

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



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
DEPARTEMENT DE METALLURGIE

MEMOIRE DE MAGISTER

Thème :

# **Evaluation du taux de la phase Delta ( $\delta$ ) dans une soudure en acier inoxydable austénitique 304L**

Proposé et dirigé par :

MR DJEGHLAL MED ELAMINE  
PROFESSEUR

Présenté par :

Mme KHIER Yamina  
Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Soutenu devant le jury :

MR. SALHI ESSAID  
MR. DJEGHLAL MED ELAMINE  
MR. BOUABDALLAH MABROUK  
MR. MESRATI NADIR  
MR. LARIBI MERZAK  
MR. ABADLI KAMEL

PROFESSEUR (ENP)  
PROFESSEUR (ENP)  
PROFESSEUR (ENP)  
PROFESSEUR (ENP)  
PROFESSEUR (ENP)  
MAITRE ASSISTANT (ENP)

Président  
Directeur de  
Thèse  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Invité

Année universitaire 2011 - 2012

### ملخص:

تتناول هذه الدراسة تقييم نسب الأطوار في فولاذ المقاوم للصدأ الأوستنيتي من نوع 304L. قمنا بإنجاز معالجات حرارية للتجميد عند درجتين حراريتين هما 1050 درجة مئوية و 1150 درجة مئوية على مدار فترات زمنية مختلفة. وقد درسنا أيضا تغير معدل طور الفريت بالنسبة لعدد تصاريح التلحيم.

وصف التقنيات التمييز المستخدمة: المجهر الضوئي والإختبارات الميكانيكية (الصلابة، الميكروصلابة، والصدم)، وتقنيات تحليل الصور.

وتظهر النتائج أن معدل الفيريت يزيد بزيادة درجة حرارة التجميد وأنها لا تتغير إلا بعد 90 دقيقة من المعالجة الحرارية. اللحم بعدة تمريرات ينقص من معدل الفيريت في المنطقة المذابة. وقد أبرزنا منحنيات الإرتباط.

**الكلمات المفتاحية :** فولاذ المقاوم للصدأ الأوستنيتي، التجميد، فريت، التلحيم، الصدم.

### Résumé :

La présente étude traite l'évaluation des taux de phases dans une soudure en acier inoxydable austénitique de type 304L. Nous avons effectué des traitements thermiques d'hypertrempe à deux températures à savoir 1050°C et 1150°C pendant différents temps de maintien. La variation du taux de ferrite en fonction des nombres de passes a été étudiée aussi.

Les techniques de caractérisation utilisées sont: le microscope optique, les essais mécaniques (dureté, microdureté, résilience), et les techniques d'analyse d'image.

Les résultats montrent que le taux de ferrite augmente en augmentant la température d'hypertrempe et elle ne varie pas en fonction du temps de maintien qu'après les 90 premières minutes. Le soudage à plusieurs passes fait diminuer le taux de ferrite dans la zone fondue. Des courbes de corrélations ont été mis en évidence.

**Mots clés :** acier inoxydable austénitique, hypertrempe, ferrite, soudage, résilience.

### Abstract:

This study deals with the assessment of rates of phases in a type 304 L austenitic stainless steel weld. We did from the heat treatment of solidification at two temperatures: 1050 ° C and 1150 ° C during different time. The variation in the rate of ferrite on the number of passes has also studied. Characterization techniques used are: optical microscopy, mechanical testing (hardness, microhardness, resilience), and image analysis techniques. The results show that the rate of ferrite increases by increasing the temperature of solidification and it does not vary before the first 90 minutes. Several passes welding decrease the rate of ferrite in the melted area. Curves of correlations have been highlighted.

**Key words:** austenitic stainless steel, solidification, ferrite, welding, resilience.

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau I.1.</b> Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes	3
<b>Tableau III.1 :</b> Composition chimique du 304L	39
<b>Tableau III.2 :</b> Composition chimique selon la norme ANSI B36.19-1965	39
<b>Tableau III.3:</b> Caractéristiques mécaniques de l'acier inoxydable 304L	40
<b>Tableau III.4:</b> Composition chimique du métal d'apport (308L)	41
<b>Tableau III.5:</b> Caractéristiques mécaniques du métal d'apport	41
<b>Tableau IV.1 :</b> Taux de ferrite dans le cordon de soudure	55
<b>Tableau IV.2 :</b> Dureté HV le long de la soudure	55
<b>Tableau IV.3 :</b> Effets des traitements thermiques sur le taux de ferrite dans la ZF	57
<b>Tableau IV.4 :</b> Effet de la variation du nombre de passe sur le taux de ferrite	63
<b>Tableau IV.5 :</b> Intensités des phases	67
<b>Tableau IV.6 :</b> Variation de la dureté de l'austénite dans le métal de base	68
<b>Tableau IV.7 :</b> Variation de la dureté en fonction des traitements thermiques	69
<b>Tableau IV.8 :</b> Variation de la résilience en fonction des traitements thermiques	70

## Liste des figures :

<b>Figure I.1.</b> (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr; (b) Projection sur le plan T/%Cr	4
<b>Figure I.2.</b> Influence du nickel sur l'extension de la boucle $\gamma$ des alliages ternaires Fe-Cr-Ni	5
<b>Figure I.3.</b> Section à 1100 °C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni	6
<b>Figure I.4.</b> Courbe d'écrouissage d'un acier X1CrNi 18-10	11
<b>Figure I.5.</b> Effet de l'azote sur la résistance et la ductilité de l'acier inoxydable 304	12
<b>Figure I.6.</b> Courbe schématique de polarisation d'un acier inoxydable	12
<b>Figure 1.7.</b> Schématisation de la corrosion intergranulaire au voisinage d'un joint soudé	14
<b>Figure 1.8.</b> Limite de solubilité du carbone dans la solution solide Fe-Cr-Ni	14
<b>Figure I.9.</b> Précipitation des carbures de chrome dans plusieurs types de joints de grains d'un acier austénitique 304	17
<b>Figure I.10.</b> Cinétiques de précipitation des austénitiques 304, contenant 0.05% de carbone, hypertrempé à partir de la température de 1250 °C	17
<b>Figure I.11.</b> Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montrant la stabilité de la phase $\sigma$ sur la gamme	18
<b>Figure II.1.</b> Représentation schématique du principe du soudage TIG	22
<b>Figure II.2.</b> Représentation schématique des différentes zones constituant la soudure	24
<b>Figure II.3.</b> Diagramme de Schaeffler	25
<b>Figure II.4.</b> Diagramme WRC 92	26
<b>Figure II.5.</b> Effet du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle	27
<b>Figure II.6.</b> Croissance selon le mode cellulaire dendritique	27
<b>Figure II.7.</b> Types de solidification en fonction des valeurs de $C_L$ et de $D^*G/\sqrt{R}$	28
<b>Figure II.8.</b> Croissance épitaxiale et sélective pour une trajectoire de solidification T	29
<b>Figure II.9.</b> Forme du bain de fusion	30
<b>Figure II.10.</b> Principaux aspects de la structure de solidification en fonction de la vitesse de soudage	31
<b>Figure II.11.</b> Direction du flux thermique pour une soudure horizontale – verticale	32
<b>Figure II.12.</b> Direction du flux thermique pour une soudure à plat	32

## *Liste des figures*

---

<b>Figure II.13.</b> Soudure en corniche couches déposées à 55° de l'axe des tubes	33
<b>Figure III.1.</b> Micrographie du métal de base à l'état de réception (G=200)	40
<b>Figure III.2.</b> Préparation des joints en vue de soudage	44
<b>Figure III.3 .</b> Localisation des éprouvettes de résilience et de traction	45
<b>Figure III.4.</b> Dispositif d'attaque électrolytique	46
<b>Figure III.5.</b> Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg	48
<b>Figure III.6.</b> Principe de l'essai de dureté Vickers	49
<b>Figure III.7.</b> Mode de balayage pour la mesure du profil de dureté Vickers	50
<b>Figure IV.1 .</b> Micrographie de métal de base (G = 200)	51
<b>Figure IV.2 .</b> Structure de la zone affectée thermiquement (G=200)	52
<b>Figure IV.3.</b> Structure de la zone fondue (G=200)	52
<b>Figure IV.4 .</b> Micrographie de la zone fondue	53
<b>Figure IV.5 .</b> Image binarisée de la zone fondue	53
<b>Figure IV.6.</b> Maintien à 1050°C pendant 90 mn	55
<b>Figure IV.7.</b> Maintien à 1150°C pendant 240 mn	55
<b>Figure IV.8.</b> Maintien à 1150°C pendant 90 mn	55
<b>Figure IV.9.</b> Maintien à 1150°C pendant 240 mn	55
<b>Figure IV.10 .</b> Effets des durées de maintien sur le taux de ferrite dans la zone fondue	56
<b>Figure IV.11.</b> Figure Diagramme pseudo binaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe	57
<b>Figure IV.12 .</b> MB après maintien à 1050°C pendant 60 mn	58
<b>Figure IV.13 .</b> MB après maintien à 1050°C pendant 240 mn	58
<b>Figure IV.14 .</b> La ZAT après maintien à 1150°C pendant 60 mn	58
<b>Figure IV.15 .</b> La ZAT après maintien à 1050°C pendant 60 mn	59
<b>Figure IV.16 .</b> La ZAT après maintien à 1150°C pendant 180 mn	59
<b>Figure IV.17.</b> Structure de la ZF (soudure 2 passes à 1050°C pendant 120 mn)	60

## *Liste des figures*

---

<b>Figure IV.18.</b> Structure de la ZF (soudure 2 passes à 1050°C pendant 60 mn)	60
<b>Figure IV.19.</b> Structure de la ZF (soudure 1 passes à 1050°C pendant 120mn)	61
<b>Figure IV.20 .</b> Variation du taux de ferrite en fonction de la distance x	61
<b>Figure IV.21 .</b> Variation de la température en fonction du temps	63
<b>Figure IV.22 .</b> Spectre de la diffraction des rayons X : éch traité à 1050°C pendant 180m	64
<b>Figure IV.23 .</b> Spectre de la diffraction des rayons X : éch traité à 1150°C pendant 180mn	64
<b>Figure IV.24 .</b> Spectre de la diffraction des rayons X : éch traité à 1050°C pendant 60mn	65
<b>Figure IV.25 .</b> Spectre de la diffraction des rayons X : éch traité à 1150°C pendant 60mn	65
<b>Figure IV.26.</b> Spectres de la diffraction des rayons X	66
<b>Figure IV.27 .</b> Variation de la microdureté en fonction du temps de maintien	68
<b>Figure IV.28 .</b> Variation de la dureté de la zone fondue au cours du traitement thermique	69
<b>Figure IV.29 .</b> Variation de la résilience en fonction des conditions de traitement thermique	70
<b>Figure IV.30.</b> Microdureté en fonction du pourcentage de la ferrite delta	70
<b>Figure IV.31 .</b> Résilience en fonction du pourcentage de la ferrite delta	71

## Sommaire

<b><i>Introduction générale</i></b>	1
<b><i>Chapitre I : Les aciers inoxydables austénitiques</i></b>	2
I.1. Introduction	2
I.2. Microstructure	2
I.3. Les familles d'aciers inoxydables	6
I.4. Propriétés des aciers inoxydables austénitiques	8
I.5. Comportement en corrosion des aciers inoxydables austénitiques	12
I.6. Déstabilisation de l'austénite	14
I.7. Traitement thermique des aciers inoxydables austénitiques	19
<b><i>Chapitre II: Métallurgie de soudage des aciers inoxydables austénitiques</i></b>	20
II.1. Introduction	20
II.2. Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques	20
II.3. Soudage TIG	20
II.4. Etude thermique de soudage	21
II.5. Influence des paramètres de soudage	27
II.6. Traitement thermique des soudures austénitiques	32
II.7. Défauts des soudures dans les aciers inoxydables austénitiques	32
<b><i>Chapitre III: Techniques expérimentales</i></b>	35
III.1. Introduction	35
III.2. Présentation du matériau :	35

III.3. Soudage	37
III.4. Préparation d'éprouvettes	40
III.5. Traitements thermiques	41
III.6.1. Attaque chimique	42
III.6.2. Attaque électrochimique	42
III.7. Examen au microscope optique	43
III.8. Traitement et analyse d'images	43
III. 9. Diffraction des rayons X	43
III.10. Caractérisation mécanique	44
<b><i>Chapitre IV : Résultats et interprétations</i></b>	<b>47</b>
IV.1. Introduction	47
IV.2. Structure de la soudure brute	47
IV.3. Répartition du taux de ferrite moyen dans la soudure brute	49
IV.4. Variation de la dureté dans la soudure brute	50
IV.5. Variation de taux de ferrite dans le cordon de soudure	51
IV.6. Variation des caractéristiques mécaniques en fonction des conditions de traitement thermique	63
IV.7.1. Microdureté en fonction du pourcentage de la ferrite delta	66
IV.7.2. L'énergie de résilience en fonction du pourcentage de la ferrite delta	67
<b><i>CONCLUSION GENERALE</i></b>	<b>68</b>



*INTRODUCTION*  
*GENERALE*

Les aciers inoxydables sont des aciers dont l'inoxidabilité est assurée par la présence du chrome qui est l'élément essentiel de l'alliage avec des teneurs supérieures à 10.5%, en favorisant en milieu oxydant, une couche passive à sa surface. D'autres éléments d'addition sont introduits tels que Ni, Mo, Cu, Si.... afin de favoriser la stabilisation du fer  $\alpha$  ou bien le fer  $\gamma$  suivant l'état structural final voulu.

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une bonne résistance à la corrosion, ainsi que de bonnes propriétés mécaniques (forte capacité d'érouissage et ils sont ductiles).

En effet, l'utilisation de ces aciers comme matériaux de structure sur les installations industrielles requiert l'assemblage de composants de grande taille. La méthode d'assemblage la plus couramment utilisée est le soudage. Cette opération conduit à des modifications microstructurales qui peuvent avoir une influence très importante sur les propriétés mécaniques.

Un des problèmes majeurs rencontrés dans le soudage des aciers inoxydables austénitiques est le problème de fissuration à chaud dans la zone fondue et la zone affectée thermiquement. Ce problème est lié directement au taux de ferrite, qui peut même atténuer la résistance à la corrosion. Ce taux de ferrite est lié à plusieurs paramètres.

Dans notre travail nous avons effectué des traitements thermiques d'hypertrempe à haute température en l'occurrence 1050°C et 1150°C pendant différents temps de maintien. Nous avons étudié l'influence des nombres de passe sur le taux de ferrite existant.

Cette étude est répartie en deux parties principales :

- La partie bibliographique contenant deux chapitres : le premier chapitre traite des aciers inoxydables austénitiques, le deuxième est consacré à la métallurgie du soudage des aciers inoxydables austénitiques.
- La partie expérimentale divisée elle aussi en deux chapitres : chapitre techniques expérimentales et chapitre résultats et interprétations dans lequel nous présentons les résultats obtenus et leurs interprétations.

Nous clôturons ce travail par une conclusion générale et quelques perspectives

# *CHAPITRE I*

## *Les aciers inoxydables austénitiques*

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

Les aciers susceptibles de résister à l'attaque électrochimique sont dits inoxydables. Ils ont connu un extraordinaire développement essentiellement en raison de la disponibilité à grande échelle des métaux entrant dans leur composition, tel que le chrome, le nickel, le molybdène et le manganèse, ce dernier pouvant être utilisé comme substitut au nickel.

