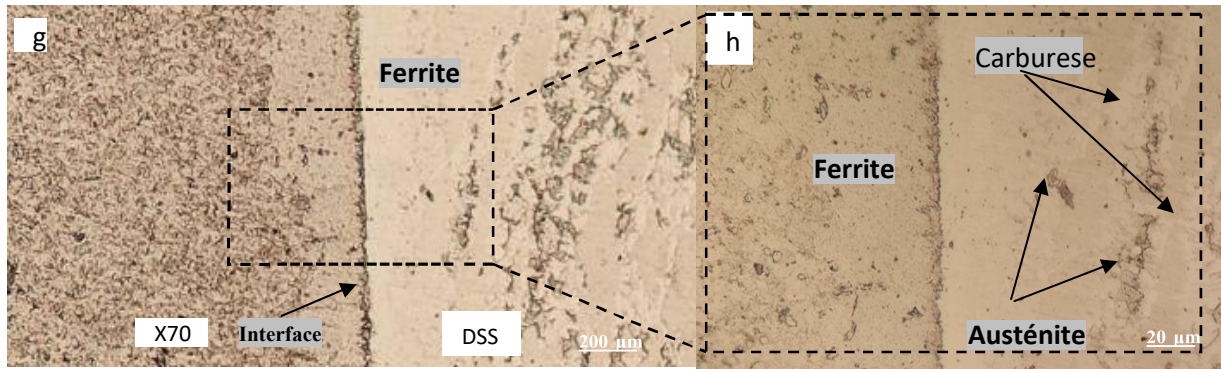
Tous ces phénomènes sont dus à température de soudage qui est considérée comme une température très élevée et par conséquent elle accélère le processus de diffusion et conduit à la fois au réarrangement du grain et aussi au développement d'une réaction de recristallisation. On note que Shiwei et al. [2] ont remarqué l'effet de la température de soudage sur le changement microstructural au niveau des métaux de base.

De plus, le changement de la microstructure augmente avec l'augmentation du temps de maintien. Il a été observé dans tous les échantillons (Fig.IV.6.b, d, f, h)), que la taille des grains de ferrite et des colonies de perlite diminuait avec l'augmentation du temps. Mais il a également été observé que près de l'interface à côté de l'acier X70 qu'avec l'augmentation du temps de soudage (Fig.IV.6(g)), la taille des grains de ferrite augmente et la disparition de la perlite. Ces observations sont en bon accord avec les travaux de recherche de Vigraman [3].





## Chapitre IV Résultats et interprétation



**Figure IV.6** Microstructures des joints soudés à 1150°C : (a, b) 45 min, (d, c) 120 min, (e, f) 300 min, (g, h) 1200 min. (b,d,f et h sont les agrandissements de a, c, e et g respectivement).

### IV.2.1.2 Microscopie électronique à balayage des joints soudés (MEB)

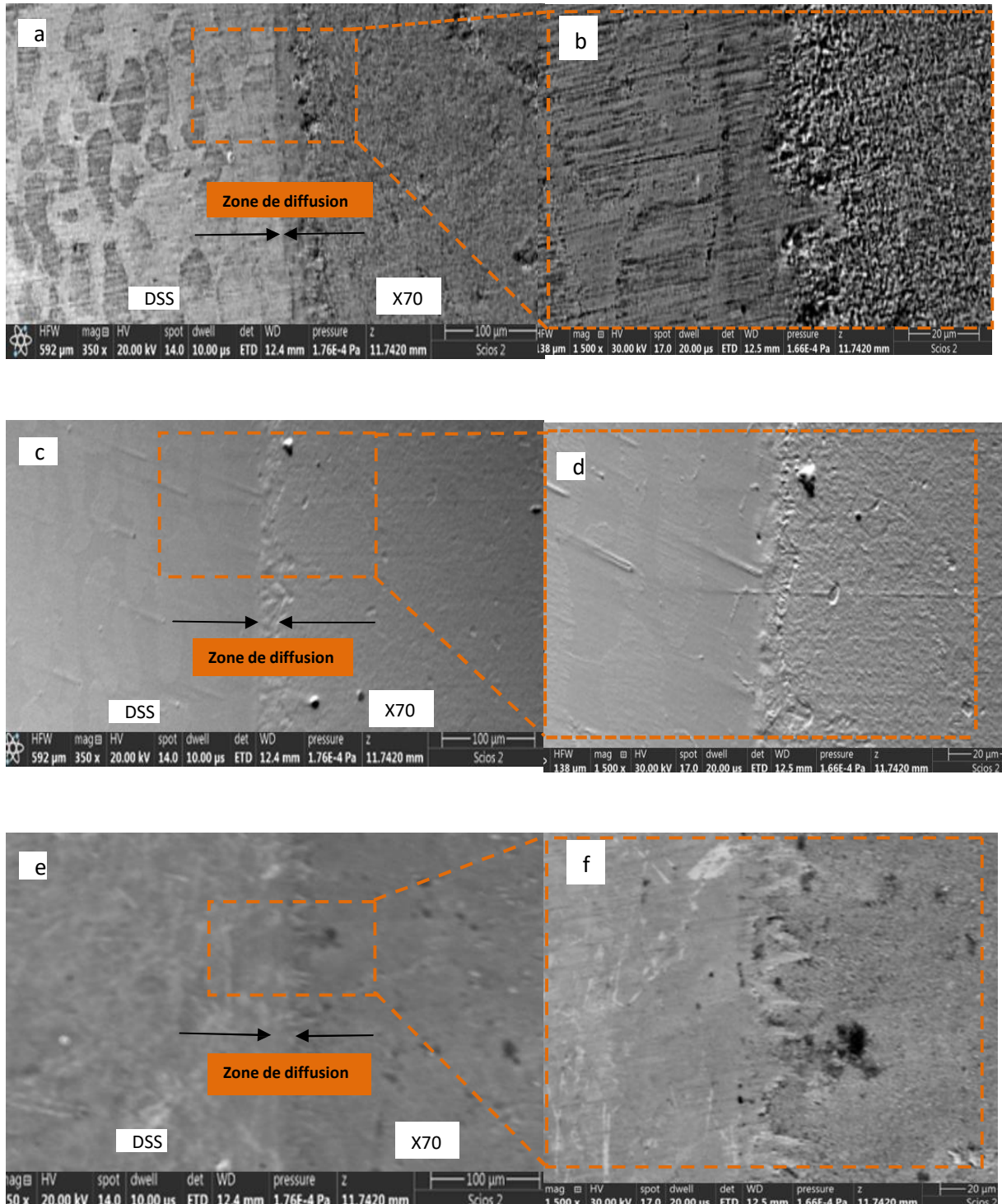
Une évaluation plus poussée des joints soudés à différentes temps de maintiens pendant 45 min, 120 min, et 1200 min a été effectuée par microscopie électronique à balayage (MEB) sur les surfaces des échantillons soudés à 1150°C. Les évolutions microstructurales présentées dans la figure IV.7 sont notamment liées au phénomène de diffusion au niveau de l'interface et qui lui-même est très dépendant de la température et du temps. Cette figure IV.7 montre l'évolution de la largeur de l'interface acier inoxydable duplex/acier X70 avec l'augmentation du temps de maintien. On peut le voir sur la figure IV.7a) que la mince largeur est nouvellement formée à l'interface de liaison en raison de l'application d'un court temps de maintien de 45 minutes.

Avec l'augmentation du temps de maintien à 120 minutes, la largeur de l'interface augmente un peu plus, par rapport à sa largeur précédente, comme le montre la figure IV.7 c). De plus en augmentant le temps de maintien jusqu'à 1200 minutes (Fig. IV.7 e), la largeur du joint soude augmente et qui est supérieure à la largeur précédente. Yuan et al. [4], ont observé que la région d'interface augmente en augmentant le temps de maintien comme il a été observé dans les figures IV.7 (b), IV.7 (d), IV.7 (f), et qui est dû principalement à la diffusion atomique et qui est activée par le prolongement du temps de maintien.

Il a été trouvé que l'augmentation du temps de maintien favorise simultanément l'interdiffusion des éléments d'alliage et, par conséquent, la distribution des éléments devient uniforme, ce qui augmente la résistance du joint [4]. De plus, la concentration relativement élevée d'éléments d'alliage dans la zone de diffusion, suggère une ségrégation des secondes phases, telles que les carbures comme il a été trouvé par Naffakh et Hinojos [5, 6]. De plus, avec une augmentation du temps de maintien, le transfert de masse par diffusion peut remplir

## Chapitre IV Résultats et interprétation

les vides en transportant des atomes depuis des zones adjacentes [7-8]. D'autre part, une température de soudage plus élevée augmente la diffusivité des éléments et l'épaisseur de la région diffusée ce qui est en accord avec nos observations [3].