Les aciers inoxydables constituent une vaste famille d'alliages métalliques qui ont tous en commun de contenir du fer et du chrome. Suivant leur teneur en chrome dont le seuil minimal est de 10,5 % et les traitements métallurgiques qu'ils ont subis, ils présentent un large éventail de propriétés [1]. Les nuances austénitiques dites couramment 18-8, contenant 18% de chrome et 8% de nickel [2], sont des alliages fer-chrome-nickel (molybdène), dont les propriétés sont dues à l'influence isolée ou combinée des éléments d'alliage :

Le **chrome**, élément de base de tous les aciers inoxydables, augmente la résistance à la corrosion (sauf en milieu sulfurique) et à l'oxydation à chaud.

Le **nickel**, grâce à son rôle gammagène, stabilise l'austénite aussi bien à la température ambiante qu'aux températures très basses. Il favorise ainsi la mise en oeuvre par déformation plastique.

Le **carbone**, élément fortement gammagène contribue à stabiliser l'austénite lors de déformations à froid. Par contre, il peut provoquer la formation de carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  intergranulaires diminuant la résistance à la corrosion intergranulaire.

Le **molybdène**, élément alphasène, fréquemment utilisé à la hauteur de 2 à 5 % pour améliorer la corrosion dans presque tous les milieux, à l'exception des solutions nitriques bouillantes.

### ***1.2. Microstructure***

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

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. L'une des principales raisons est le fait que l'élément majoritaire, le fer, présente deux variétés allotropiques de structures cristallines différentes entre les basses températures et sa température de fusion [3]:

- en-dessous de 910 °C, le fer a une structure cubique centrée, le fer  $\alpha$  ou ferrite ;
- de 910 °C à 1400 °C, le fer se transforme en fer  $\gamma$  ou austénite dont la structure est cubique à faces centrées ;
- une nouvelle transformation intervient de 1400 °C à 1538 °C pour donner le fer  $\delta$  dont la structure est à nouveau cubique centrée.

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

**Tableau I.1.** Variétés allotropiques du fer et structures correspondantes.

<b>Fer <math>\delta</math> (forme haute température) (<math>\theta &gt; 1400</math> °C)</b>	<b>Fer <math>\gamma</math> (austénite) (<math>910</math> °C <math>&lt; \theta &lt; 1400</math> °C)</b>	<b>Fer <math>\alpha</math> (ferrite) (<math>\theta &lt; 910</math> °C)</b>
Structure cubique centrée	Structure cubique à faces centrées	Structure cubique centrée

Les éléments d'addition présents dans les aciers inoxydables ont tendance à favoriser une structure aux dépens d'une autre, suivant leur concentration. Ces éléments sont ajoutés à l'acier inoxydable de base afin d'en modifier ou améliorer les propriétés physiques, chimiques et mécaniques.

Certains éléments sont dits *gamagènes*, ils élargissent le domaine austénitique  $\gamma$  ; d'autres sont dits *alphagènes*, ils réduisent ce domaine au profit de la ferrite  $\alpha$ . Le nickel, le manganèse, le carbone et l'azote sont les principaux éléments gamagènes ; le chrome, le silicium et le molybdène sont les principaux éléments alphagènes [4].

### I.2.1. Système Fe-Cr-C

La Figure I.1.(a) représente schématiquement le domaine austénitique des alliages Fe-Cr-C. Le fait d'ajouter du Carbone à l'alliage Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase  $\gamma$ . Par projection du diagramme ternaire sur le plan (T-%Cr) (Figure I.1.b), on constate que plus la teneur en Carbone est élevée, plus la boucle  $\gamma$  s'élargit. Ainsi, par exemple, pour un alliage Fe-Cr à 17% en Chrome, entièrement ferritique, on peut avoir apparition de la phase  $\gamma$  entre les deux températures  $T_1$  et  $T_2$  par ajout d'une quantité suffisante de Carbone.

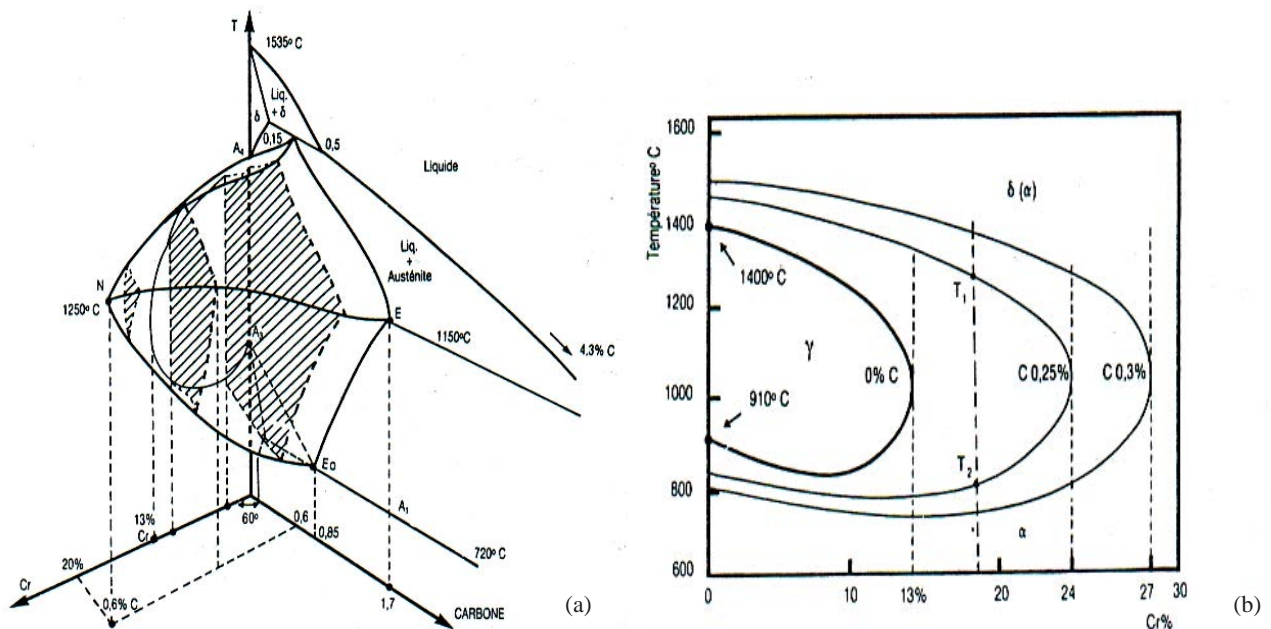
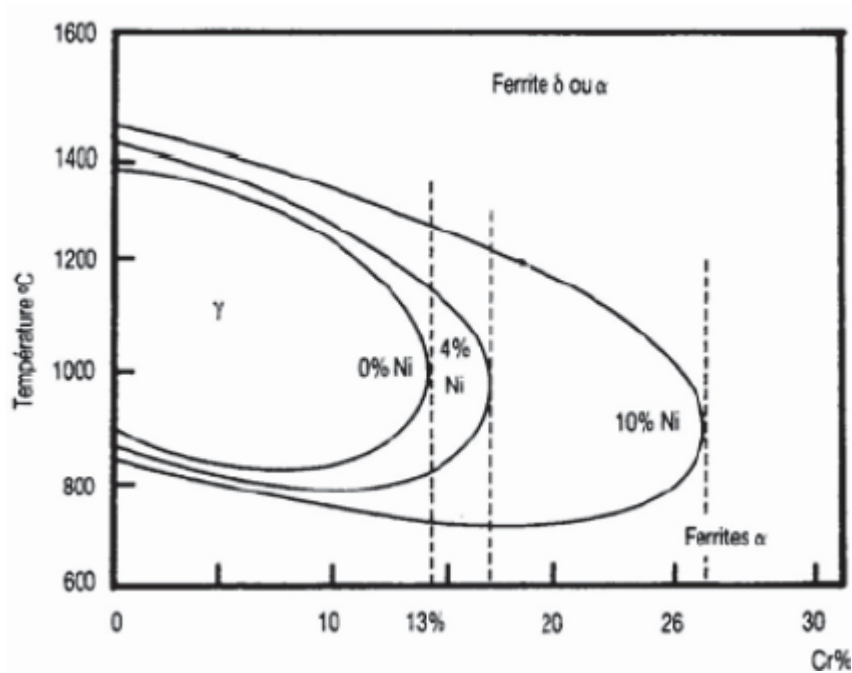


Figure I.1 : (a) Diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-C à trois dimensions (schématique) ; (b) Projection sur le plan température/teneur en Chrome des coupes du diagramme Fe-Cr-C pour des teneurs croissantes en Carbone [5].

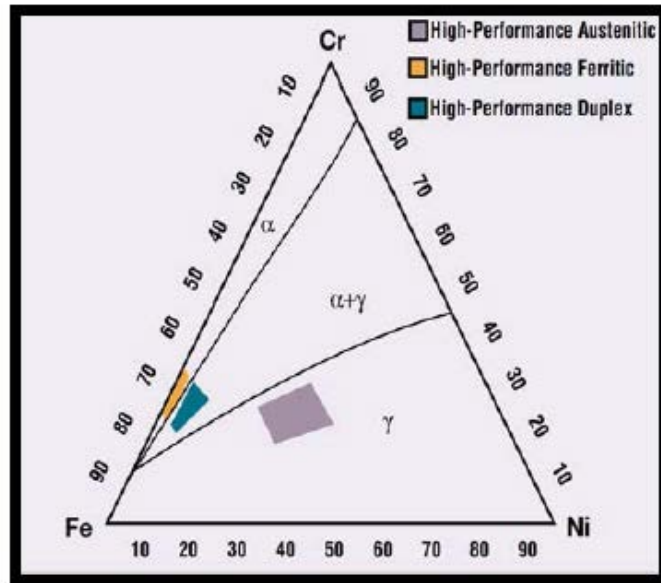
### I.2.2. Système Fe-Cr-Ni

L'étendue du domaine  $\gamma$  des alliages ternaires Fe-Cr-Ni en fonction des teneurs respectives en chrome et en nickel est présentée dans la figure I.2. Le nickel étant  $\gamma$ -gène comme le carbone, élargit en température et en concentration le domaine austénitique des alliages Fe-Cr [5].



**Figure I.2.** Influence du nickel sur l'extension de la boucle  $\gamma$  des alliages ternaires Fe-Cr-Ni [6].

L'addition du nickel à des teneurs de quelques pourcent a pour effet de repousser la boucle  $\gamma$  vers les fortes teneurs en chrome. Mais, il est remarquable qu'il faille une teneur beaucoup plus importante en Ni pour élargir la boucle  $\gamma$  qu'il n'en faut avec l'addition du carbone. Le nickel augmente la capacité de trempe des aciers inoxydables en abaissant la vitesse critique de refroidissement (Figure I.3) [7].



**Figure I.3.** Section à 1100 °C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni (les zones de couleurs orange, vert et violet représentent les domaines ferritiques, duplex et austénitique respectivement) [6].

### I.3. Les familles d'aciers inoxydables

Les aciers inoxydables peuvent être classés de diverses manières selon les critères de classification que l'on considère (la composition chimique, les méthodes d'élaboration, la structure du demi-produit final avant utilisation), mais la classification qui de loin est la plus utilisée est celle tenant compte de la structure qui, associée à la composition chimique, permet de définir le plus complètement les grandes familles d'aciers inoxydables. Ces familles apparaissent dans le diagramme de Schaeffler qui se base sur le calcul de l'équivalent en Nickel (respectivement en Chrome) qui est la somme des teneurs pondérales  $\gamma$ -gènes (respectivement  $\alpha$ -gènes) affectées de coefficients correcteurs compte tenu du pouvoir  $\gamma$ -gène (respectivement  $\alpha$ -gène) qui diffère d'un élément à un autre. Nous avons donc [5]:

$$Cr_{eq} = \%Cr + 2\%Mo + 1.5\%Si + 0.5\%Nb \quad (I.2)$$

$$Ni_{eq} = 30\%C + 0.5\%Mn + 30\%N \quad (I.3)$$



### **I.3.1 Les aciers inoxydables ferritiques**

Ce sont des alliages Fer-Chrome ou Fer-Chrome-Molybdène dont la teneur en Chrome varie de 11 à 30% [8]. Ces aciers ne contiennent en général pas de Nickel. Ils sont ferromagnétiques et sont caractérisés par le fait que leur structure reste entièrement ferritique dans tout l'intervalle de température. Avec ces aciers, plus la teneur en Chrome est élevée, plus le risque de fragilisation à 475 °C sera grand. Ce phénomène se caractérise par une augmentation de la dureté par suite d'un maintien durant plusieurs centaines d'heures à des températures comprises entre 400 et 500 °C.

### **I.3.2 Les aciers inoxydables martensitiques**

Pour obtenir un acier inoxydable martensitique, deux conditions doivent être satisfaites :

- Présence d'une teneur en Chrome supérieure à 10.5%, pour assurer l'inoxidabilité.
- Existence d'un domaine de température où l'acier prend la structure austénitique.

L'obtention d'une structure entièrement martensitique, après trempe, confère à ces aciers inoxydables une limite d'élasticité, une résistance à la rupture et une dureté élevées.

### **I.6.3 Les aciers inoxydables austéno-ferritiques**

Ces aciers sont caractérisés par de hautes teneurs en Chrome (22% et plus) et des teneurs relativement basses en Nickel (3,5 à 8%). Ils présentent la particularité de posséder une structure biphasée (austénite + ferrite) à température ambiante, leur teneur en austénite étant comprise entre 40 et 60% en fonction des nuances. On les nomme également aciers « duplex ». Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont plus élevées que celles des aciers austénitiques (environ 1,2 fois pour la résistance et 2 fois pour la limite élastique). Ils peuvent également être durcis par écrouissage à froid. Leur résistance à la corrosion est globalement supérieure à celle des aciers austénitiques, en particulier vis à vis de la corrosion généralisée et de la corrosion sous contrainte.

### **I.3.4 Les aciers inoxydables austénitiques**

Ce sont, de loin, les plus connus et les plus employés parmi les aciers inoxydables : ils contiennent, outre une teneur en Chrome minimale de l'ordre de 17%, du Nickel (généralement 7% et plus) et des additions éventuelles de Molybdène, Titane, Niobium, ... etc. Leurs caractéristiques mécaniques en traction sont généralement moyennes mais peuvent être, pour certaines nuances, considérablement accrues par écrouissage. Ils sont par contre très indiqués, de par leur absence de fragilité à basse température, pour les emplois cryogéniques.

## ***I.4. Propriétés des aciers inoxydables austénitiques***

### **I.4.1. Propriétés physiques**

Les propriétés physiques des aciers inoxydables dépendent fortement de leurs structures. Les nuances austénitiques sont caractérisés par une phase austénitique amagnétique, alors que les phases ferritiques et martensitiques sont ferromagnétiques. Il est donc possible de mesurer par voie magnétique la ferrite éventuelle des austénitiques ou la martensite formée par écrouissage dans l'austénite [4, 9, 10, 11].

#### **I.4.1.1. Coefficient de dilatation thermique**

On sait que le coefficient de dilatation thermique linéaire  $\alpha$  d'un matériau est défini par :

$$\alpha = \frac{L_t - L_{20}}{L_{20}(t - 20)} \dots\dots\dots(\text{I. 1})$$

où  $L_{20}$  est la longueur à 20°C et  $L_t$  la longueur à la température  $t$  (en °C).

Les aciers inoxydables austénitiques ont un coefficient linéaire moyen de dilatation élevé, de l'ordre de  $18.10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ , ce qui les rend sensibles à tout problème lié à des variations de température, comme la fatigue thermique. Un indice de sensibilité à la fatigue thermique, fonction de  $\alpha$ , a été défini par :

$$R = \frac{R_{p0.2} k}{E \alpha} \dots\dots\dots (\text{I. 2})$$

où k est la conductivité thermique du matériau.

Le matériau est d'autant plus résistant à la fatigue thermique que cet indice est élevé (conductivité thermique élevée et coefficient de dilatation faible).

#### **I.4.1.2. Énergie de fautes d'empilements**

C'est en fonction de l'énergie de faute d'empilement que les aciers inoxydables austénitiques seront plus ou moins sensibles à la transformation martensitique : une énergie de fautes d'empilements faible facilite la dissociation des dislocations, repoussant le glissement dévié vers les plus hautes déformations, les plus hautes températures et les plus basses vitesses de déformation, et facilite donc la transformation martensitique locale au sein des bandes de glissement.

L'énergie de fautes d'empilements des aciers inoxydables austénitiques peut être reliée à la composition par une relation empirique [5] :

$$\text{EDE (mJ.m}^{-2}\text{)} = 25,7 + 2(\% \text{Ni}) + 410(\% \text{C}) - 0,9(\% \text{Cr}) - 77 (\% \text{N}) - 13(\% \text{Si}) - 1,2 (\% \text{Mn}).$$

#### **I.4.2. Propriétés mécaniques**

Par rapport aux aciers ferritiques ou martensitiques ou martensitiques au nickel, la structure cubique à faces centrées pure des austénitiques explique leurs propriétés mécaniques. Ils sont caractérisés par : [4,10,11,12]

- Des valeurs de résistance sensiblement inférieures à celles des autres nuances inoxydables, les valeurs de la résistance à la traction se situent vers  $600 \text{ N/mm}^2$ .

- Des valeurs de limite d'élasticité à 0.2 % de l'ordre de 200 à 250 N/mm<sup>2</sup> à la température ambiante (20 °C). Limite d'élasticité (MPa) :  $180 < R_{p0,2}$ .
- Elles sont très ductiles et très peu fragiles. Ductilité (%) :  $33 < A\% < 45$ . Il n'y a pas de rupture fragile à basse température. Charge de rupture (MPa) :  $440 < R_m < 950$ .
- Les hautes valeurs de ténacité sont particulièrement évidentes.

Les aciers austénitiques offrent ainsi une très basse limite d'élasticité et une grande sécurité quant à la rupture sous contrainte.

### I.4.2.1. Durcissement de la solution solide

Il s'agit d'un durcissement de solution solide par les interstitiels, azote, carbone ou bore. Le durcissement dû à l'azote est le plus efficace : il permet d'accroître  $R_{p0,2}$  de 50 MPa environ par 0,1% d'azote [5].

Des formules prédictives permettent d'évaluer les caractéristiques de traction des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la composition (en % massique), du taux de ferrite et du diamètre moyen du grain d'austénite. Ainsi, on a :

$$R_{p0,2}(\text{MPa}) = 15,4 [4,4 + 23(\%C) + 32(\%N) + 1,3(\%Si) + 0,24 (\%Cr) + 0,94(\%Mo) + 1,2(\%V) + 0,29(\%W) + 2,6(\%Nb) + 1,7(\%Ti) + 0,82(\%Al) + 0,16(\%f) + 0,46 d^{-1/2}]$$

$$R_m(\text{MPa}) = 15,4 [29 + 35(\%C) + 55(\%N) + 2,4(\%Si) + 0,11(\%Ni) + 1,2(\%Mo) + 5(\%Nb) + 3(\%Ti) + 1,2(\%Al) + 0,14(\%f) + 0,82 t^{-1/2}]$$

Avec %f le pourcentage de ferrite résiduelle, d (mm) le diamètre moyen du grain et t (mm), l'espacement des macles.

Les macles de refroidissement n'existent toutefois que pour les aciers inoxydables austénitiques à faible énergie de faute d'empilement.

### I.4.2.2. Durcissement par écrouissage

Les aciers inoxydables austénitiques durcissent fortement par écrouissage. Dans l'exemple de la Figure I.4, des opérations de laminage à froid ou de tréfilage peuvent faire passer la résistance à la rupture  $R_m$  d'un acier X1 CrNi18-10 de 600 à plus de 1500 MPa. Ceci se fait au dépend de la ductilité A%.

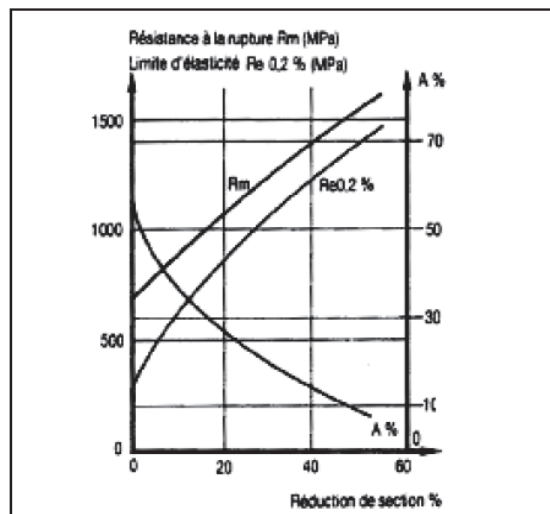


Figure I.4. Courbe d'érouissage d'un acier X1CrNi 18-10 [5].

### I.4.2.3. Durcissement par précipitation

La précipitation intragranulaire de précipités à base de C, N, B, V, Nb et Ti, durcit les aciers inoxydables austénitiques à haute température, d'autant plus que ces précipités sont petits, nombreux et bien répartis. Les éléments en solution solide interstitielle ont une influence très sensible sur la limite d'élasticité, ce qui explique l'intérêt porté à des aciers de type AISI 316 LN enrichis en azote vis à vis de leur résistance au fluage en particulier et le fait que les nuances à bas carbone aient les caractéristiques les plus basses à l'état hypertrempé. Les fins précipités répartis uniformément dans la matrice servent d'obstacles au mouvement des dislocations [4,9]. La figure I.5 montre l'influence de l'azote sur les propriétés mécaniques de l'acier austénitique 304.

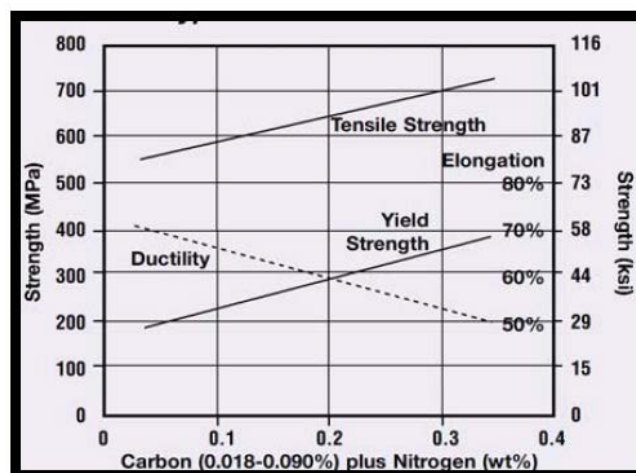


Figure I.5. Effet de l'azote sur la résistance et la ductilité de l'acier inoxydable 304.

### I.5. Comportement en corrosion des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables sont caractérisés par une bonne résistance à la corrosion humide (ou corrosion électrochimique) et à la corrosion sèche (ou oxydation). Cette bonne résistance résulte de la formation d'un film protecteur passivant, par oxydation du chrome. Ce film a une épaisseur de 1 jusqu'à 10 nm. En milieu air humide, il est constitué d'un oxyde de type  $[\text{Fe,Cr}]_2\text{O}_3$ . La Figure I.6 schématise la courbe de polarisation d'un acier inoxydable [4,11,13].

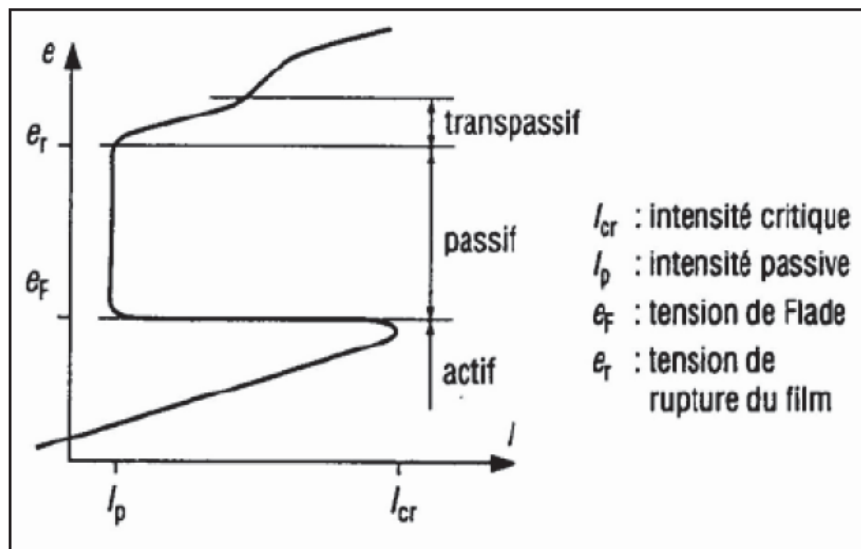


Figure I.6. Courbe schématique de polarisation d'un acier inoxydable [13]

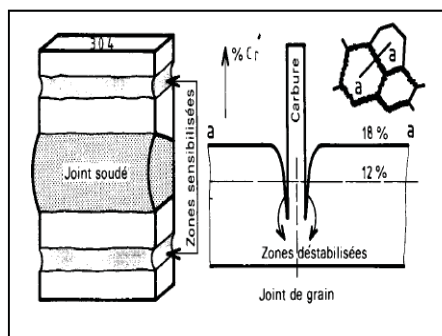
Malgré leur résistance dans de nombreux milieux "agressifs", les aciers inoxydables peuvent être sensibles à certaines formes de corrosion localisée. Le film protecteur peut se rompre à partir d'une tension de rupture  $e_r$ , le métal sera alors oxydé jusqu'à ce que ce film se reforme. Les paramètres gouvernant cette oxydation sont d'une part, le pH du milieu agressif environnant et la teneur en chrome du matériau, qui définiront le type de corrosion possible, d'autre part la teneur en oxygène et la température du milieu agressif environnant, qui rendront effectifs ou non l'oxydation / corrosion [4].

Les différents cas de corrosion qui peuvent apparaître sont la corrosion intergranulaire ou intergranulaire, la corrosion par contact, la corrosion sous contrainte, la corrosion par fatigue, la corrosion par piqûres, en milieu chloré, surtout en présence d'inclusions de sulfure de manganèse (MnS), et la corrosion par crevasse ou caverneuse [4, 11].

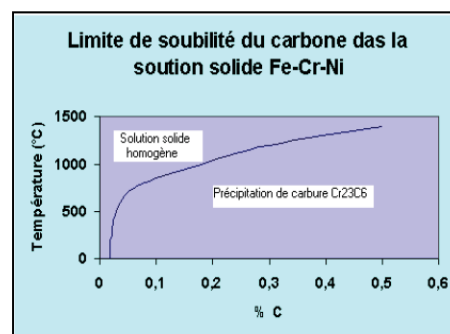
La corrosion intergranulaire est l'une des plus importantes formes de corrosion, qui peut provoquer une véritable désagrégation du métal par suite de l'attaque sélective des espaces entre les grains. À la suite de certains traitements thermiques, une précipitation de carbure de chrome entraîne un appauvrissement local en chrome au-dessous de la teneur nécessaire pour assurer la protection. Des maintiens, même très courts, entre 400 et 800 °C rendent l'acier sensible à cette attaque particulière: c'est ce qui peut se passer, par exemple, dans les zones voisines d'un cordon de soudure (Figure I.7). Pour éviter la sensibilisation des aciers inoxydables austénitiques à la corrosion intergranulaire, la teneur en carbone de ces alliages est abaissée ou des éléments carburigènes comme le titane ou le niobium sont ajoutés à la composition de base (Figure I.8) [9, 11].

La corrosion sous tension se manifeste par la rupture de l'acier soumis simultanément à une contrainte mécanique d'extension et à une attaque chimique. Cette corrosion se produit essentiellement en présence de chlorures et il suffit parfois de quantités extrêmement faibles pour qu'elle apparaisse. L'élimination des contraintes et l'augmentation de la teneur en nickel jusqu'au delà de 40% constituent de bons remèdes contre cette attaque. L'addition du silicium (de 3 à 4%) est efficace dans beaucoup de cas [11,13].

On constate également la cavitation et l'effet combiné de la fatigue et la corrosion dans certaines conditions d'utilisation des aciers inoxydables [11,13].



**Figure 1.7.** Schématisation de la corrosion intergranulaire au voisinage d'un joint soudé en 304 : Z6CN 18-09



**Figure 1.8.** Limite de solubilité du carbone dans la solution solide Fe-Cr-Ni

## **I.6. Déstabilisation de l'austénite**

### **I.6.1. Transformations martensitiques**

La martensite peut se former dans les aciers inoxydables, à partir de la phase austénitique, par refroidissement rapide depuis 1050-1100 °C jusqu'aux températures au dessous de la température ambiante (martensite d'origine thermique), ou en réponse à une déformation plastique (martensite d'origine mécanique) [13].

#### **I.6.1.1. Transformation martensitique par refroidissement à basse température**

Plusieurs formules empiriques illustrent l'effet de la composition chimique sur la température  $M_s$ , température de début de transformation martensitique par refroidissement. La formule suivante a été développée par Eichelman et Hull [6] :

$$M_s (\text{°F}) = 75(14.6 - \%Cr) + 110(8.9 - \%Ni) + 60(1.33 - \%Mn) + 50(0.47 - Si) + 3000[0.068 - (\%C + \%N)] \quad [13].$$

L'équation montre que la température ( $M_s$ ) dépend des éléments d'alliages, le chrome et le nickel ont un effet modéré comparé à l'effet très élevé du carbone et de l'azote. Tous les éléments d'alliage alphas ou gammas abaissent  $M_s$ . Pour les nuances les plus chargées, sa valeur peut être très basse, très inférieure à l'ambiante ou même proche de 0 °K. Pour les mêmes raisons, la partie en C des courbes TTT est fortement déplacée vers les temps

longs, les vitesses critiques de trempe peuvent être très faibles (autotrepantes) pour les nuances les plus chargées [9].

La martensite obtenue peut être de type  $\alpha$ , quadratique ; pour les nuances les plus chargées, il peut se former une martensite  $\epsilon$ , de structure hexagonale et amagnétique. La formation de la martensite  $\alpha'$  (structure cubique centrée) débute à partir de la température  $M_s$ . Cette martensite  $\alpha'$  est formée selon un mécanisme de cisaillement qui implique l'existence de relations spécifiques d'orientation entre la nouvelle phase M et la phase-mère A : [9,13]

$$(111)A // (110)M$$

$$[110]A // [111]M$$



### **I.6.1.2. Transformation martensitique par écrouissage**

Sous l'effet de la déformation à froid, une martensite  $\alpha'$ , dite d'écrouissage, peut se former à partir de l'austénite au-dessus de la température  $M_s$ . La température  $M_d$  ( $M_d > M_s$ ) a été définie comme étant la température au-dessus de laquelle aucune transformation ne se produit quelle que soit la déformation [13].