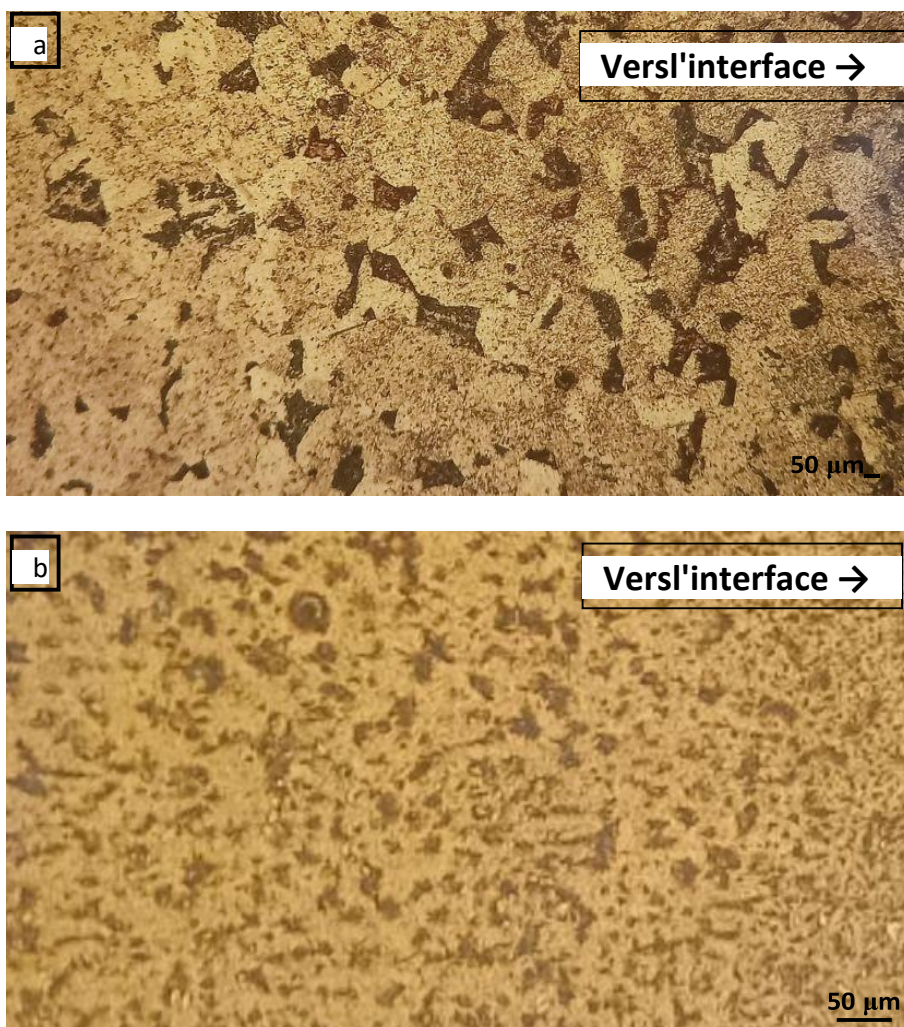
**Figure IV.7** Micrographies MEB des joints soudés entre l'acier inoxydable duplex et l'acier X70. (a, b) : 45 min, (c, d) : 120 min, et (e, f) : 1200 min. (b,d,et f sont les agrandissements de a, c,et e respectivement).

## Chapitre IV Résultats et interprétation

---

### Autres observations

D'après nos observations supplémentaires, on a constaté certaines évolutions microstructurales au niveau des deux métaux de base. Par exemple, pour le premier métal de base (acier faible teneur de carbone X70) comme il est illustré dans la figure IV.8, la croissance des grains a été observée sur le métal de base en acier X70 lors du soudage pendant 45 minutes et 120 minutes, ce qui est en accord avec les travaux antérieurs de Phillion et al. [9]. De plus on a remarqué que la taille des grains diminue au fur et à mesure qu'on s'approche de l'interface et surtout avec l'augmentation de temps de soudage par diffusion.



**Figure IV.8** Microstructure du matériau de base (acier X70) après soudage durant : (a) 45 min, et (b) 120 min.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

La perlite dans l'acier X70 apparaît sous forme de petites taches noires à proximité de l'interface et qui est due à la décomposition de la perlite. Ce phénomène est considéré comme un signe de diffusion de carbone à travers l'interface vers l'acier inoxydable duplex pour former la cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) ce qui a été suggéré par Shaogang et al. [10]. À partir de cette précédente observation, un modèle de décomposition de perlite peut être proposé (Fig. IV.9)

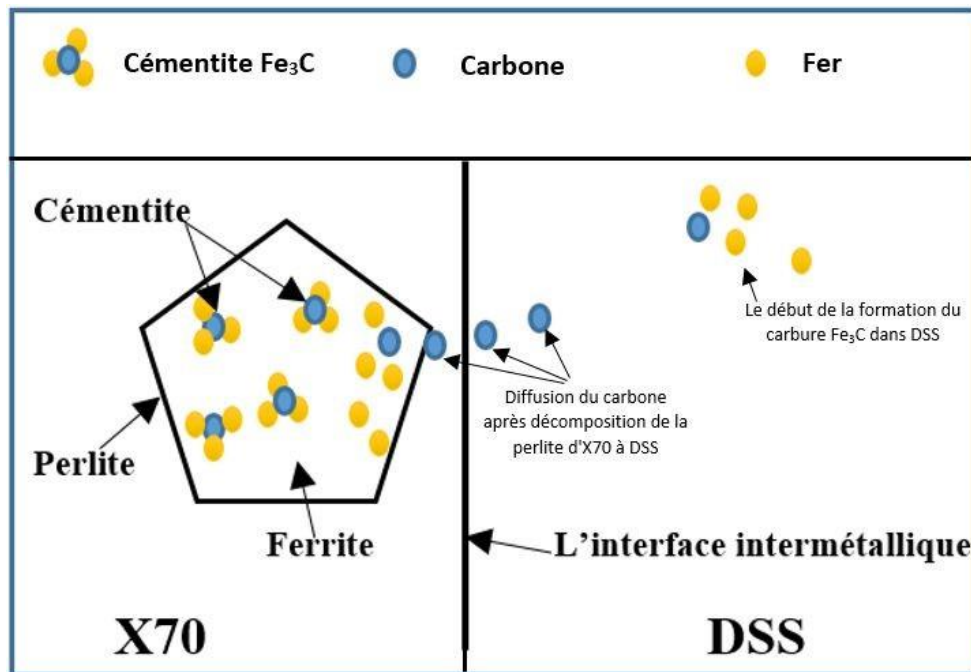


Figure IV.9 Modèle de décomposition de perlite.

De même, des phénomènes supplémentaires ont été observés dans l'acier inoxydable duplex et surtout dans la zone proche de l'interface (Fig.IV.10), comme la présence des carbures. En se basant sur les travaux publiés, on peut déduire que les précipités à haute teneur en chrome formés peuvent être des carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , qui sont localisés autour de grains d'austénite, dans la phase de ferrite. D'autres précipités peuvent aussi apparaître lors du soudage. On note que leurs compositions chimiques ont été déterminées en carbure de chrome par diagramme de phase ternaire Fe – Cr – C [11]. De plus, il a été constaté qu'avec l'augmentation du temps de maintien (de 45 min à 120 min), les colonies d'austénite semblent grossir dans la matrice de ferrite et ensuite se divisent, en raison de la transformation de la ferrite en austénite (fig. IV.10a- d) [8]. Puis avec un temps croissant de 120 à 1200 min, l'austénite prend la forme d'une structure cellulaire, dont la quantité de ferrite a augmenté (Fig.IV.10 c- f) [12]. Ce dernier phénomène est dû à la réaction de réarrangement des grains [8].