La transformation martensitique est observée fréquemment au cours de la mise en œuvre des aciers inoxydables: emboutissage, tréfilage, rectification ou polissage. La quantité de martensite formée dépend de la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, du mode, du taux, de la vitesse de déformation et de la température. La température de transformation martensitique par écrouissage est donnée par la formule empirique : [13]

$$M_{d_{30}}(^{\circ}C) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo) \quad [9].$$

Où  $M_{d_{30}}$  est la température à laquelle 50% de martensite est formée sous l'effet d'une déformation vraie de 30%. L'augmentation de la teneur en nickel inhibe la formation de martensite d'écrouissage  $\alpha'$ . Le titane exerce un effet contraire par réduction du carbone et de l'azote en solution solide [13].

La fraction volumique de phase  $\alpha'$ , parce que magnétique, peut être facilement détectée dans la matrice austénitique (amagnétique) par des instruments de type ferritoscope. La phase  $\epsilon$  est plus difficile à détecter, car elle ne possède pas de caractéristique particulière. La martensite

de déformation se présente en général sous forme d'aiguilles de taille nanométrique, difficiles à observer par des moyens autres que la microscopie électronique à transmission [4].

Yahiaoui [11] entre autres, qui a étudié la fissuration par fatigue de deux aciers inoxydables austénitiques de types 304 L et 316 L, montre que l'acier 304 L est plus instable que le 316 L, et donc plus sensible à la transformation martensitique. Dès les très faibles déformations, les défauts d'empilement se multiplient suivant des bandes parallèles et donnent naissance à la phase  $\epsilon$ , laquelle favorise ensuite l'apparition de la phase  $\alpha'$ . Aux fortes déformations, seule la phase  $\alpha'$  subsiste. Ces travaux, effectués à température ambiante, conduisaient à des taux de transformation martensitique importants : la martensite  $\alpha'$  était détectée par diffraction de rayons X [4].

D'après Bayerlein et al [6], dans l'acier 304 L à température ambiante, la transformation martensitique est à l'origine d'un durcissement cyclique secondaire très marqué en fatigue oligocyclique, dès les amplitudes de déformation  $\Delta\epsilon_p/2 > 0,3\%$ . Cette transformation martensitique partielle conduit à une forte augmentation des caractéristiques mécaniques de l'acier (résistance à la traction et limite d'élasticité) [4,11].

### **I.6.2. Précipitation des carbures et des nitrures**

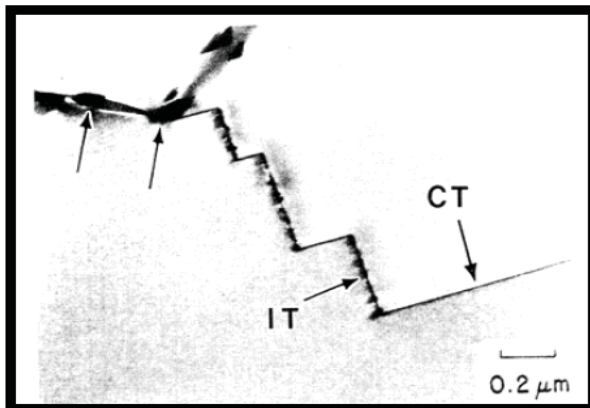
La présence de carbone dans les aciers austénitiques peut donner lieu à la précipitation de carbures lors du refroidissement. Les carbures précipités répondent à la formule  $M_{23}C_6$ . Ils sont principalement constitués de carbure de chrome, le chrome étant partiellement substitué par le Fe, le Mo et le Ni. Ils évoluent du type  $(Fe, Cr)_3(Cr, Fe)_7C_3$  jusqu'à  $(Cr, Fe)_{23}C_6$  si la teneur en chrome augmente [9, 13]. En plus de la résistance à la corrosion réduite à cause de la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$ , l'abaissement du taux de chrome augmente la température  $M_s$ , température de formation de martensite [11]

La figure I.9 montre une micrographie d'un acier inoxydable austénitique 304 sensibilisé, obtenue par microscopie électronique à transmission analytique, prise dans trois types de joints, dans l'austénite adjacente aux particules  $M_{23}C_6$ . La précipitation des carbures est plus élevée dans les joints de grain courbés ou avec un angle supérieur (flèches, coté gauche supérieur), tout à fait basse dans les joints de grains maclés incohérents (centre), et complètement absente sur les joints maclés cohérents (normaux aux joints maclés incohérents). Les joints de grain courbés sont les emplacements préférés pour la précipitation

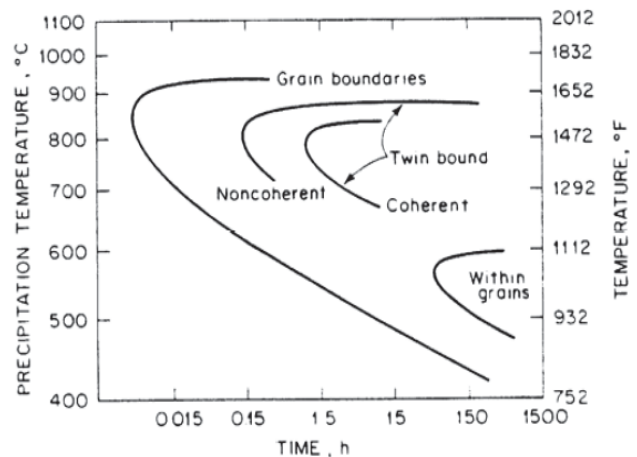
et la diffusion en raison du désordre atomique relativement élevé où les grains de différentes orientations se réunissent [5].

La courbe en « C » de la figure I.10 montre la cinétique de précipitation des carbures  $M_{23}C_6$  dans l'acier inoxydable 304. La précipitation la plus rapide se produit entre 800 et 900 ° C. Au-dessus de 950°C, le chrome et le carbone sont dissous comme atomes dans la matrice austénitique, il n'existe aucune force motrice thermodynamique pour la formation des carbures de chrome. En-dessous de 500 °C, la diffusion des atomes de chrome exigée pour la formation de  $M_{23}C_6$  est trop lente et la formation de carbures s'arrête essentiellement [11].

En se basant sur la cinétique de la précipitation de  $M_{23}C_6$ , les aciers inoxydables sont traités aux températures entre 1040 et 1150 °C et trempés pour éliminer la sensibilisation (Traitement d'hypertrempe). Le traitement de mise en solution dissout les carbures  $M_{23}C_6$ , et le refroidissement rapide empêche la reprécipitation de  $M_{23}C_6$  à la température ambiante critique autour du nez de la courbe C. Le traitement d'hypertrempe est également efficace dans les assemblages austénitiques soudés où les carbures  $M_{23}C_6$  ont pu avoir précipité dans les zones affectées par la chaleur, zones adjacentes aux zones soudées [11]. Les deux flèches du côté gauche supérieur indiquent de larges carbures formés sur des joints de grains courbés, IT et CT se réfèrent aux joints maclés incohérents et cohérents respectivement ( Figure I.9 )



**Figure I.9.** Précipitation des carbures de chrome dans plusieurs types de joints de grains d'un acier austénitique 304.



**Figure I.10.** Cinétiques de précipitation des austénitiques 304, contenant 0.05% de carbone, hypertempéré à partir de la température de 1250 °C.

Une deuxième solution pour éliminer la précipitation des carbures de chrome pouvant être nocifs, c'est les additions dites carburigènes. Les éléments d'alliage comme le titane et le niobium conduisent à la formation de carbures de titane TiC ou de niobium NbC plus stables que les carbures de chrome. Par conséquent, la présence de ces additions qui forment des carbures très stables, conduit à un appauvrissement de la matrice en carbone en solution, c'est-à-dire en élément gammagène. A ce titre, ces additions apparaissent alphagènes [9,11,13]

### I.6.3. Formation de la phase intermétallique sigma

Les alliages métalliques contenant un élément de transition B (Fe, Ni, Mn, Co,...) et un élément de transition A (Cr, Ti, V,...) peuvent former des phases intermétalliques dont la formule peut varier de  $B_4A$  à  $BA_4$  [13].

La précipitation de la phase  $\sigma$  intervient quand la concentration en carbone de la matrice devient inférieure à une valeur critique et quand simultanément la valeur de l'équivalent-chrome en chrome est supérieure à 18 %. La formation de la phase sigma dans une matrice austénitique est beaucoup plus lente que dans la ferrite. La présence de la ferrite  $\delta$ , en particulier dans les soudures, peut être à l'origine de la formation de phase sigma dans un acier inoxydable austénitique. La précipitation de la phase sigma est contrôlée par la vitesse de diffusion du chrome et des autres éléments sigmagènes ainsi que par le mode de germination.

La composition chimique de la phase sigma varie en fonction du temps et de la température. A l'état d'équilibre, l'analyse de la phase  $\sigma$  précipitée dans les aciers 25-20 non stabilisés correspond à la formule chimique  $Cr_{23}Fe_{23}Ni_4$ . La phase  $\sigma$  formée dans les aciers stabilisés Fe-Cr-Ni-Mo-(Ti) répond à la formule  $(CrMo)_{35}(FeNi)_6$ , le silicium stabilise la phase sigma [13].

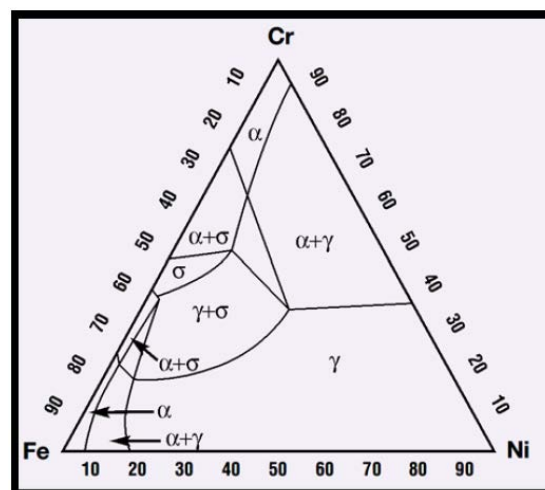


Figure I.11. Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montrant la stabilité de la phase  $\sigma$  sur la gamme [6].

### **I.7. Traitement thermique des aciers inoxydables austénitiques**

Les aciers austénitiques comme les ferritiques ne présentent pas de transformation, ils sont non durcissables par traitement thermique et sont sensibles au grossissement de grains sans régénération possible par traitement thermique. Seuls des traitements mécaniques à chaud ou à froid permettent un affinage du grain [9, 11, 14].

Les traitements thermiques appliqués aux aciers inoxydables austénitiques incluent le recuit, les traitements d'hypertrempe (pour empêcher la précipitation des carbures de chrome), et les traitements de détensionnement. Comme les aciers inoxydables austénitiques sont très ductiles, ils sont aisément forgés pour former des feuillards ou transformés en tuyauterie ou en fils minces de fin-diamètre par des cycles séquentiels de recuit et de traitement mécanique à froids. Le recuit engendre la recristallisation de la microstructure durcie par déformation et la restauration de la ductilité [11].

Les traitements thermiques d'hypertrempe peuvent inclure des traitements de mise en solution pour dissoudre les carbures de chrome ou des traitements de sensibilisation pour précipiter les carbures des autres éléments d'alliage et ce par réduction de la teneur en carbone [11].

Les traitements anti-ferrite limitent la teneur en ferrite à 5% pour éviter les problèmes de fragilisation qu'une teneur élevée en ferrite peut engendrer. De la ferrite peut subsister lors de l'hypertrempe, dans ces zones ségréguées, qui ne sont pas forcément éliminées au cours des cycles de corroyage et chauffage ultérieurs, et dont la composition conduit à la présence de ferrite en dessous de 1100 °C [14,15]. Pour éliminer la ferrite résiduelle, on peut procéder à un chauffage (ou traitement d'homogénéisation) à une température allant de 1150 à 1200 °C

avec un maintien à cette température de 24 à 36 h. Il sera suivi d'un refroidissement suffisamment lent (au four) jusqu'au 1050 °C (température d'hypertrempe) pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la diminution de température [14, 15].

Et enfin, les traitements de détensionnement sont appliqués aux assemblages soudés, mais les contraintes ne doivent pas être relaxées dans le domaine de température de sensibilisation ou précipitation des carbures de chrome [7].

# *CHAPITRE II*

## *Métallurgie de soudage des aciers inoxydables austénitiques*

### **II.1. Introduction :**

Les aciers inoxydables austénitiques sont particulièrement adaptés au soudage, ce qui justifie leur place prépondérante dans les constructions chaudronnées en acier inoxydable. D'une manière générale le soudage des aciers austénitiques ne nécessite pas ni préchauffage, ni précaution de refroidissement ou de traitement thermique ultérieur. En effet ces aciers étant austénitiques à toute température, ils ne manifestent pratiquement pas de transformation métallurgique lors du soudage et les propriétés mécaniques des joints sont comparables à celles du métal de base.

### **II.2. Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques :**

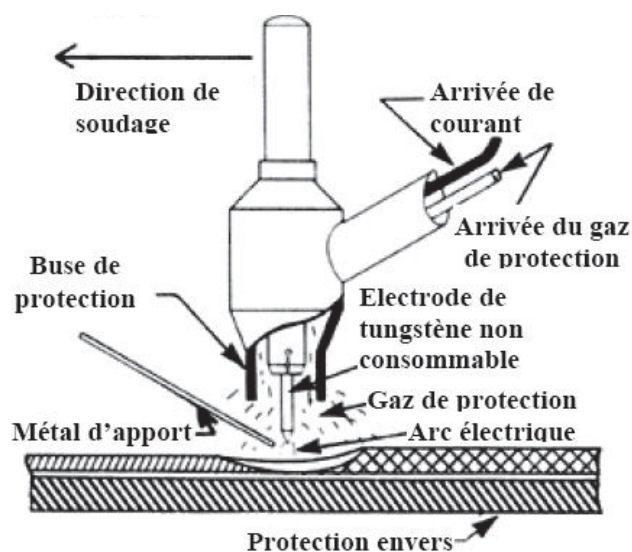
La soudabilité des matériaux métalliques est leur aptitude à permettre la réalisation pratique d'assemblages soudés dont les propriétés sont compatibles avec les conditions d'utilisations imposées. Elle est étroitement liée aux procédés et aux conditions de soudage mis en œuvre et elle dépend essentiellement des types et des propriétés des structures métalliques obtenues [16].

Les aciers austénitiques ne présentent pas de zone fragile de soudage, il n'y a donc pas de risques de fissuration à froid, ils sont considérés dans l'ensemble comme faciles à souder [17]. Le risque principal lors de soudage de ces nuances est le risque de fissuration à chaud.

### **II.3. Soudage TIG :**

On utilise souvent ce procédé pour le soudage de tubes et de tôles de faible épaisseur, il est également utilisé dans les premières passes des structures de forte épaisseur.

La figure 2.1 illustre le procédé TIG.



**Figure II.1.** Représentation schématique du principe du soudage TIG [18]

Dans ce procédé de soudage l'électrode non consommable de diamètre de 0,5 à 10 mm, peut être en tungstène pur ou en tungstène comportant une addition d'oxyde de zirconium (0,3 à 0,5%) ou de thorium (1 à 2 %), elle est portée par une torche dotée d'une arrivée annulaire du gaz qui va assurer la protection du métal fondu. Ce gaz est neutre : argon ou hélium. Il est nécessaire de mettre en place une protection gazeuse à l'envers à l'aide d'un gaz qui peut être identique à celui alimentant la torche ou différent (azote-hydrogène).

L'alimentation électrique est le plus souvent réalisée en courant continu avec polarité directe (électrode négative) afin de ne pas soumettre l'électrode au bombardement des électrons. Le métal d'apport peut être introduit directement dans le bain de métal fondu soit sous la forme de baguettes soit sous la forme de fil à l'aide d'un dévidoir mécanisé permettant, si nécessaire, le préchauffage du fil pour améliorer la vitesse de dépôt [19 , 20].

Le soudage TIG présente une très bonne soudabilité pour les aciers inoxydables austénitiques ainsi qu'un large domaine d'utilisation aussi bien à l'échelle du laboratoire qu'à l'échelle industrielle. Il a l'avantage de réaliser des cordons lisses, d'un bel aspect, exempts de défaut de surface, les propriétés mécaniques du joint sont donc excellentes.

### ***II.4. Etude thermique de soudage :***

#### **II.4.1. Caractéristiques d'une soudure :**

Quelque soit le type de soudage par fusion utilisé, le cordon de soudure se constitue de trois zones :

##### **A. La zone fondue (ZF) :**

Suite au refroidissement rapide à haute température, la zone fondue se solidifie à l'état austénite-ferritique ou totalement ferritique et sa transformation ferrite ( $\delta$ )  $\rightarrow$  austénite n'est généralement pas complète ; une proportion de ferrite subsiste à la température ambiante elle est d'autant plus importante que le refroidissement est plus rapide dans le domaine de température supérieur à 1250°C.

Par suite des ségrégations issues de la solidification, cette ferrite  $\delta$  est à la fois dans les espaces interdendritiques et dans les axes des dendrites. L'austénite par ailleurs ne subit aucune transformation jusqu'à son retour à la température ambiante [21 , 22].

Le métal fondu au cours du soudage a des caractéristiques mécaniques supérieures à celles d'un même métal élaboré d'une manière classique. Ceci est dû aux déformations importantes auxquelles il est soumis et au refroidissement rapide du joint soudé.

##### **B. La zone affectée thermiquement :**

C'est la zone où la température est comprise entre le solidus et une température plus basse mais suffisamment élevée pour permettre des réactions ou des transformations à l'état solide et pour modifier la structure du métal de base.

Dans cette zone on peut distinguer :



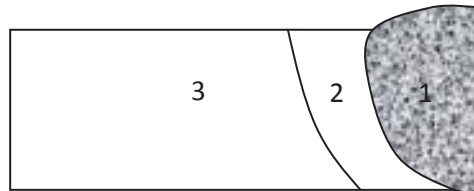
\* Zone de surchauffe ; elle se retrouve au voisinage immédiat de la zone fondue, elle est appelée ZAT surchauffée ou ZAT de haute température, la température dans cette zone dépasse 1100 °C environ et le métal a subi plus ou moins partiellement la transformation austénite → ferrite ( $\delta$ ) (la quantité de ferrite ( $\delta$ ) restant néanmoins toujours faible). La rapidité du refroidissement peut impliquer l'existence d'une certaine proportion de ferrite ( $\delta$ ). Cette zone devrait subir un grossissement exagéré des grains ce qui provoque une dégradation des propriétés mécaniques et ceci en fonction de la température et du temps de surchauffe. Mais il faut noter que l'existence d'une structure biphasée à haute température limite très sensiblement le grossissement des grains [23 , 24] ;

\* Une partie voisine de la zone de surchauffe dont la température atteinte au cours du cycle se situe entre 1100 °C et 850 °C environ. Dans cette zone, le métal a subi un nouveau traitement d'hypertrempe et subsiste donc dans un état austénitique comparable à celui du métal de base ;

\* Une partie enfin dont la température maximale a été comprise entre 500 et 850 °C environ et dans laquelle les carbures de chrome ont pu précipiter aux joints des grains d'austénite.

### C. Métal de base (MB)

C'est le métal des pièces à assembler, ou la partie qui n'a pas été affecté par la chaleur de soudage. La figure 2.2 représente les différentes zones d'un cordon de soudure.



**Figure II.2.** Représentation schématique des différentes zones constituant la soudure.

1 : ZF      2 : ZAT      3 : MB

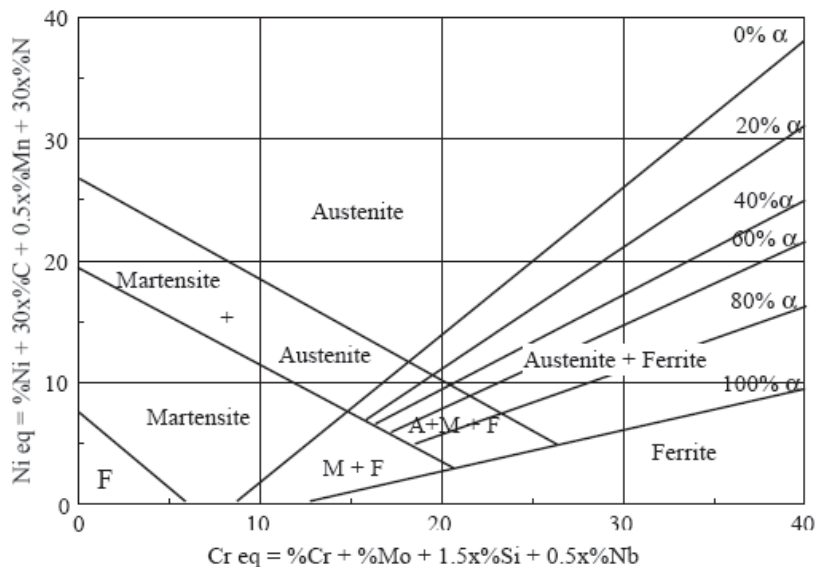
### II.4.2. Prédiction de la microstructure d'une soudure en acier inoxydable austénitique :

La structure d'une soudure après refroidissement complet dépend de la quantité de ferrite qui existait à température très élevée, et par conséquent des proportions relatives des éléments alphas et gamma, chaque élément qui existe peut être affecté d'un coefficient qui présente son pouvoir alpha ou gamma. Les coefficients d'équivalence

sont définis par rapport au chrome et au nickel, aux quels sont attribués arbitrairement le coefficient 1.

Il existe de nombreux diagrammes destinés à prédire la structure du métal déposé en fonction de la teneur en éléments alphas et gammagènes, le premier et le plus connu d'entre eux étant celui établi par Schaeffler [Schaeffler, 1949, figure II.3].

Le diagramme de Schaeffler rassemble des données sur l'influence quantitative de ces éléments sur la structure et en particulier sur la proportion de la ferrite dans la soudure. Il permet de choisir un métal d'apport adapté, garant de bonnes qualités métallurgiques; d'apprécier la structure de la zone fondue et d'appréhender les différents risques métallurgiques lors d'un assemblage soudé. [25]



**Figure II.3.** Diagramme de Schaeffler

Le diagramme le plus riche d'informations et le mieux adapté aux aciers d'aujourd'hui est le diagramme WRC 92 (Figure II.4) car il délimite les zones correspondant aux 4 modes de solidification et donne aussi, exprimée en terme de « Ferrite Number », la teneur en ferrite après refroidissement.

A partir de ce diagramme il est donc possible d'évaluer la sensibilité à la fissuration d'une soudure en fonction de la position du point représentatif de son analyse dans les domaines A, AF, FA ou F ; cette analyse pouvant être le résultat d'une mesure ou d'une évaluation à partir de l'analyse du métal de base, de celle du métal déposé et du taux de dilution estimé [26].

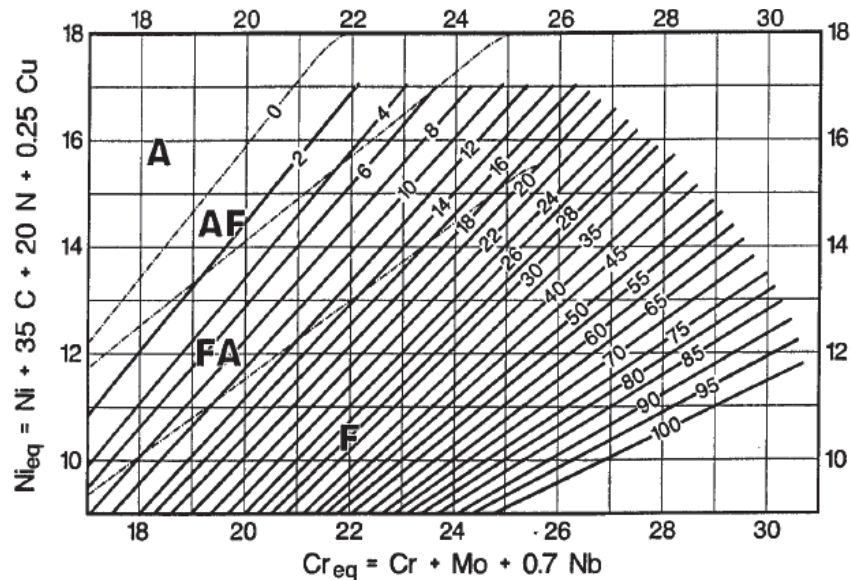


Figure II.4. Diagramme WRC 92 [25]

### II.4.3. Modes de solidifications :

En fonction de la composition du métal d'apport, la solidification peut se produire selon différents modes :

Mode A : solidification en austénite primaire ( $\gamma_P$ ) :

La précipitation de la phase  $\gamma_P$  à partir du liquide est aussi possible, si la température est graduellement décroissante. Ce type de précipitation est favorisé par la présence de particules solides dans le métal liquide, qui peuvent jouer le rôle de grains mères de la phase  $\gamma_P$  d'une manière sélective. Particulièrement, pour des vitesses de refroidissement élevées, la formation de la ferrite primaire ( $\delta_P$ ) peut être complètement, permettant ainsi à la phase  $\gamma_P$  secondaire de se nucléer et de croître directement à partir du liquide refroidi ;

- Mode AF : solidification en austénite primaire avec apparition de ferrite par réaction eutectique et enrichissement en chrome à la frontière entre deux dendrites.

La ferrite a un aspect squelettique mais elle est interdendritique dans ce cas. Il est toutefois difficile de distinguer les deux types de ferrite en micrographie. Plus que l'observation de la morphologie, ce sont donc les profils de composition dans les cellules dendritiques qui permettent de conclure quant à un mode et à une séquence de solidification.

- Mode FA : solidification en ferrite primaire puis transformation à l'état solide de la majorité de la ferrite en austénite. Cette transformation s'accompagne d'un enrichissement en chrome et d'un appauvrissement en nickel au niveau des cœurs des dendrites. Il apparaît alors dans ces zones de la ferrite résiduelle dite "squelettique" ou "vermiculaire" (5 à 10%).

Si le rapport Cr/Ni augmente, la morphologie de la phase ferritique évolue et prend un aspect "en lattes" bidimensionnelles, parallèles et régulièrement espacées ;

- Mode F : solidification en ferrite primaire avec possibilité de nucléation de grains d'austénite au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstätten).

Les modes de solidification peuvent être déduites par le rapport  $C_{req}/N_{ieq}$ .

### II.4.4. Structures de solidification

Lors de la solidification d'un alliage, si les conditions d'équilibre sont maintenues, le soluté est rejeté à l'interface solide-liquide et diffuse vers le liquide pour former une couche de diffusion en avant de l'interface. La solidification est alors dite à front plan. Il faut pour cela que la température réelle du liquide soit toujours supérieure ou égale à la température du liquidus. Cela se traduit par un gradient thermique  $G$  élevé ( $G = \frac{dT_L}{dx}$  avec  $T_L$  température du liquide et  $x$  distance par rapport à l'interface).

Si le refroidissement est trop rapide, ce qui est généralement le cas pour les soudures en acier austénitique, la diffusion du soluté est limitée. Il y a donc un excédent de soluté au niveau de l'interface qui peut provoquer le phénomène de "surfusion constitutionnelle" : le gradient thermique est suffisamment faible pour que sur une certaine distance  $x$  la température réelle du liquide soit inférieure à la température d'équilibre (Figure II.5).

Ces instabilités entraînent une disparition de l'interface plane. La solidification est alors de type cellulaire ou dendritique (Figure II.6) avec des branches primaires se développant parallèlement à des directions préférentielles associées à la structure cristalline (direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  pour les cristaux cubiques).

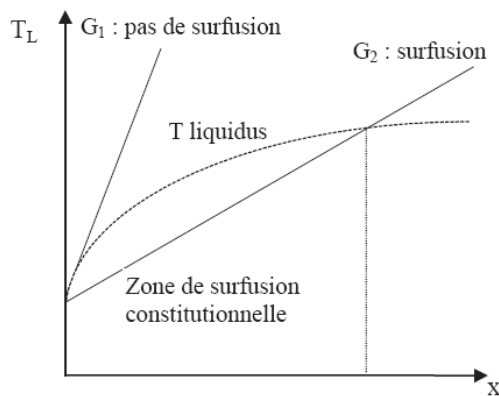


Figure II.5. Effet du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle.

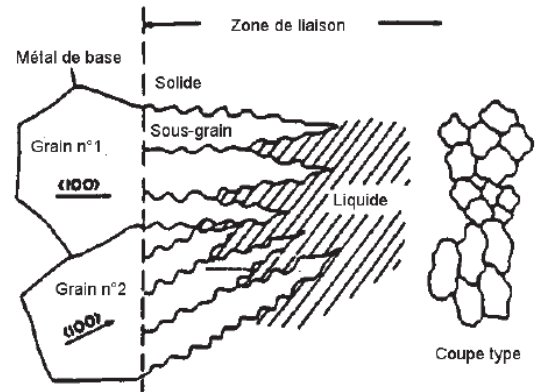


Figure II.6. Croissance selon le mode cellulaire dendritique.

Cette structure dendritique est aussi observée à l'ambiante car, même dans le cas d'un soudage multipasses, les grains d'austénite de la passe refondue ne subissent pas de recristallisation. Par contre, ce type de structure n'apparaît pas dans les soudures d'acier ferritique car, lors du refroidissement, une transformation solide-solide détruit la structure dendritique.

En général, le degré de surfusion constitutionnelle est inversement proportionnel au rapport  $D \times G / \sqrt{R}$  ( $G$  : gradient de température ;  $R$  : vitesse de solidification ;  $D$  : coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans le liquide) et proportionnel à la concentration  $C_L$  en soluté dans le liquide à l'interface liquide/solide.

Les différents modes de solidification pouvant être obtenus en fonction de ces deux paramètres sont indiqués sur la Figure II.7.

On montre en particulier que le rapport  $G / \sqrt{R}$  augmente avec l'énergie de soudage et diminue avec la vitesse de soudage [27, 28].