# Chapitre IV Résultats et interprétation

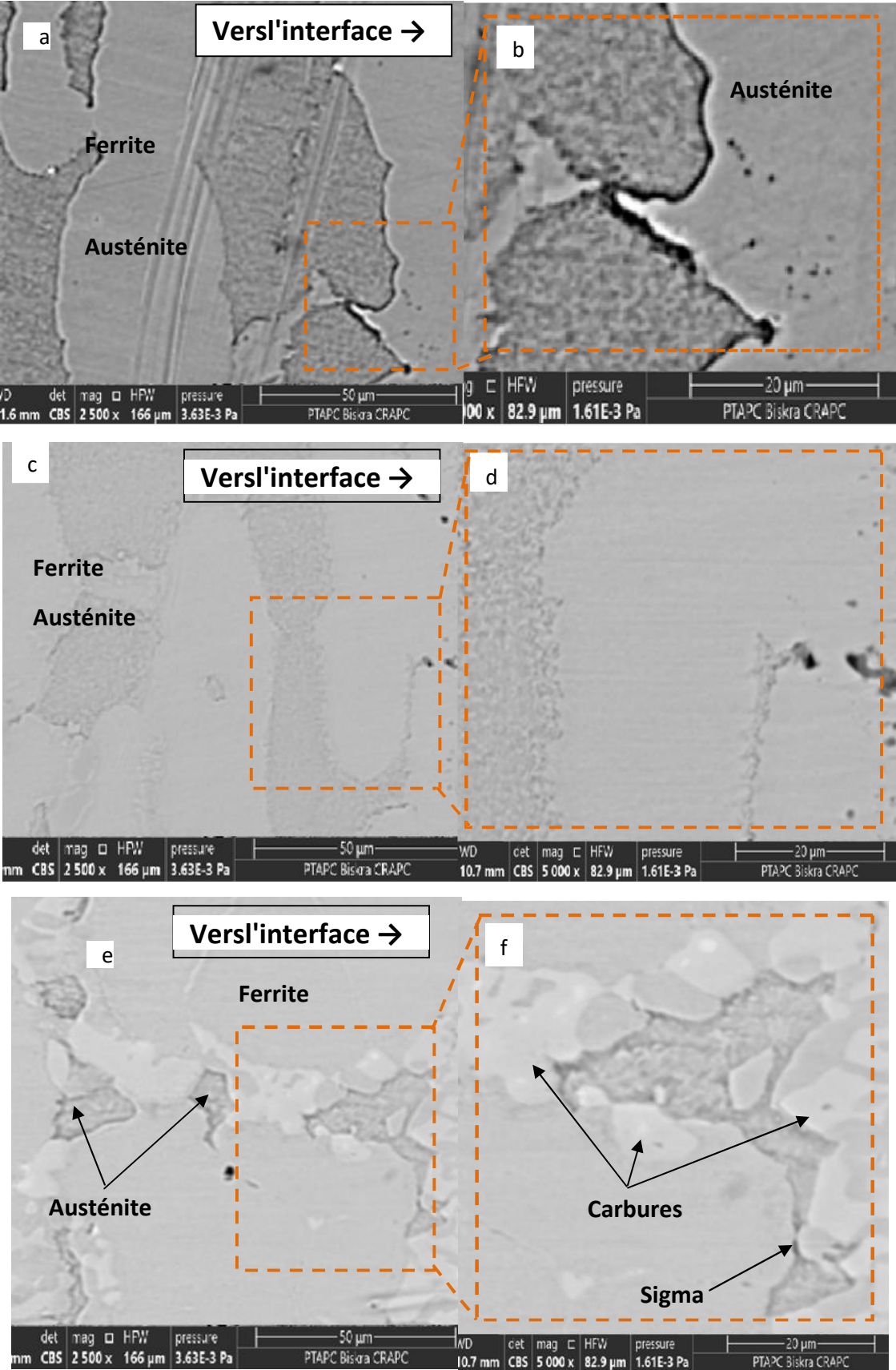


Figure IV.10 Micrographies MEB du côté de l'interface en acier inoxydable duplex. (a,b) : 45 min, (c,d) : 120 min, (e,f) : 1200 min. (b,d,f et h sont les agrandissements de a, c, et e respectivement).

## Chapitre IV Résultats et interprétation

### IV.2.2 Spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS)

La figure IV.10 (a, b, c) montre les profils d'intensité élémentaire à travers l'interface acier inoxydable duplex / acier X70 pour les joints soudés à 1150 ° C pendant 45 minutes, 120 minutes et 1200 minutes, respectivement. Les résultats de l'analyse EDS ont révélé qu'il y avait un changement progressif de la concentration de Fe, Cr, Ni, C, Mn, Si et Mo à l'interface de liaison, ce qui représente une preuve d'inter-diffusion atomique à travers l'interface. Le tableau IV.1 montre les valeurs des éléments d'alliage dans l'interface pendant différents temps de soudage : 45 min, 120 min, et 1200 min et aussi dans les deux métaux de bases (X70 et DSS).

Element	Fe	C	Cr	Mo	Ni	N	Si	Mn	Proportion %
Echantillon									
45 min	75.01	6.09	11.75	0.65	1.92	2.13	1.07	1.38	100
120 min	74.98	7.66	11.03	0.76	2.02	2.22	0.36	0.98	100
1200 min	70.82	13.38	9.52	0.48	1.70	2.46	0.51	1.13	100
MB X70	91.71	4.03	0.17	0.02	0.06	1.87	0.58	1.55	100
MB DSS	64.11	3.49	22.65	1.26	4.27	2.10	0.77	1.35	100

**Tableau IV.1** Les valeurs d'analyse EDS à travers l'interface de l'acier inoxydable duplex à joint dissemblable avec l'acier X70, soudé par un processus de soudage par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant 45 min, 120 min et 1200 min.

Avec l'augmentation de temps de maintien, la courbe du profil de concentration varie progressivement et d'une manière continue à travers l'interface. D'après Zhang [7] les éléments des deux matériaux diffusés à travers l'interface, ont réagi avec les éléments de leurs matériaux homologues. On note qu'on a deux directions de diffusion :

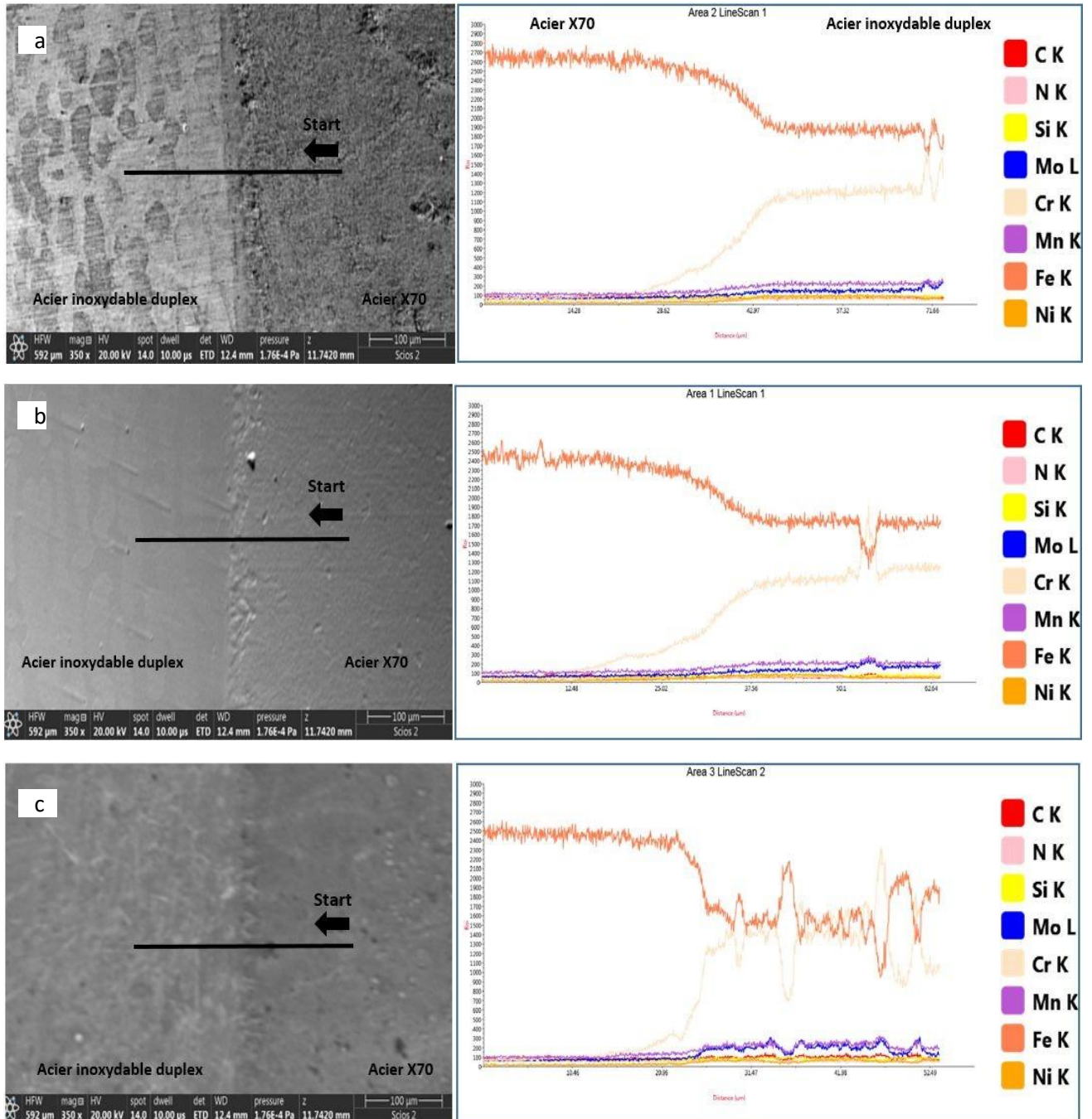
La migration des atomes du Fe et C vers l'acier inoxydable duplex et la migration des atomes du Cr, Ni, Si et Mn vers l'acier à faible teneur en carbone X70 [3].

On note aussi que l'acier inoxydable duplex en contact avec l'acier faiblement allié subira une augmentation significative du concentration en carbone par diffusion à partir de l'acier faiblement allié et également des diminutions de Cr, Ni et Mo par diffusion de ces éléments vers l'acier faiblement allié acier [12].

D'autre part, et à partir des trois courbes de variation de concentration, la diffusion du silicium, du molybdène, du manganèse, et du nitrure est quasiment négligeable (Fig.IV.11).

## Chapitre IV Résultats et interprétation

Les deux principaux éléments le fer et le chrome qui diffusent à travers l'interface d'une manière significative. On a observé, que lorsqu'on augmente le temps de soudage, la diffusion de Fe et de Cr augmente. Le carbone et le nickel sont également affectés par l'augmentation du temps de maintien, c'est à dire plus le temps de soudage est long, plus la diffusion augmente, mais leurs diffusion est faible par rapport à la diffusion des atomes du Fer et du Cr.