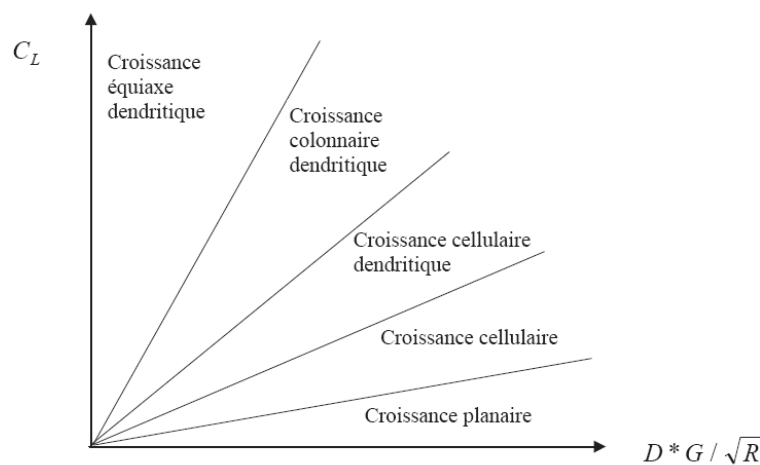


Figure II.7. Types de solidification en fonction des valeurs de  $C_L$  et de  $D * G / \sqrt{R}$

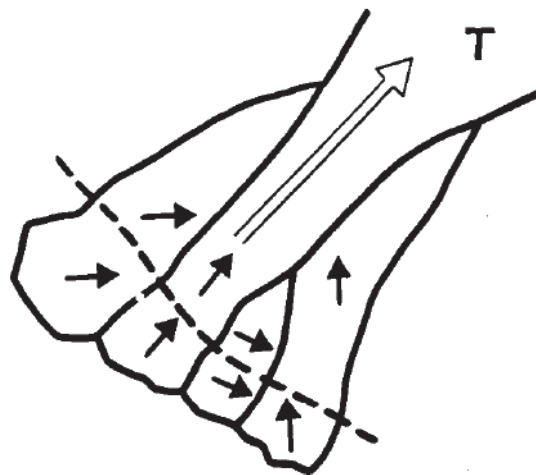
Pour les plages de composition, de vitesse de refroidissement et d'énergie de soudage qui nous intéressent, la solidification va généralement engendrer une structure cellulaire dendritique avec des bras secondaires des dendrites peu développés car le gradient thermique n'est pas suffisamment faible [29]. Un grain colonnaire est alors constitué de plusieurs dendrites de même texture.

#### **II.4.5. Croissance par épitaxie et croissance sélective**

Lors d'un soudage, si le refroidissement est suffisamment lent (compatible avec la vitesse limite de solidification), des lignes de solidification orientées selon certaines directions apparaissent alors. Elles sont dues aux phénomènes suivants (Figure II.8):

1- au niveau de l'interface entre deux passes successives, et à condition que le réchauffage dû à une passe ne provoque pas de recristallisation dans la passe précédente, les cristaux du solide en formation adoptent l'orientation des cristaux sur lesquels ils reposent : la cristallisation se fait suivant le mode épitaxial. Ce phénomène d'épitaxie est observé même lors de changements de directions de la ligne de fusion ou lorsque les grains ont des tailles différentes.

2- les grains colonnaires dont la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  correspond à la trajectoire de solidification (perpendiculaire aux isothermes), auront tendance à se développer préférentiellement. Ces grains dont la vitesse de croissance est maximale se développent aux dépens des autres, donnant lieu au phénomène dit de "croissance sélective".



**Figure II.8.** Croissance épitaxiale et sélective pour une trajectoire de solidification T donnée

## **II Influence des paramètres de soudage :**

Les paramètres de soudage contrôlent la forme, les dimensions et les structures des régions chauffées du cordon de soudure.

De nombreux paramètres vont influencer sur la structure métallurgique finale des soudures austénitiques : l'énergie et la vitesse de soudage, le chevauchement des passes, la position de soudage ou encore la géométrie de la soudure (dimensions du joint et inclinaison des chanfreins).

### **II.5.1. Energie de soudage**

L'énergie de soudage  $E$ , ramenée à une unité de longueur, est déterminée par l'équation:

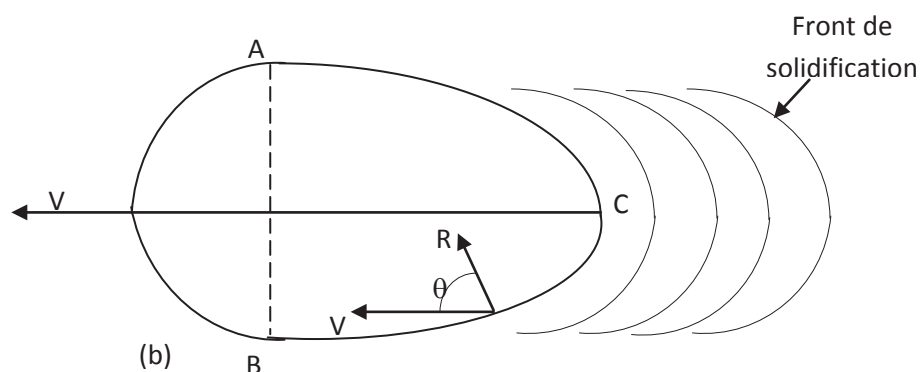
$$E = \frac{UI}{V}$$

$U, I$  et  $V$  sont respectivement la tension, l'intensité et la vitesse de soudage. Elles sont liées à un procédé donné. C'est le régime thermique produit, dépendant entre autres de l'énergie fournie, qui va agir sur la vitesse de solidification.

En principe, une forte énergie de soudage entraîne une plus forte pénétration des passes et donc une plus grande hétérogénéité de la structure.

### **II.5.2. Influence de la vitesse de soudage sur la vitesse de solidification**

Considérons une passe de soudage avec l'hypothèse d'un régime de solidification 2D dans le plan comprenant le sens travers et le sens de soudage. La forme du bain de fusion correspond alors à celle schématisée sur la Figure II.9 [29].



**Figure II.9.** Forme du bain de fusion

La vitesse de solidification  $R$  est reliée à la vitesse de soudage  $V_s$  par la relation :

$$R = V_s \times \cos\theta \quad (1.2)$$

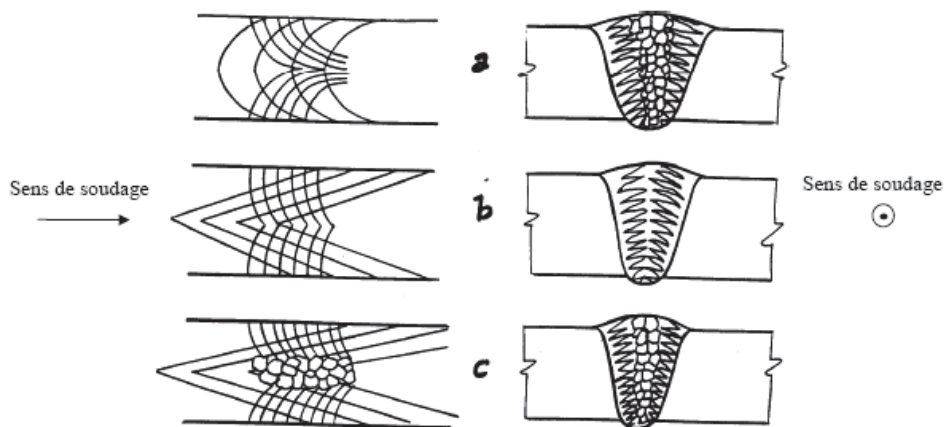
$\theta$  est défini comme l'angle entre la normale aux isothermes et la direction de soudage.

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

Toutefois il existe une vitesse limite de solidification  $R_L$ . Tant que  $R$  est inférieure  $R_L$  (vitesse de soudage lente et bain arrondi) les grains se développent bien perpendiculairement aux isothermes et leur direction d'élongation est parallèle au sens de soudage dans le centre du bain (cas a) de la Figure II.10.

Si la vitesse de soudage augmente mais reste inférieure à  $R_L$ , la forme du bain de fusion est plus allongée et les grains se développent jusqu'à la partie centrale quasi-transversalement par rapport à la direction de soudage (cas b) de la Figure II.10.

Enfin pour une vitesse de soudage encore plus importante (30-100 cm/min) qui devient supérieure à  $R_L$ , la solidification orientée perpendiculairement aux isothermes n'est plus possible et la cristallisation se fait alors d'une manière équiaxe (cas c) de la Figure II.10 [30].

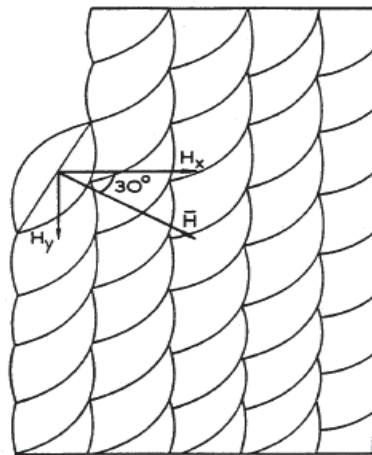


**Figure II.10.** Principaux aspects de la structure de solidification en fonction de la vitesse de soudage : vues en plan et coupes transversales (a) :  $V_s < R_L$ , (b) :  $V_s \cong R_L$ , (c) :  $V_s > R_L$ .



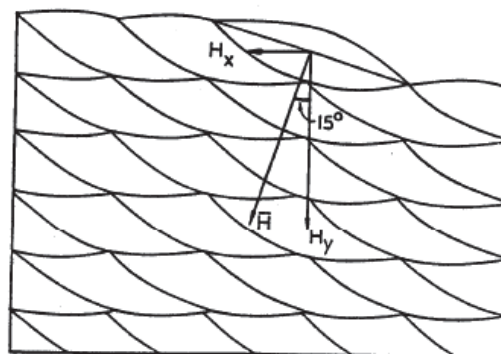
### II.5.3. Influence de la position de soudage et de l'enchaînement des passes

Sur la Figure 2.11, pour une soudure en position horizontale-verticale (soudage horizontal et couches verticales), les grains vont s'orienter à environ  $30^\circ$  de l'horizontale. En effet, comme la passe en cours est déposée sur le coin formé par la passe et la couche précédentes, la chaleur sera donc dissipée selon les directions  $\vec{H}_x$  et  $\vec{H}_y$  indiquées sur le schéma suivant.



**Figure II.11.** Direction du flux thermique pour une soudure horizontale – verticale.

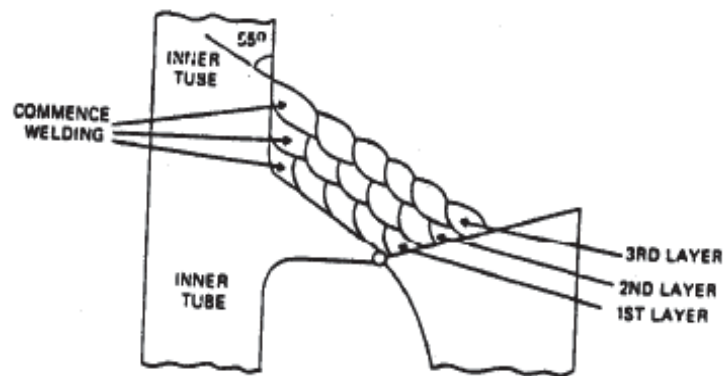
Dans le cas d'un soudage à plat (soudage et couches horizontaux), la profondeur de la passe étant moins importante et les passes étant enchaînées de la gauche vers la droite, les grains s'orientent cette fois-ci à  $15^\circ$  de la verticale (voir Figure II.12).



**Figure II.12.** Direction du flux thermique pour une soudure à plat.

Pour une soudure reliant deux tubes horizontaux coaxiaux, les positions de soudage évoluent sur toute la circonférence (soudage en position horizontale verticale en sommet, en position verticale sur les côtés et en position plafond en dessous). Dans le cas d'un contrôle ultrasonore, qu'il se fasse axialement ou radialement aux tubes, l'angle entre le faisceau et les grains colonnaires variera alors selon la position sur la circonférence. Cela affectera donc la propagation des ondes ultrasonores. Tomlinson propose alors d'incliner le plan des couches (voir Figure) d'un angle de 55°, pour que l'angle faisceau/grains varie peu et soit surtout proche d'une valeur de 45° qui correspond à des conditions de contrôle favorables dans ce genre de matériau.

Ces conclusions ne tiennent toutefois pas compte d'une inclinaison des grains dans le sens de soudage (composante Hz du flux thermique), en particulier en positions verticale et plafond [21 ,22].



**Figure II.13.** Soudure en corniche couches déposées à 55° de l'axe des tubes

#### **II.5.4. Influence du rapport $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ :**

Dans le cas de mode FA, si le rapport Cr/Ni augmente, la morphologie de la ferrite évolue et prend un aspect en lattes bidimensionnelles, parallèles et régulièrement espacées. dans le cas du mode AF, la ferrite a aussi un aspect squelettique mais elle est interdendritique. Il est toutefois difficile de distinguer les deux types de ferrite en micrographie. Plus que l'observation de la morphologie, se sont donc les profils de composition dans les cellules dendritiques qui permettent de conclure quant à un mode et à une séquence de solidification. [23]

Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté  $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}}$ .

Si  $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} < 1,25$  : mode A ;

Si  $1,25 < \frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} < 1,48$  : mode AF ;

Si  $1,48 < \frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} < 1,95$  : mode FA ;

Si  $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} > 1,95$  : mode F.

De nombreux aciers de la classe AISI 300 contenant 60 à 70% de fer sont proches de la frontière entre les modes FA et AF correspondant au rapport :  $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = 1,5$  [28]. Il est alors difficile d'interpréter les microstructures. Or il est important de déterminer si la solidification se produit en mode FA présentant une meilleure résistance à la fissuration à chaud ou en mode FA qui, tout comme le mode A, est plus sensible à ce type de fissuration. [33]

## ***II.6. Traitement thermique des soudures austénitiques***

Pour les aciers inoxydables austénitiques, il faut faire la distinction entre les nuances à bas carbone ( $C < 0,03\%$ ) et celles à teneur moyenne ( $C \gg 0,06\%$ ) susceptibles d'être sensibilisées à l'issue d'une opération de mise en œuvre (par exemple après soudage). Dans ce cas, le traitement qui doit être pratiqué est une hypertrempe. Il a pour but d'obtenir à la température ambiante une structure austénitique homogène. Pour ce faire, on chauffe l'alliage entre 1 000 et 1 150 °C ; le maintien étant de l'ordre de 1 à 3 min par millimètre d'épaisseur. Ce maintien est suivi d'un refroidissement très rapide dans l'air ou dans l'eau [35].

Avec les nuances austénitiques à bas carbone, les joints soudés, à l'état brut de soudage, ne sont pas sensibilisés et, de ce point de vue, il n'est pas nécessaire de pratiquer une hypertrempe. Par contre, les joints soudés contiennent quelques pour-cent de ferrite qu'il sera nécessaire, dans des cas spécifiques, de faire régresser en pratiquant une hypertrempe.

Les opérations de soudage peuvent provoquer des contraintes résiduelles qu'il sera nécessaire d'éliminer ou de réduire par un traitement de détensionnement [35].

Il existe deux types de traitement de détensionnement. Le premier a l'avantage de ne pas provoquer de modifications d'ordre métallurgique. Il s'agit d'un traitement long entre 200 et 400 °C suivi d'un refroidissement lent. Le temps de maintien à la température de traitement varie entre 10 et 20 min par millimètre d'épaisseur. Le second s'applique aux nuances à bas carbone, insensibles à la corrosion intergranulaire. Il s'agit d'un traitement court à environ 850°C. Le temps de maintien à la température de traitement est de l'ordre de 3 min par millimètre d'épaisseur suivi d'un refroidissement relativement lent [35].