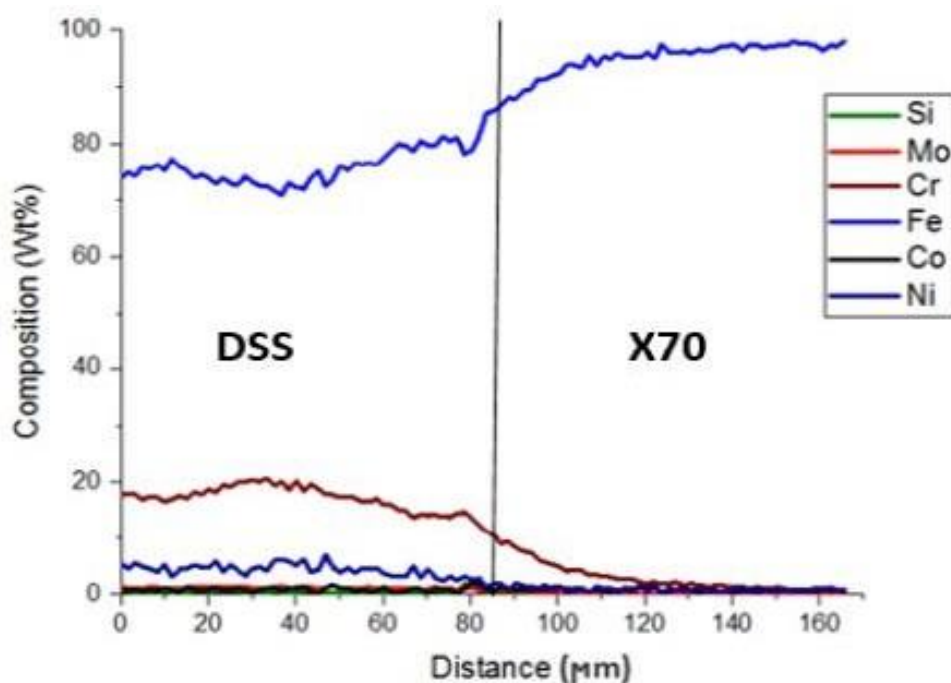


**Figure IV.11** Analyse EDS à travers l'interface de l'acier inoxydable duplex à joint dissemblable avec l'acier X70, soudé par un processus de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant différents temps 45 min, 120 min et 1200 min.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

La figure IV.12 présente l'analyse EDS sur le joint duplex soudés inox / acier X70 traité à 1150°C, pendant 300 minutes. Les courbes représentent les variations de concentration des éléments chimiques susceptibles de diffuser à travers le joint d'interface : silicium, molybdène, cobalt, fer, chrome et nickel.

D'après les courbes de variation de concentration, la diffusion du silicium, du molybdène et du silicium est quasiment négligeable. Les deux principaux éléments qui diffusent en continu à travers l'interface sont le fer et le chrome. Au contraire, la diffusion du nickel est plus ou moins lente. Au cours de ce processus de soudage, l'inter-diffusion d'atomes à travers l'interface représente le mécanisme principal pour souder les deux tôles d'acier dissemblables.



**Figure IV.12** Analyse EDS à travers l'interface de l'acier inoxydable duplex à joint dissemblable avec l'acier X70, soudé par un processus de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant 300 min.



## Chapitre IV Résultats et interprétation

---

### IV.2.3 Coefficients de diffusion

Dans cette partie d'étude on a effectué des calculs sur la diffusion atomique a travers l'interface . Pour aboutir à notre objectif , la deuxième lois de Fick a été appliquée.

La deuxième loi de Fick pour un écoulement unidirectionnel en régime permanent s'écrit :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial c}{\partial x} \right) \quad (1)$$

Si  $C_x$  est la concentration d'un élément à distance 'x' de l'interface, la seconde loi de Fick se réécrit comme suit :

$$\frac{\partial c_x}{\partial t} = D \left( \frac{\partial^2 c_x}{\partial x^2} \right) \quad (2)$$

La solution de cette équation est :

$$C(x, t) = A - B \operatorname{erf} \left( \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (3)$$

Où A et B sont :

$$A = \left( \frac{c_1 + c_2}{2} \right), B = \left( \frac{c_1 - c_2}{2} \right) \quad (4)$$

Où  $C_1$  et  $C_2$  sont les concentrations initiales des éléments étudiés dans les deux matériaux. « x » est la distance à partir de l'interface, « t » est le temps de soudage et « D » est le coefficient de diffusion [13].

Le coefficient de diffusion (D) est défini comme la quantité d'une substance particulière qui diffuse à travers une unité de surface en 1 s sous l'influence d'un gradient d'une unité [14]. Elle est exprimée en unités  $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$ . A partir des équations (3) et (4), l'expression de  $C(x, t)$  devient :

$$C_x = \left[ \frac{c_1 + c_2}{2} \right] - \left[ \frac{c_1 - c_2}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{x}{(2\sqrt{Dt})} \right] \quad (5)$$

En utilisant l'analyse MEB et EDS, les différentes concentrations élémentaires et la distance x (30  $\mu\text{m}$ ) de l'interface de chaque côté des métaux de base ont été mesurées (Tableau IV. 2). Dans ce cas, il y avait un processus d'interdiffusion, car les atomes de fer diffusent de l'acier X70 vers le DSS, cependant, les atomes de chrome et de nickel diffusent du DSS vers l'acier X70. Belkessa et al. [15] ont mis en évidence un fort gradient de concentration en éléments d'alliage (Cr, Ni et Mo) dans les aciers inoxydables duplex soudés et les aciers faiblement alliés.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

Temps	Element	C1 (Wt.%)	C2 (Wt.%)	Cx(Wt.%)
45 min	Fe	100.00	71.25	92.25
	Cr	48.30	01.80	20.00
	Ni	04.78	0.069	02.49
120 min	Fe	101.00	73.10	93.70
	Cr	48.70	01.91	16.20
	Ni	04.69	0.077	02.48
300 min	Fe	98.00	67.00	74.00
	Cr	20.00	00.05	14.00
	Ni	06.50	00.06	03.00
1200min	Fe	100.88	74.62	95.81
	Cr	47.90	01.95	15.60
	Ni	04.85	0.071	02.51

**Tableau VI. 2** Les différentes concentrations élémentaires et la distance  $x = 30 \mu\text{m}$  de l'interface liée DSS à l'acier X70, soudés par diffusion à l'état solide à  $1150^\circ\text{C}$  pendant différent temps 45 min, 120 min, 300 min, 1200 min.

### Opérations arithmétiques effectuées

À partir les équations (5), (6), (7) et (8) on trouve ce qui suit

✓ Pour 45 min :

❖ For  $D_{Fer}$

$$92.25 = \left[ \frac{(100+71.25)}{2} \right] - \left[ \frac{(100-71.25)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.52$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.52 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.52^2 B^2 = 0.52^2$$

$$D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.52^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 4.62 \times 10^{-14}$$

$$D_{Fer} = 4.62 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$$

❖ For  $D_{Cr}$

$$20 = \left[ \frac{(48.3 + 1.8)}{2} \right] - \left[ \frac{(48.3 - 1.8)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.9$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

## Chapitre IV Résultats et interprétation

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.9 \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.9^2 B^2 = 0.9^2$$

$$D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.9^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 1.54 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Cr} = 1.54 \times 10^{-14} m^2/s}$$

❖ For  $D_{Ni}$

$$2.49 = \left[ \frac{(4.78 + 0.069)}{2} \right] - \left[ \frac{(4.78 - 0.069)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 1.56$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 1.56 \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 1.56^2 B^2 = 1.56^2$$

$$D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 1.56^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 0.51 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Ni} = 0.51 \times 10^{-14} m^2/s}$$

Pour 120 min :

$$93.7 = \left[ \frac{(101+73.1)}{2} \right] - \left[ \frac{(101-73.1)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.47$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.47 \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.47^2 B^2 = 0.47^2$$

$$D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.47^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 5 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Fer} = 5 \times 10^{-14} m^2/s}$$

❖ For  $D_{Cr}$

$$16.2 = \left[ \frac{(48.7 + 1.91)}{2} \right] - \left[ \frac{(101 - 73.1)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.61$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.61 \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.61^2 B^2 = 0.61^2$$

$$D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.61^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 3.35 \times 10^{-14}$$

## Chapitre IV Résultats et interprétation

$$\mathbf{D_{Cr} = 3.35 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

❖ For  $D_{Ni}$

$$2.48 = \left[ \frac{(4.69+0.077)}{2} \right] - \left[ \frac{(4.69-0.077)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 1.44$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 1.44 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 1.44^2 B^2 = 1.44^2$$

$$D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 1.44^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 0.60 \times 10^{-14}$$

✓ Pour 300 min :

$$74 = \left[ \frac{(98+67)}{2} \right] - \left[ \frac{(98-67)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.43$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.43 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.43^2 B^2 = 0.43^2$$

$$D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.43^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 6.76 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Fer} = 6.76 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

❖ For  $D_{Cr}$

$$14 = \left[ \frac{(20 + 0.05)}{2} \right] - \left[ \frac{(20 - 0.05)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.6$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.6 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.6^2 B^2 = 0.6^2$$

$$D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.6^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 3.47 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Cr} = 3.47 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

## Chapitre IV Résultats et interprétation

---

❖ For  $D_{Ni}$

$$3 = \left[ \frac{(6.5 + 0.06)}{2} \right] - \left[ \frac{(6.5 + 0.06)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 1.21$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 1.21 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 1.21^2 B^2 = 1.21^2$$

$$D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 1.21^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 0.85 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Ni} = 0.85 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

✓ Pour 1200 min :

$$95.81 = \left[ \frac{(100.88 + 74.62)}{2} \right] - \left[ \frac{(100.88 - 74.62)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.36$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.36 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.36^2 B^2 = 0.36^2$$

$$D_{Fer} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.36^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 9.64 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Fer} = 9.64 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

❖ For  $D_{Cr}$

$$15.6 = \left[ \frac{(47.9 + 1.95)}{2} \right] - \left[ \frac{(47.9 - 1.95)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 0.59$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 0.59 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 0.59^2 B^2 = 0.59^2$$

$$D_{Cr} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 0.59^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 3.59 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Cr} = 3.59 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