## *II. . é auts des soudures dans es a iers ino da es austénitiques*

### **II.7.1. Sensibilité à la fissuration à chaud :**

La fissuration à chaud est un problème important dans le soudage des aciers austénitiques plus particulièrement les nuances stabilisées et les nuances complètement austénitiques. La fissuration à chaud dans les soudures austénitiques est causée par les eutectiques à bas point de fusion contenant des impuretés à bas point de fusion S, P et les éléments d'alliage comme le Ti et le Nb. L'azote a des effets complexes sur la microstructure de la soudure et sur la fissuration. Dans les nuances stabilisées, le Ti et le Nb agissent avec le S, N et le C pour former des eutectiques à bas point de fusion [36].

L'azote augmente la fissuration significativement, au cours du soudage, la fissuration est réduite en minimisant le taux de Ti ou Nb par rapport au C et au N présents. La tendance métallurgique à la fissuration à chaud est déterminée par la ségrégation préférentielle, qui se manifeste à une température de fragilité qui peut être déterminée par le test varestraint. La longueur totale de la fissure (TCL), utilisée largement dans l'évaluation de la fissuration à chaud, fait preuve d'une grande variabilité due aux facteurs extérieurs comme comparé au BTR. Dans les aciers austénitiques, la ségrégation joue un rôle décisif dans la détermination de la susceptibilité à la fissuration [36].

Après retour à la température ambiante, il subsiste dans le métal fondu une proportion de ferrite variable avec la composition du métal mais généralement supérieure à quelques pourcents. Cette teneur doit croître avec la présence d'éléments nocifs. Sa limite supérieure sera fixée en fonction des exigences relatives à la tenue à la corrosion et aux propriétés mécaniques. Il est également conseillé de souder en limitant l'apport d'énergie et de vérifier qu'entre passes, la température du joint s'abaisse suffisamment ( $\theta < 150$  °C). La présence de ferrite dans un acier austénitique (éventuelle dans le métal de base et la ZAT, recherchée dans le métal fondu) peut toutefois engendrer un processus de fragilisation si le métal est maintenu longtemps à une température comprise entre 650 et 900 °C environ. En effet, la ferrite peut être le siège d'une précipitation de composés intermétalliques formés de fer et de chrome (et éventuellement d'autres éléments présents dans le métal) désignés sous le terme général de phase sigma [37].

Le diagramme WRC-92 peut être utilisé comme un guide général pour maintenir un mode de solidification désirable durant le soudage. Pour éviter la fissuration à chaud des soudures austénitiques, on peut déterminer la composition du métal d'apport en se basant sur le diagramme WRC, et en prenant plusieurs valeurs du facteur de dilution et les injectant dans le diagramme [38].

### **II.7.2. Précipitation des carbures**

La présence de carbone dans les aciers inoxydables austénitiques même pour des teneurs faibles ( $C = 0,06$  %) peut être responsable d'une détérioration de leur résistance à la corrosion lorsque ces derniers ont été soumis à un maintien de longue durée à des températures comprises entre 500 et 850 °C environ. Dans les assemblages soudés d'un acier austénitique, on constate l'apparition de deux zones d'attaque symétriques par rapport au cordon de soudure; ces régions représentent des zones de corrosion intergranulaire, Ce type de corrosion, plus particulier aux aciers austénitiques, est une des causes de la non soudabilité des aciers destinés à la construction des appareils devant présenter une grande résistance à la corrosion.

Les éléments d'alliage gammagène tel que le nickel et le silicium, en diminuant la solubilité du carbone, favorisent la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$ . Par contre les éléments alphas tel que le chrome, le molybdène et l'azote par contre limitent cette précipitation. Les remèdes pour réduire ou éliminer le risque la précipitation intergranulaire sont :

- diminuer la teneur en carbone, ce qui réduit la quantité de carbone pouvant précipiter et modifie la cinétique de précipitation (le domaine de température est abaissé et la durée du maintien très sensiblement augmentée) ;
- ajouter des éléments ayant pour le carbone une affinité plus grande que celle du chrome; les éléments ainsi ajoutés sont généralement le titane et le niobium. La précipitation des carbures de Ti (TiC) et de niobium (NbC) intervient dans un domaine de température supérieur à celui dans lequel précipiterait  $M_{23}C_6$  et le carbone ainsi « piégé » ne peut participer à cette dernière précipitation.

### II.7.3. Formation de la phase sigma

Dans le diagramme des alliages Fe-Cr, on peut remarquer l'existence d'une phase  $\sigma$  pour une composition équiatomique de fer et de chrome. Ce composé intermétallique dur et fragile est une des causes de fragilisation des alliages à haute teneur en chrome et aussi des aciers austénitiques fer-nickel-chrome. La température maximale de stabilité de la phase  $\sigma$  vers 820 °C pour 47% de chrome. A 600 °C les domaines des différentes phases se trouvent dans les limites suivantes: [39]

- pour le domaine  $\alpha + \sigma$  : 21 à 41 % de chrome;
- pour le domaine à une seule phase Cr : 41 à 50 °C de chrome ;
- pour le domaine  $\sigma + \alpha$  : 50 à 71 % de chrome.

Certains éléments d'alliage tels que le Mo, le Si, le Ti, augmentent le risque d'apparition de phase sigma. Lorsqu'une précipitation de phase sigma est constatée, il est possible de la faire disparaître par un chauffage à température supérieure à 1000 °C.

La phase  $\sigma$  est considérablement plus dure que la ferrite initiale; pour une ferrite à 48 % de chrome donnant 250 Vickers, après transformation en phase Cr, sa dureté croît à 900 Vickers. La phase sigma dure, fragile et non magnétique, est responsable d'un léger durcissement mais surtout d'une fragilisation importante et d'une diminution de la résistance à la corrosion dans les milieux très oxydants.

# *CHAPITRE III*

## *Techniques expérimentales*

### III.1.Introduction

Dans cette partie nous présentons en détail les techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation et les matériaux utilisés pour la réalisation de ce travail.

### III.2. Présentation du matériau :

#### III.2.1. Métal de base :

Le métal de base que nous avons utilisé dans notre travail est un acier inoxydable austénitique de type 304 et désigné par **A312 TP 304** (selon la norme ANSI B36.19-1965). L'acier nous a été livré sous forme d'un tube de 9 mm d'épaisseur et de 25 mm de diamètre. Il est utilisé dans les industries qui présentent des conditions sévères de corrosion et de fatigue (industries pétrochimique, pharmaceutique, agroalimentaire, chimique...).

#### A. Analyse chimique

D'après le certificat de conformité, les constituants chimiques présents dans l'acier utilisé sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau III.1** : Composition chimique du 304L.

L'élément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	V
(%)	0,063	0,68	1,64	0,033	0,018	18,47	0,03	9,12	0,12	0,10

Les résultats du tableau III.1 sont conformes à la norme (ANSI B36.19-1965).

**Tableau III.2** : Composition chimique selon la norme ANSI B36.19-1965.

L'élément	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
(%)	0,08	2,00	0,04	0,03	0,75	8,00 - 11,00	18,00-20,00	-



## B. Analyse métallographique

La figure III.1 présente la micrographie du métal de base à l'état de réception. Il s'agit donc d'une matrice austénitique granulaire qui contient une certaine quantité de ferrite au niveau des joints de grains avec la présence des macles de recuits caractéristiques des structures cubique à faces centrées. La taille moyenne des grains, déterminée selon les conditions de la norme NFA04102, est de 125  $\mu\text{m}$ . On note aussi l'absence des précipités (phase sigma, carbures...), ceci vient du fait que cet acier est initialement hypereutecté.

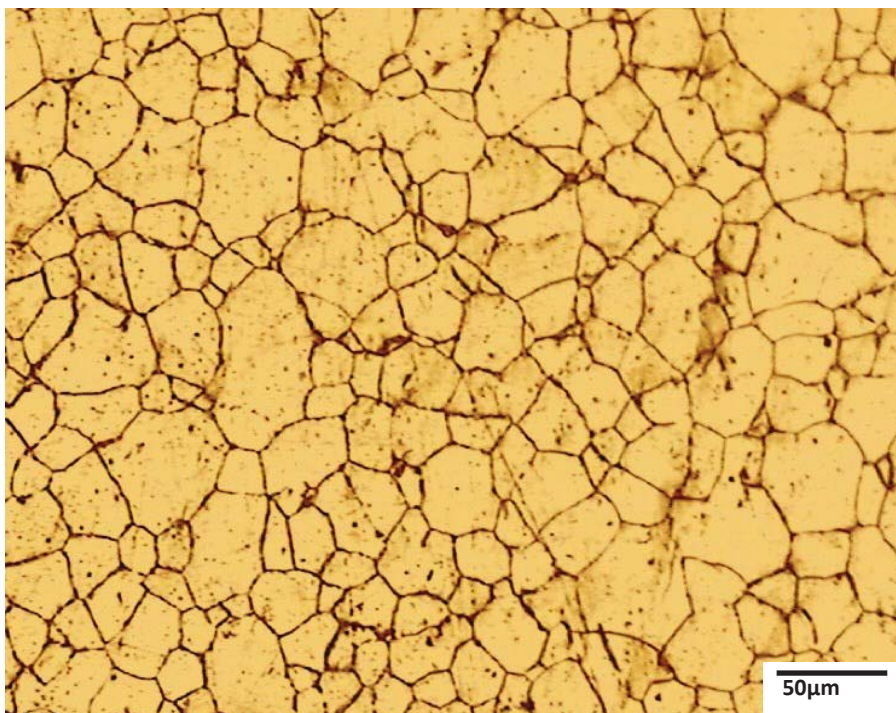


Figure III.1: Micrographie du métal de base à l'état de réception (G=200)

## C. Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de l'acier à l'état brut sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau III.3: Caractéristiques mécaniques de l'acier inoxydable 304L.

$R_{e0.002}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	Dureté	KCv ( $\text{daJ/cm}^2$ )
268	543	37	182	23.5



### III.2.2. Métal d'apport :

Le type de métal d'apport utilisé est : ER308L selon la norme ASME SECTION IX 2000. Sa composition doit être aussi voisine que possible de celle du métal de base.

La composition chimique du métal d'apport choisi est résumée dans le tableau III.4:

**Tableau III.4:** Composition chimique du métal d'apport (308L).

L'élément	C	Mn	Si	Cr	Ni
(%)	0,015	1,7	0,4	20	10

Cette analyse est conforme à celle définie par la norme ASTM.

Les caractéristiques mécaniques du 308L sont illustrées dans le tableau III.5 :

**Tableau III.5:** Caractéristiques mécaniques du métal d'apport

Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
400	560	42

### III.3. Soudage

#### III.3.1. Choix des paramètres de soudage :

Pour obtenir des soudures exemptes de défauts, plusieurs considérations doivent être respectées. On choisit les paramètres de soudage selon les conditions suivantes :

1. Une intensité trop élevée provoque la formation d'une structure à gros grains, peut prolonger le maintien du métal fondu dans l'intervalle de température (870 - 425°C) où s'effectue la précipitation des carbures, elle peut aussi provoquer une déformation des pièces à souder.
2. L'apport de chaleur au joint doit être maintenu à un niveau modéré en suivant les règles suivantes :

- Le préchauffage n'est pas bénéfique. Cependant un refroidissement rapide sera favorisé. On peut utiliser des supports massifs en cuivre par exemple.
- L'intensité adoptée doit être minimale et la vitesse d'avancement doit être aussi élevée que possible.
- Le cordon doit être étroit et exécuté en plusieurs passes selon l'épaisseur.
- Energie de soudage : 28 KJ / cm
- Vitesse de chauffage moyenne : 0.052 cm / s

### **III.3.2. Choix du procédé de soudage**

Pour raccorder les tubes, les pièces de forme et les appareils accessoires des tuyauteries en acier, on utilise généralement les procédés de soudage à énergie électrothermique. De nombreux procédés de soudage par fusion peuvent être employés dans la mise en œuvre des aciers inoxydables : soudage à l'arc avec électrode enrobée, sous flux, MIG, TIG, soudage au plasma, soudage par faisceau d'électrons et soudage par faisceau LASER [1,2].

Les procédés de soudage utilisables devront assurer une bonne protection du bain de fusion. Ce but est facilement atteint avec les procédés de soudage à l'arc électrique : soit sous atmosphère gazeuse neutre ou réductrice, soit sous laitier apporté par une électrode enrobée.

Dans notre cas, nous avons choisi le soudage par les procédés TIG manuel et l'arc électrique avec électrode enrobée. Ce dernier a l'avantage de la réalisation de cordons lisses, ayant un bel aspect, exempts de défauts de surface et possédant une bonne compacité. De plus il est conseillé pour le soudage des épaisseurs minces, d'utiliser le procédé TIG en raison des propriétés mécaniques et de la qualité du joint soudé excellentes. La soudure a été réalisée en trois passes :

- première passe (de pénétration): procédé TIG
- deuxième passe (de bourrage) : procédé à l'arc électrique avec électrode enrobée

### **III.3.3. Déroulement de l'opération de soudage**

En vue de réaliser une soudure saine et de qualité nous avons procédé aux opérations suivantes:

1- Chanfreinage des tubes : Le chanfreinage des bords en V avec un angle de 75 ° a été effectué au tour parallèle. On a opté pour le chanfreinage V car il n'est pas possible d'accéder à l'envers de la soudure et l'épaisseur du tube est relativement mince. Les bords ont été

coupés avec précision afin de présenter un écartement régulier puisque la soudure sera exécutée avec un métal d'apport.

2- Nettoyage des bords à souder : On a procédé au nettoyage des bords de la manière suivante :

- Première étape : à l'aide d'une brosse et d'une lime en acier inoxydable
- Deuxième étape : dégraissage par un solvant

Les graisses, les huiles et l'humidité sont susceptibles d'entraîner une carburation du métal fondu et des zones voisines et par suite une contamination du bain fondue au cours du soudage.

3- Alignement et pointage des tubes à souder : Les bords des tubes a souder ont été placés dans la position permettant un soudage vertical à l'aide d'un montage d'axe horizontal puis immobilisés par un pointage à l'aide des plaquettes qui ont été dessoudées ultérieurement.

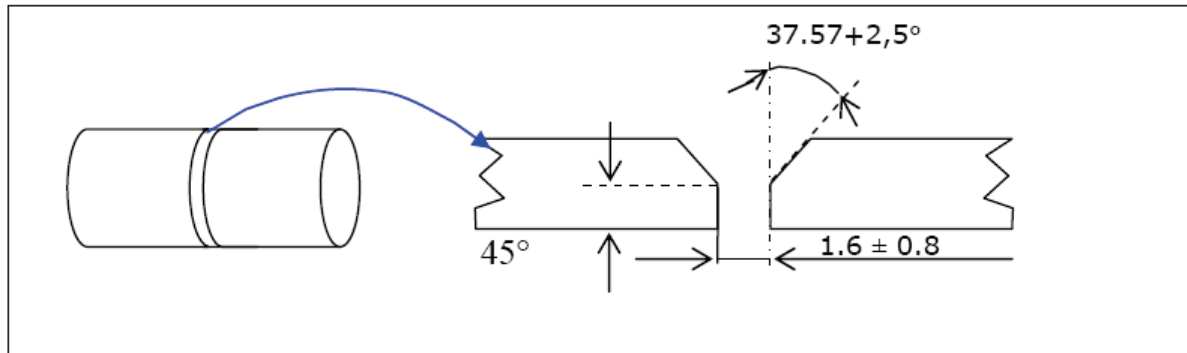
4- Réalisation de la protection à l'envers : côté soudage est mise en action, Pour éviter le risque d'oxydation à l'envers du cordon de soudure (dû à l'oxydation du bain de fusion par l'air), on a couvert les extrémités du tube à l'aide d'un papier réfractaire.