## Chapitre IV Résultats et interprétation

❖ For  $D_{Ni}$

$$2.51 = \left[ \frac{(4.85 + 0.071)}{2} \right] - \left[ \frac{(4.85 - 0.071)}{2} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] \operatorname{erf} \left[ \frac{X}{2\sqrt{Dt}} \right] = 1.64$$

$$B = \frac{X}{(2\sqrt{Dt})} \quad (6) \quad B^2 = \frac{X^2}{(2^2 \cdot Dt)} \quad (7) \quad D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] \quad (8)$$

$$\frac{X}{2\sqrt{Dt}} = 1.64 \quad \frac{X^2}{2^2 \cdot Dt} = 1.64^2 B^2 = 1.64^2$$

$$D_{Ni} = \left[ \frac{X^2}{4 \cdot B^2 \cdot t} \right] = \left[ \frac{(30 \times 10^{-6})^2}{(4 \times 1.64^2 \times 5 \times 3600)} \right] = 0.46 \times 10^{-14}$$

$$\mathbf{D_{Ni} = 0.46 \times 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}}$$

Sur la base des valeurs mesurées indiquées dans le tableau IV.2 et calculées à partir de l'équation (5), les valeurs du coefficient de diffusion de « Cr », « Ni » et « Fe » ont été calculées pour la même distance de diffusion  $x = 30 \mu\text{m}$  (tableau IV.3). En général, la largeur de la zone de diffusion est proportionnelle à la racine carrée du temps de diffusion [16].

La première remarque à mentionner est que le coefficient de diffusion n'est pas le même pour les trois éléments. Le coefficient de diffusion du fer et du chrome est supérieur à celui du nickel. Cette différence dépend principalement de la différence de rayon atomique entre le chrome ( $r = 0,185 \text{ nm}$ ), le fer ( $r = 0,172 \text{ nm}$ ) et le nickel ( $r = 0,162 \text{ nm}$ ), et la diffusivité de chaque élément. Vigraman et al. [3] ont effectué des calculs du coefficient de diffusion du chrome et du nickel à travers une interface d'un joint réalisé par procédé de soudage par diffusion entre l'acier inoxydable duplex et l'acier à moyenne teneur en carbone entre 850 et 950 °C, ce qui est un cas approximativement similaire. Les valeurs obtenues des coefficients de diffusion de ces éléments ne sont pas différentes de nos valeurs obtenus. De plus, nous avons remarqué à travers les valeurs du tableau 3 que le coefficient de diffusion du fer et du chrome augmente avec l'augmentation du temps de soudage, mais l'évolution du nickel est faible.

Temps	$D_{\text{Fer}}$	$D_{\text{Cr}}$	$D_{\text{Ni}}$
45 min	$4.62 \times 10^{-14}$	$1.65 \times 10^{-14}$	$0.51 \times 10^{-14}$
120 min	$05 \times 10^{-14}$	$3,35 \times 10^{-14}$	$0.60 \times 10^{-14}$
300 min	$6,76 \times 10^{-14}$	$3,47 \times 10^{-14}$	$0,85 \times 10^{-14}$
1200 min	$9,64 \times 10^{-14}$	$3,59 \times 10^{-14}$	$0,46 \times 10^{-14}$

**Tableau IV. 3** Valeurs des coefficients de diffusion de Cr, Ni et Fe dans le DSS soudé à l'acier X70 pendant différent temps de soudage 45 min, 120 min, 300 min et 1200 min.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

---

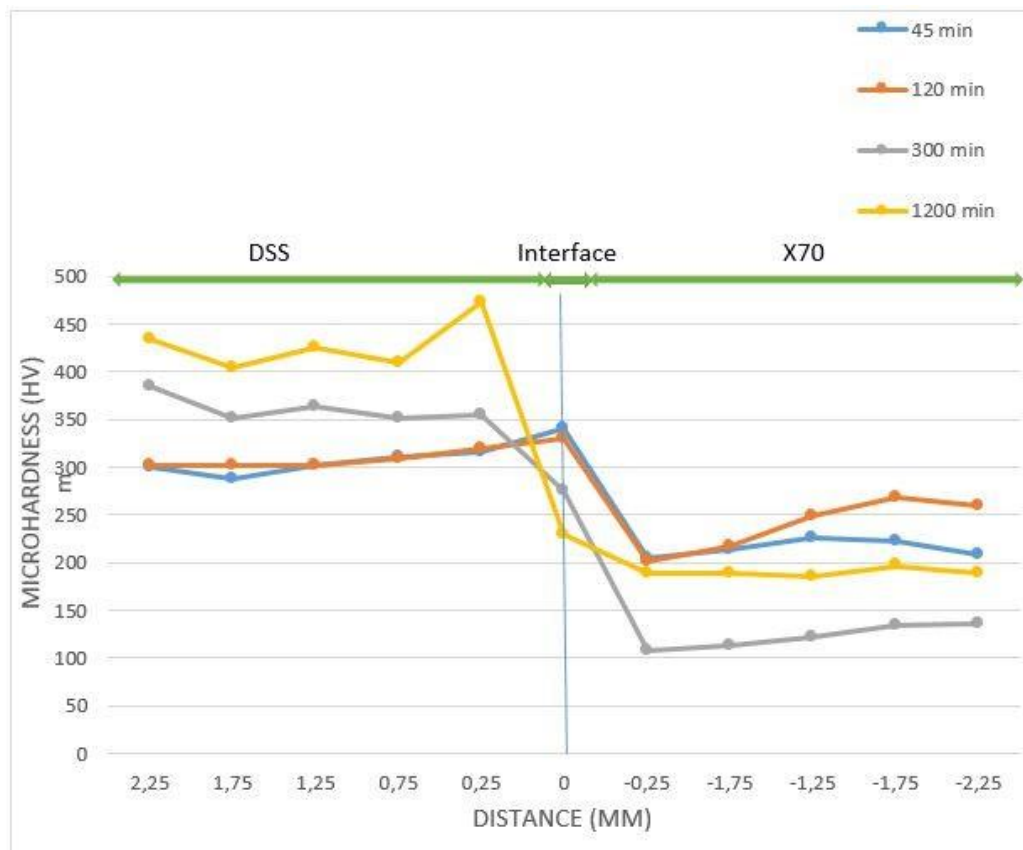
### IV.2.3 Microdureté Vickers

Les mesures de dureté sont la technique habituelle pour évaluer les propriétés du joint soudé [17]. Dans ce contexte, la courbe de dureté à travers le joint soudé a été tracée de l'acier DSS à l'acier X70 à 1150°C pendant : 45min, 120min, 300 min, 1200 min (Fig.IV.13). Cependant, on peut constater que la dureté dans la zone centrale a des valeurs de dureté intermédiaires (200 - 350 Hv). Ces valeurs intermédiaires peuvent être attribuées au processus d'interdiffusion atomique et de réaction de recristallisation dans l'interface lors du processus de liaison par diffusion à l'état solide. Vigraman et al. [3], attribuèrent la variation de dureté au centre des joints soudés, à la migration des atomes de part et d'autre du couple de diffusion acier inoxydable duplex/acier moyen carbone. Remarquons enfin que la dureté est sensiblement la même dans la zone des gros grains dans l'acier X70. Cela pourrait être dû à la diffusion d'éléments d'alliage dans cette zone.

D'après la figure IV.13, la valeur de dureté maximale est du côté inoxydable duplex et une valeur minimale a été observée à proximité de l'interface du côté acier X70. La dureté élevée du côté acier duplex 472,7 VH est due à la formation de Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> résultant d'une diffusion du carbone de l'acier faiblement allié vers l'acier inoxydable duplex [12].

La diminution de la dureté près de l'interface et du côté de l'acier X 70 jusqu'à 107,9 Hv peut être attribuée à la stabilisation de la ferrite par le Cr diffusé. La stabilisation de la ferrite est attribuée à la diffusion limitée du Cr de l'acier inoxydable à l'acier au carbone [18]. Il a été observé que l'augmentation du temps de maintien entraînait une diminution de la dureté dans la ligne médiane des joints entre l'acier X 70 et le duplex. Dont la valeur de dureté maximale est de 340 Hv pour l'échantillon 1 qui a été soudé à 45 min, et la valeur de dureté minimale est de 228,9 Hv pour l'échantillon 4, qui a été soudé à 1200 min. Et donc l'augmentation du temps de soudage a un effet direct sur la diminution des valeurs de dureté. Ces résultats sont en cohérence avec les résultats d'Abdolvan [19].

## Chapitre IV Résultats et interprétation



**Figure IV.13** Evolution de la microdureté des joints soudés à 1150°C pendant : 45 min, 120 min, 300 min, 1200min.

### IV.2.4 Diffraction des Rayons X

Sur la base du processus d'interdiffusion entre les deux tôles d'acier dissemblables, des analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées du côté acier inoxydable proche de l'interface du joint soudé, pour déterminer s'il y a formation de nouvelles phases.

La figure IV.14 montre les diffractogrammes de rayons X du côté acier inoxydable proche de l'interface du joint soudé à 1150 ° C durant 45 min, 120 min, 300 min et 1200 min, respectivement.

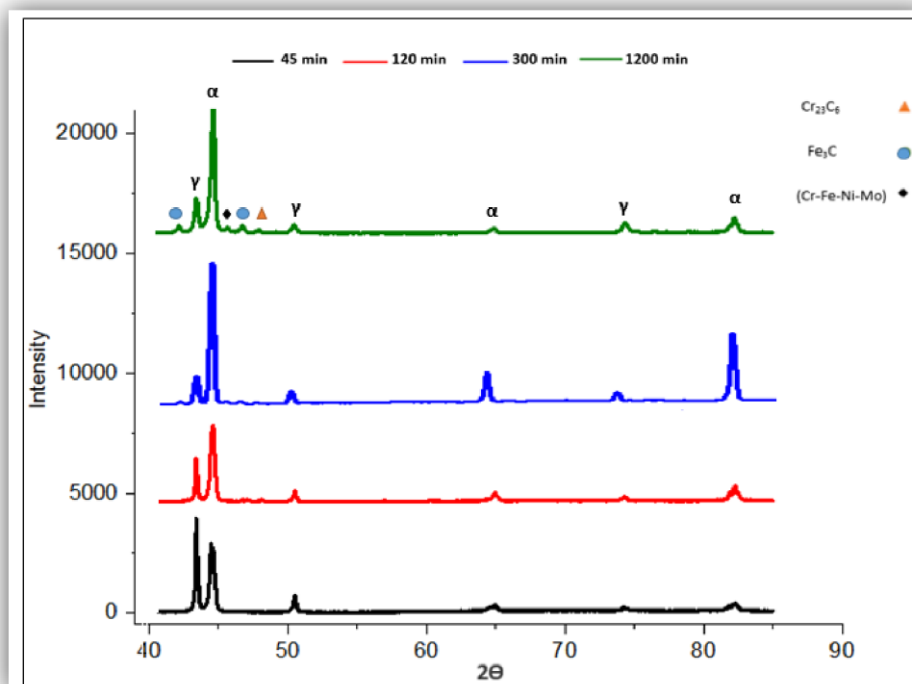
Pour le soudage par diffusion pendant un temps de maintien de 45 min, seuls les pics de deux phases ont été révélés, à savoir la ferrite et l'austénite et qui sont les phases initiales des métaux de base. D'autres petits pics apparaissent dans le diffractogramme de rayons X lorsqu'on en augmente le temps de soudage jusqu'à 120 min. L'analyse par diffraction des rayons X confirme la formation des carbures suivants  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  et  $\text{Fe}_3\text{C}$ , et la phase sigma formée



## Chapitre IV Résultats et interprétation

du côté de l'acier inoxydable (Fig.IV.14). Les carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  et  $\text{Fe}_3\text{C}$  commencent à se former du côté de l'interface en acier inoxydable duplex à 120 min avec une très faible intensité ou presque négligeable. Avec l'augmentation du temps jusqu'à 300 min, l'intensité des pics du  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  et  $\text{Fe}_3\text{C}$  augmente légèrement. Puis avec un temps prolongé jusqu'à 1200 min, on assiste à une augmentation de l'intensité des carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  et  $\text{Fe}_3\text{C}$  et l'apparition de la phase Sigma. Il a été montré que la phase sigma se forme après de longs temps de maintien et à des températures comprises entre 650 et 950 °C et après refroidissement à partir des températures élevées [20].

Généralement, dans les diffractogrammes obtenus pour les maintiens de 120 min, 300 min et 1200 min, les pics des carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$  et la phase sigma montrent des pics qui apparaissent à très faibles angles de diffraction, mais pour le maintien de 45 min sont presque inexistantes. Ces résultats sont en bon accord avec les résultats obtenus par microscopie optique, par MEB, par EDS ou par mesure de dureté.

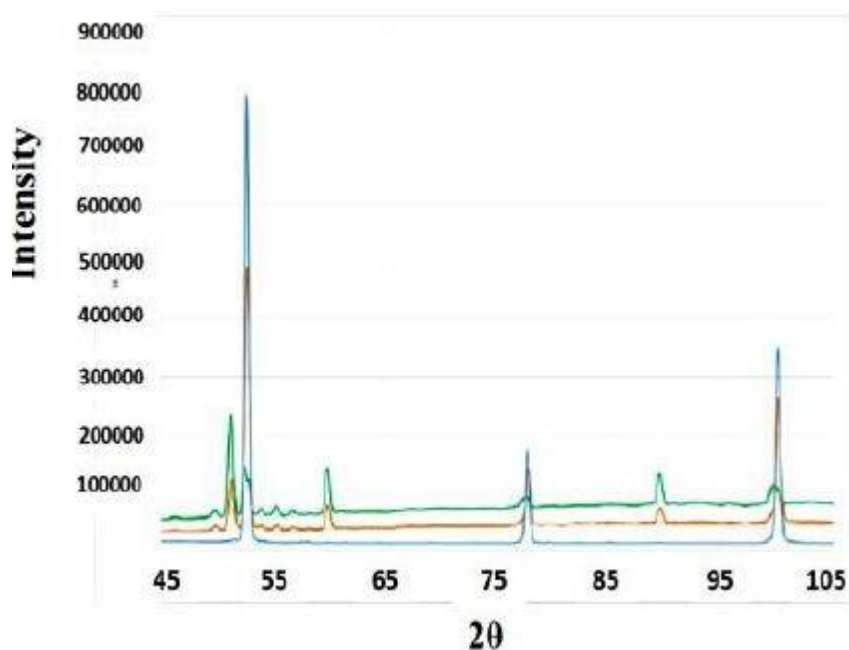


**Figure IV.14** Diffractogrammes de rayons X du côté acier inoxydable proche de l'interface du joint soudé à 1150 ° C durant 45 min, 120 min, 300 min et 1200 min.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

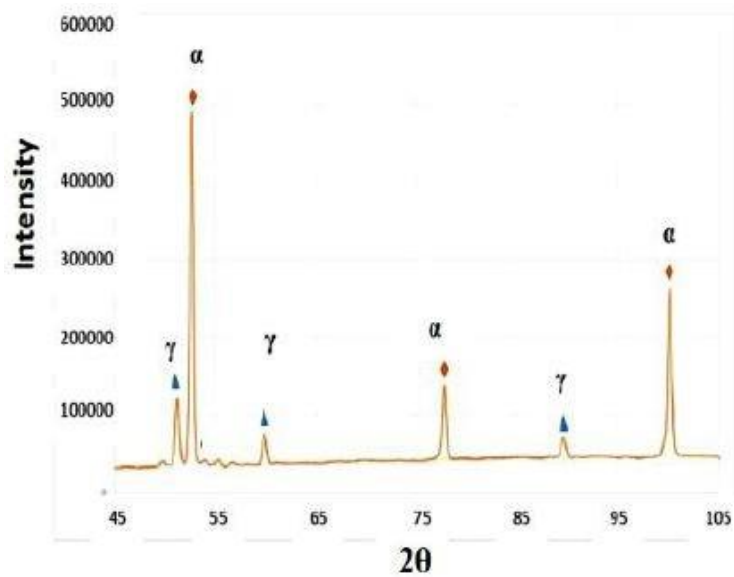
La figure IV.15 montre les diffractogrammes de rayons X dans chaque zone du joint soudé pendant 300 min à 1150°C. Le diffractogramme de rayons X de l'acier X70 (courbe bleue) révèle les pics de la phase ferritique  $\alpha$  (courbe bleue).

Le diffractogramme des rayons X de l'acier inoxydable duplex (courbe verte) révèle les pics de la phase ferritique  $\alpha$  avec la phase austénitique  $\gamma$  avec de nouveaux pics dans les faibles angles de diffraction. Cependant, le diffractogramme de rayons X de la zone centrale du joint soudé (courbe orange) montre la présence de pics observés dans les deux métaux dissemblables.



**Figure IV.15** Diffractogrammes de rayons X dans chaque zone du joint soudé. (Oméga = 30° Chi 0 à 70 / 5°, Phi 0 à 355 / 5°). La courbe bleue en acier X70, la courbe verte en DSS et la courbe orange en joint soudé.

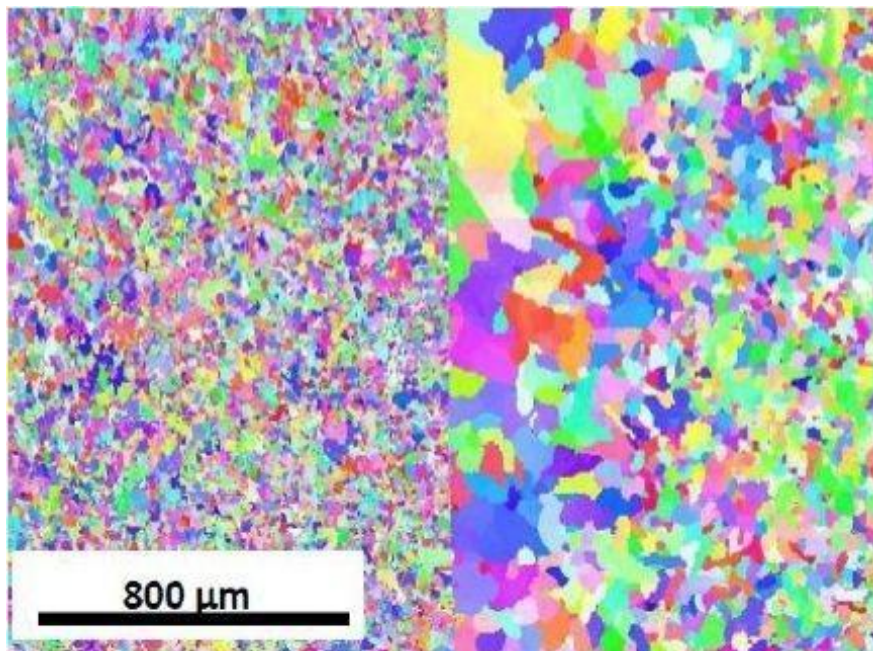
La figure IV.16 présente le diffractogramme de rayons X de la zone centrale du joint soudé avec les principales phases révélées ( $\alpha$  : Ferrite et  $\gamma$  : Austénite). Ainsi, le procédé de soudage par diffusion à l'état solide de ces deux tôles d'acier dissemblables n'a pas provoqué la formation de nouvelles phases à l'interface, ce qui permettra d'obtenir un joint de bonnes propriétés mécaniques.



**Figure IV.16** Diffractogramme de rayons X dans la zone centrale du joint soudé.

### IV.2.5 Analyse de la microstructure locale

La figure IV.17 présente la carte EBSD du joint dissemblable. La carte EBSD montre la réaction de croissance des grains près de l'interface, côté acier X70. On note que la taille de grain du côté DSS est la même.



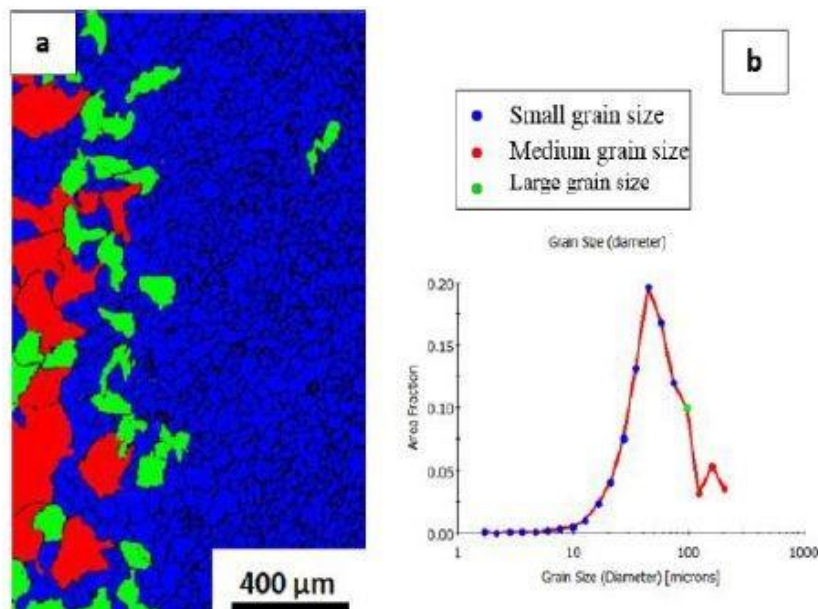
**Figure IV.17** Carte EBSD "direction"-IPF du joint dissemblable, acier inoxydable duplex avec acier X70, soudé par un processus de liaison par diffusion à l'état solide à 1150°C pendant 5 h.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

Pour plus de détails sur la croissance des grains côté acier X70, la figure IV.18 illustre une carte en couleur de phase (Fig. 18a) et la distribution granulométrique (Fig. 18b), qui indique que la taille moyenne des grains varie de 50  $\mu\text{m}$  dans le coeur de l'acier X70 à environ 180  $\mu\text{m}$  près de l'interface. Les granulométries les plus élevées sont illustrées par une couleur rouge et verte (Fig. 18a).

La granulométrie la plus élevée (couleur rouge) se situe près de l'interface. Par conséquent, l'interface est un site privilégié pour la réaction de croissance des grains ferritiques. Notons que l'interface est le contact surfacique entre l'acier ductile (X70) et l'acier dur (DSS). Lors du processus de soudage, l'acier X70 subit une déformation locale à haute température du côté DSS, ce qui conduit à une recristallisation dynamique du côté de l'acier X70.

Comme il a été observé précédemment, la zone de croissance des grains correspond à celle où la perlite a disparu dans l'acier X70 à l'interface. On peut donc supposer qu'il y a eu une diffusion du carbone dans l'acier duplex. Dans ces conditions, cette zone de l'acier X70 contient moins de carbone. Ainsi, lors d'un traitement à 1150°C, on peut supposer qu'une transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  est apparue. Ainsi et compte tenu de la dilatation différente des matériaux ferritiques et austénitiques/ferritiques, la déformation plastique générée dans le X70 est certainement à l'origine de la recristallisation et de la croissance des grains.

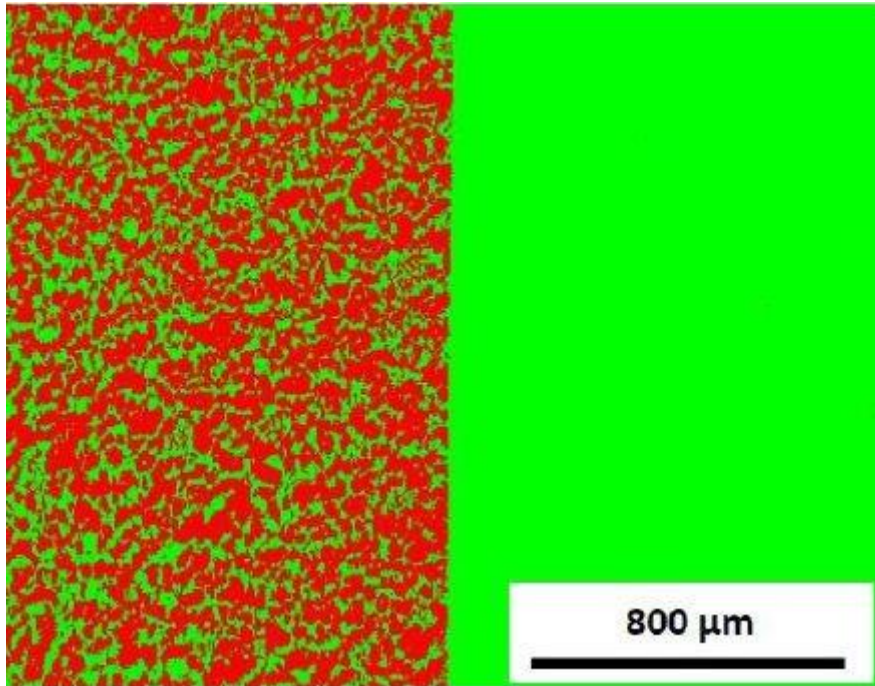


**Figure IV.18(a)** : carte EBSD et (b) : distribution granulométrique côté acier X70, soudé à l'acier inoxydable duplex par un procédé de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C et pendant 5 h.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

---

La figure IV.19 présente la carte en couleur de phase du joint dissemblable. Du côté DSS, la carte en couleur de phase montre une répartition homogène de l'austénite (couleur rouge) et de la ferrite (couleur verte), avec une légère différence quantitative entre ces deux phases. De plus, l'interface X70/DSS apparaît droite et exempte de défauts apparents.



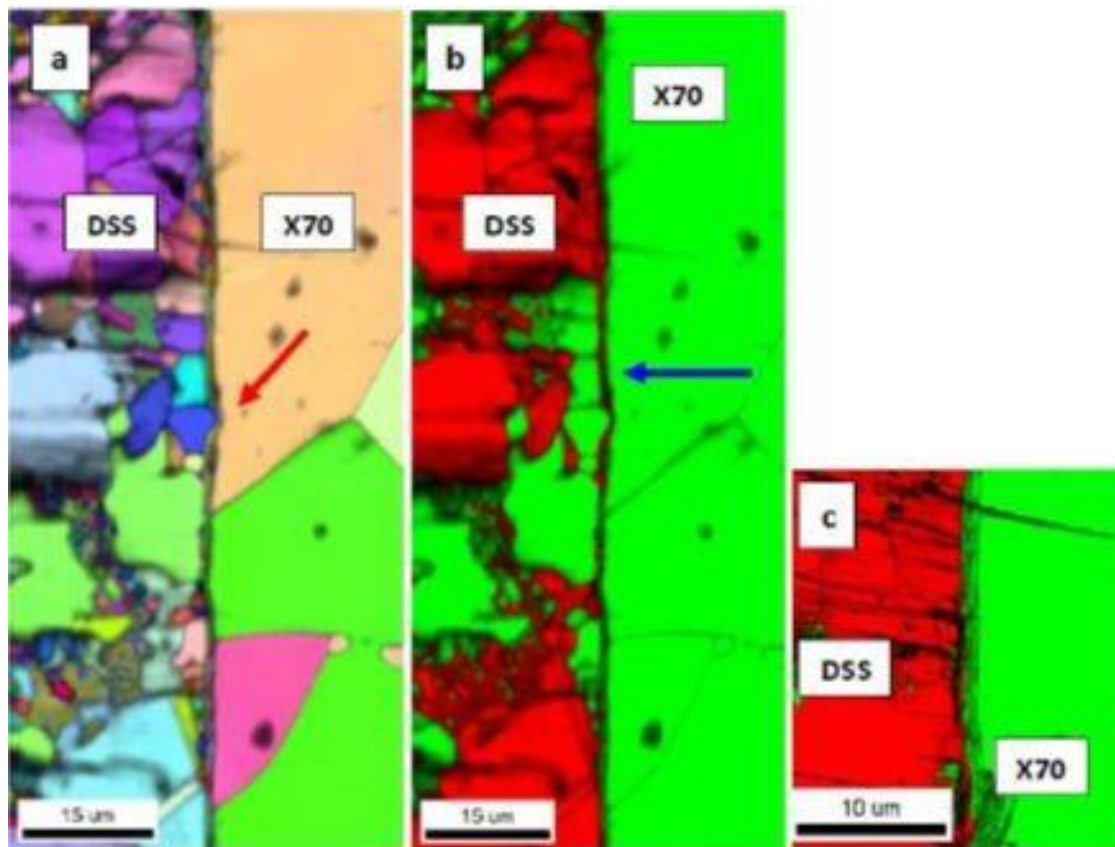
**Figure IV.19** Carte de couleur de phase du joint dissemblable, acier inoxydable duplex avec acier X70, soudé par un procédé de liaison par diffusion à l'état solide à 1150 °C pendant 5 h (Ferrite de couleur verte, Austénite de couleur rouge).

La figure IV.20 montre un agrandissement de deux zones sélectionnées dans le joint dissemblable où plus de détails peuvent être observés. Les figures IV.20 a et b montrent la formation de sous-grains légèrement désorientés entre eux (même couleur sur la carte) caractéristiques de déformation à froid ou ayant éventuellement subi une légère restauration dynamique pour permettre un réarrangement des luxations.

De plus, certaines zones à l'interface sont formées d'une couche mince (ferritique ou austénitique) (indiquée par la flèche bleue) (Fig.20b). La figure IV.20c présente un zoom d'une telle couche mince avec une résolution plus élevée qui montre la sous-structure fine décrite ci-dessus.

## Chapitre IV Résultats et interprétation

La figure IV.20 a montre également la croissance d'un petit grain à l'interface (flèche rouge) du DSS à l'acier X70. Dans ce cas, il s'agit d'un grain ferritique mais des grains austénitiques ont également été observés. En plus de l'interdiffusion atomique à travers l'interface, ces phénomènes contribuent au renforcement du processus de liaison entre les deux tôles d'acier dissemblables. Yu et al. [21] ont révélé par la technique EBSD, une croissance de nouveaux petits grains à l'interface lors d'un soudage par diffusion d'un acier réfractaire ferritique sur un acier réfractaire austénitique. Ils ont attribué ce phénomène à la déformation de l'énergie de stockage et aux glissements de dislocation dans l'interface.



**Figure IV.20** Cartes EBSD des joints dissemblables, acier inoxydable duplex avec acier X70, assemblés par un procédé de liaison par diffusion à l'état solide à  $1150^{\circ}\text{C}$  pendant 5 h. (a) – DN-IPF, (b) et (c) cartes de phase (vert = ferrite et rouge = austénite)



## **Références Bibliographiques**

## Références Bibliographiques

---

### Références Bibliographiques

- [1] D. Mustapha, “Effet de la cinétique de précipitation sur la résistance à la corrosion de l’acier inoxydable duplex 2205 et de l’alliage d’aluminium 2000”, Thèse de doctorat es sciences spécialité : Chimie Option : Chimie Métallurgie, 2018.
- [2] L. Shiwei, S. Xianjun, D. Yajie, Y. Peng, Y. Chen, L. Zhaoxi, J. Xiong, L. Jinglong: *Crystals*, 11, 2021, 1127.
- [3] T. Vigraman, D. Ravindran, R. Narayanasamy, “Diffusion bonding of AISI 304L steel to low-carbon steel with AISI 304L steel interlayer”, *Materials and Design*, 34, 594–602, India, 2012.
- [4] Y. Xinjian, M. Kim, H. Young, and Y. Chung, “Microstructures, Mechanical and Chemical Properties of TLP-Bonded Joints in a Duplex Stainless Steel with Amorphous Ni-Based Insert Alloys”, *Metallurgical and Materials Transactions*, 2011.
- [5] H. Naffakh, M. Shamanian, and F. Ashrafizadeh, “Dissimilar welding of AISI 310 austenitic stainless steel to nickel-based alloy Inconel 657”, *J. Mater. Process*, 3628–3639, 2009.
- [6] A. Hinojos, J. Mireles, A. Reichardt, P. Frigola, P. Hosemann, L. Murr, R. Wicker, “Joining of Inconel 718 and 316 stainless steel using electron beam melting”, *Additive manufacturing technology*, *Mater. Design*. 17–27, 2016.
- [7] C. Zhang, M. Li, and H. Li, The behavior and mechanism of void self-shrinkage in diffusion bonded 1Cr11Ni2W2MoV steel joint: Effect of temperature and void morphology, *Journal of Manufacturing Processes*, elsevier, 2018.
- [8] R. Xueping, L. Shuxi, and X. Zhiping, “Isostatic diffusion bonding and post-solution treatment between Cr22Ni5Mo3MnSi and Cr30Ni7Mo3MnSi duplex stainless steels”, *Journal of Manufacturing Processes*, Vol 34, Part A, Pages 215-224, 2018.
- [9] A. Phillion, H. Zurob, C. Hutchinson, H. Guo, D. Malakhov, J. Nakano, et al. “Studies of the influence of alloying elements on the growth of ferrite from austenite under decarburization conditions: Fe–C–Ni Alloys”. *Metall Mater Trans A* 2004;35A:1237–42.
- [10] W. Shaogang, M. Qihui, Li. Yan , Characterization of microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of dissimilar welded joint between 2205 duplex stainless steel and 16MnR, *Materials and Design*, 32, 831–837, 2011. [www.elsevier.com/locate/matdes](http://www.elsevier.com/locate/matdes)
- [11] G.V. Raynor, V.G. Rivlin, “Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys”, *The Institute of Metals*, 1988, p. 147.
- [12] I. Gutierrez, J. J. Urcola, J. M. Bilbao, and L. M. Villar, “Bonding by hot extrusion of Incoloy 825 and Duplex 2205 to low alloy steel”, *The Institute of*



## Références Bibliographiques

---

- Metals, Alava, Spain, Vol. 7,1991.
- [13] V. Raghavan : Materials Science and Engineering: A First Course,Fifth Edition, PHI learning, New Delhi, 2004.
- [14] J.C. Zhao: Materials Science Studies, 2005, 1-13. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/02041-6>.
- [15] B. Belkessa, D. Miroud, B. Cheniti, N. Ouali, M. Hakem, M. Djama: Diffusion Foundations, 18, 2018, 7-13. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DF.18.7>.
- [16] K. Arioka, Y. Iijima, T. Miyamoto: Philosophical Maga-zine, 95(32), 2015, 1-13. <http://dx.doi.org/10.1080/14786435.2015.1091108>.
- [17] R.G. Thiessen, I.M. Richardson, J. Sietsma:Materials Science and Engineering A, 427, 2006, 223-231. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.076>.
- [18] Kim Sung-Joon, Lee CG, Lee Tae-Ho, Oh Chang-Seok. Effect of Cu, Cr and Ni on mechanical properties of 0.15 wt.% C TRIP-aided cold rolled steels. ScrMater;48:539–44,2003.
- [19] Abdolvand, The effect of bonding time on the microstructure and mechanical properties of transient liquid phase bonding between SAF 2507 and AISI 304R, Journal of Manufacturing Processes 25, 2017.
- [20] H. Sieurin , and R. Sandstrom, Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205, Materials Science and Engineering and Brinell Centre, Royal Institute of Technology, Brinellv. 23, S-100 44 Stockholm, Sweden, 271–276, 2006.
- [21] H. Yu, C. Jianguo, Y. Liming, S. Yonghong, L. Chenxi, L. Huijun, L. Yongchang: Acta Metallurgica Sinica, 58(2), 141-154, 2022. <https://doi.org/10.11900/0412.1961.2020.00446>.



**Conclusion Générale**

# Conclusion Générale

L'objectif principal de cette thèse était l'étude du temps de soudage par diffusion à l'état solide de deux aciers dissimilaires : un acier à bas carbone (X70) et un acier inoxydable duplex.

Pour aboutir à notre objectif, on a utilisé les techniques de caractérisation suivantes :

- Microscopie optique
- Microdureté Vickers
- Microscopie Electronique à balayage
- Diffraction des rayons X
- EBSD.

Nos principaux résultats sont :

- Le soudage a été effectué avec succès pour les temps de soudage adoptés au début de ce travail de recherche.
- L'analyse par microscopie optique a révélé la bonne qualité du joint, car on n'a pas constaté aucun défaut visible tel que les pores ou les fissures. On constate que la largeur de l'interface augmente avec l'augmentation du temps de soudage.
- L'analyse chimique par EDS a révélé l'inter-diffusion des éléments appartenant aux deux aciers de base comme le chrome, le fer et le nickel. On a pu déterminer les coefficients de diffusion de ces éléments. Le coefficient de diffusion du fer et du chrome est supérieur à celui du nickel.
- L'analyse par micro-dureté Vickers a montré la différence de dureté à travers l'interface X70/Acier duplex. Il a été observé que l'augmentation du temps de maintien entraînait une diminution de la dureté dans la ligne médiane des joints entre l'acier X70 et l'acier duplex.

## Conclusion

---

- L'analyse par diffraction de rayons X a révélé les principaux pics des phases préalablement existantes dans les deux aciers de base.
- L'étude par EBSD, est une technique d'étude locale, nous a permis de déterminer la formation de nouveaux grains au niveau de l'interface. Les cartes EBSD ont montré la réaction de croissance des grains près de l'interface, du côté de l'acier X70.

### **Perspectives :**

D'après cette présente étude, il sera intéressant d'effectuer une étude par microscopie électronique pour mieux étudier l'interface X70/Acier duplex et déterminer des nouvelles phases possibles.