5- Réalisation de la première passe. La soudure a été réalisée par le procédé TIG. Le métal d'apport, sous forme d'une baguette de fil dressé de 1,6 mm de diamètre, est amené manuellement dans le bain de fusion. La protection du bain de fusion de l'atmosphère externe est réalisé par un gaz inerte de protection: l'argon. Le gaz protecteur est introduit à l'intérieur du tube par une fente d'un petit diamètre. La protection par ce gaz supprime pratiquement toutes pertes en éléments d'addition et protège la soudure contre les risques d'inclusion du laitier.

6- Réalisation de la deuxième passe : procédé à l'arc électrique avec une électrode enrobée. Le diamètre de l'électrode est de 3 mm

Entre chaque passe, on a procédé au control de la température pour vérifier qu'elle ne dépasse pas 150°C

8- Finition de la soudure : le cordon est nettoyé par meulage et brossage pour enlever le laitier de la troisième passe.



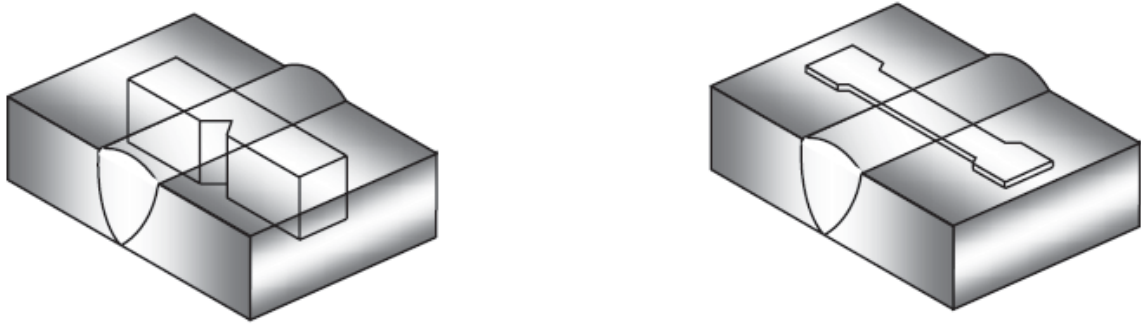
**Figure III.2:** Préparation des joints en vue de soudage.

### III.4. Préparation d'éprouvettes

#### III.4.1. Découpage et usinage

Le tube soudé a été découpé à froid en plusieurs éprouvettes à l'aide d'une scie électrique. Les éprouvettes ont été usinées, à l'aide d'une fraiseuse, selon les dimensions des éprouvettes standard destinées à la qualification du procédé de soudage. Nous avons préparé dans le cadre de ce travail 36 éprouvettes de résilience et 06 éprouvettes de traction. Les éprouvettes de résilience ont servi pour les essais de fatigue thermique, pour la caractérisation structurale et pour les essais mécaniques. Les éprouvettes de traction ont servi pour la caractérisation mécanique de l'acier de base et pour les soudures.

Les éprouvettes de résilience et de traction sont prélevées transversalement au joint soudé et à entaille en V réalisé dans la zone fondue ayant une section réduite (figure 3.2).



**Figure III.3 :** Localisation des éprouvettes de résilience et de traction.

Après usinage, un poinçonnage a été réalisé au niveau de chaque éprouvette, pour pouvoir distinguer les éprouvettes après les essais de fatigue thermique et après les essais destructifs.

### **III.5. Traitements thermiques**

Avant le processus du soudage, l'acier utilisé est déjà hypere trempé.

Les traitements thermiques que nous avons réalisés au niveau de l'Ecole Nationale Polytechnique sont les suivants :

Traitement 1 : hypere trempé à  $T = 1050^{\circ}\text{C}$  pendant des durées de  $t_1=30\text{mn}$ ,  $t_2 = 60\text{mn}$ ,  $t_3 = 120\text{mn}$ ,  $t_4 = 180\text{mn}$ ,  $t_5 = 240\text{mn}$ .

Traitement 2 : hypere trempé 2 à  $T = 1150^{\circ}\text{C}$  pendant les mêmes durées.

Après avoir effectué les traitements thermiques nous avons procédé au polissage des échantillons au niveau de l'ENP.

Les échantillons ont été polis aux différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (80, 120, 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1000 et 1200).

Un polissage de finition à la pâte diamantée de 6 et 3 microns est effectué en dernier sur un feutre sous une lubrification appropriée. Les échantillons étaient nettoyés à l'eau distillée puis avec du méthanol et sont immergés dans un bain de nettoyage ultrasonore et séchés à l'air avant d'être attaqués. Vu la grande déformabilité des aciers austénitiques, les vitesses de rotation choisies, ne devant pas être élevées, étaient fixées à 150 tours/minutes. L'échantillon subit une rotation à  $90^{\circ}$  à chaque changement de granulométrie pour effacer les raies précédentes de polissage. La durée de polissage est d'environ 2 minutes par granulométrie.

### **III.6.1. Attaque chimique :**

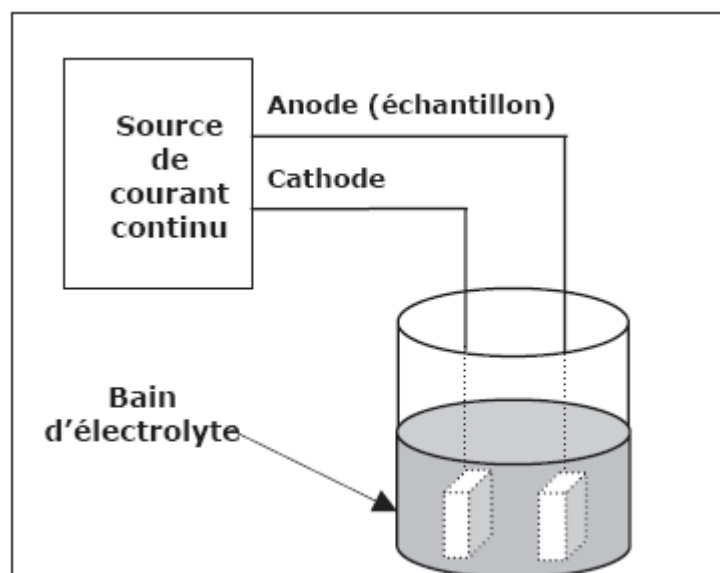
Les aciers inoxydables, plus particulièrement les austénitiques ont une résistance à la corrosion, dans les milieux agressifs, élevée. De ce fait la structure des aciers inoxydables austénitiques (surtout les joints de grain) est très difficile à révéler par attaque chimique. Le choix et l'optimisation des paramètres des solutions d'attaques est donc nécessaire.

- Pour les caractérisations en microscopie optique l'attaque chimique a été réalisée par l'eau régale glycinée a la température ambiante pendant 10 mn.

### **III.6.2. Attaque électrochimique :**

L'appareillage utilisé pour l'attaque électrolytique se compose d'un Becher de 1 à 2 litres contenant l'électrolyte avec l'échantillon (anode) placé à une distance de 3 centimètres de la cathode en acier inoxydable austénitique 304 L. Les électrodes sont reliées à une alimentation en courant continu qui débite une tension réglée. Un voltmètre et un ampèremètre permettent de suivre les caractéristiques électriques de fonctionnement de l'essai (Figure III.4)

Après plusieurs essais, et tenant compte des résultats, nous avons opté pour une attaque électrolytique avec une solution d'acide oxalique a 10 %.



**Figure III.4:** Dispositif d'attaque électrolytique

### **III.7. Examen au microscope optique**

L'observation micrographique est effectuée à l'aide d'un microscope optique de type ZEISS au laboratoire de Métallurgie au niveau du département métallurgie à l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP). Les photos sont prises par une caméra numérique reliée à un PC, nous avons pris les microstructures des différentes régions du joint de soudure de tous les échantillons, avec différents grossissements.

### **III.8. Traitement et analyse d'images :**

Pour le traitement et l'analyse des micrographies obtenues par microscope optique, nous avons utilisé le logiciel ImageJ. Ce dernier est un logiciel écrit en Java par le National Institute of Health qui permet d'effectuer plusieurs tâches.

Les étapes suivies pour l'analyse des images sont :

1. La lecture des images qui représentent les micrographies d'un même échantillon pour cela on clique sur la commande *Import* puis *Image Sequence*
2. Sélectionner toutes les micrographies choisies
3. Binariser les micrographies en utilisant la commande *Process* puis choisir la commande *Binary* ensuite *Auto Binary*
4. Sélectionner les mesures voulues en allant vers la commande *Analyze* puis *Set Measurements* ensuite choisir les mesures, pour notre cas on choisit *Area Fraction*.
5. Mesurer le taux de ferrite delta en cliquant sur la commande *Analyze* puis *Measure*.

Après avoir les mesures de chaque micrographie, on calcule la moyenne des résultats obtenus.

### **III. 9. Diffraction des rayons X :**

Lors des traitements thermiques que subit le métal, différentes réactions peuvent avoir lieu : transformation de phases cristallines, croissance de grains, dissolution ou formation de précipités, ...etc. La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant le suivi de la formation des phases cristallines et de leur évolution lors d'un tel traitement.

L'identification des phases cristallines par diffraction rayons X est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un

cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement. Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure III.5). Si l'on connaît la longueur d'onde  $\lambda$  du faisceau de rayons X, on peut mesurer à partir de l'angle  $\theta$  l'équidistance  $d$  et ainsi identifier la nature du cristal. Cette distance nommée  $d_{hkl}$ , est donnée par la loi de Bragg où les indices  $hkl$  désignent la direction considérée dans le cristal:

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

avec :

$n$  : Ordre de la diffraction.

$\lambda$ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

$d$  : distance entre deux plans réticulaires.

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

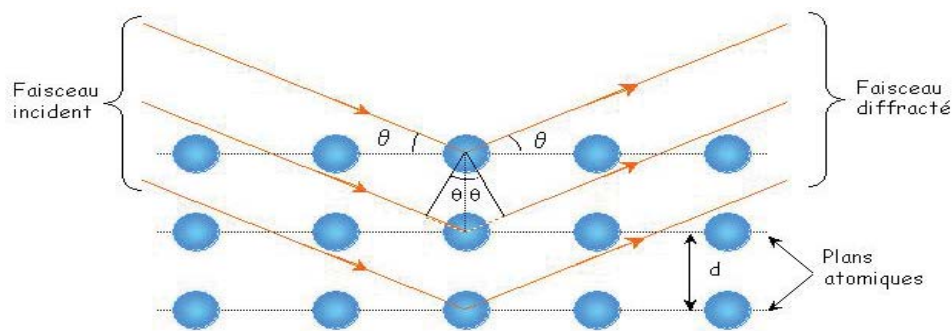


Figure III.5. Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.

### III.10. Caractérisation mécanique

#### III.10.1. Essai de micro dureté

Les deux phases constituant la structure de la soudure, l'austénite et la ferrite, sont le siège de phénomènes métallurgiques et mécaniques tels que les variations de la configuration des dislocations et le développement des contraintes résiduelles. Leurs duretés respectives sont inhérentes à ses phénomènes. La mesure de la dureté de chaque phase est un indicateur de l'évolution mécanique des phases.

Les duretés des phases ferritique et austénitique ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases. Les mesures de microdureté ont été effectuées avec une charge de 50g avec un microduromètre de marque



BUEHLER Micro met. Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes de résilience avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.

Nous avons pris la dureté de l'austénite dans la zone fondue (phase blanche majoritaire dans la zone de fondue). La dureté d'une dendrite de ferrite, dans le cordon est difficile à mesurer. Le constituant présentant une finesse plus grande que l'empreinte du microduromètre. La mesure de cette dureté nécessite l'utilisation d'un nanoduromètre.

### III.10.2. Essai de dureté Vickers :

Le pénétrateur est une pyramide droite à base carrée et d'angle au sommet de 136°. Sous une charge F, la pyramide est imprimée dans l'échantillon (Figure III.6). On mesure les diagonales "d" de l'empreinte et on calcule la valeur de la dureté Vickers à partir de la formule:

$$H_v = 0.1892 \frac{F}{d^2}$$

Où F est le niveau de la charge appliquée ; d est le diamètre de l'empreinte et dm est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte ;

$$d_m = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

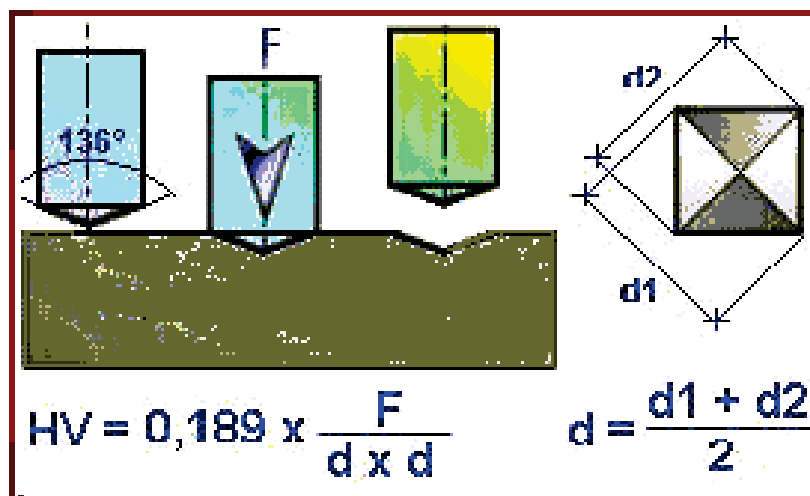
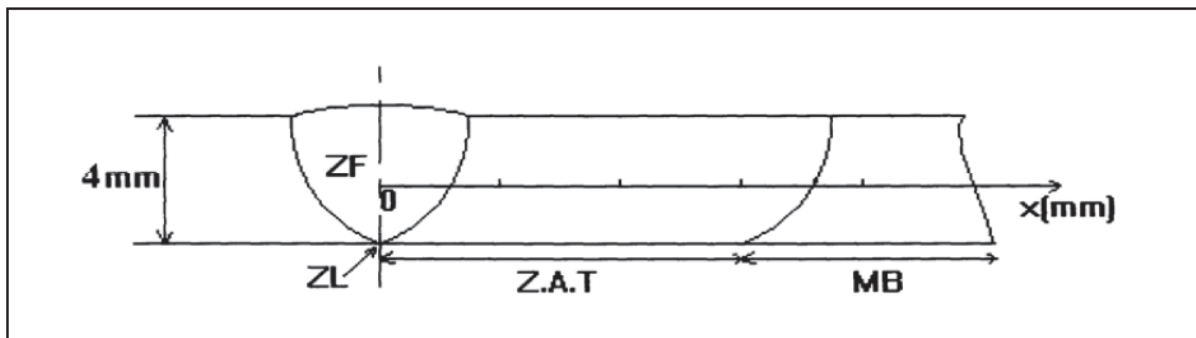


Figure III.6. Principe de l'essai de dureté Vickers.

La charge qui a été appliquée dans notre cas était de 10 Kgf. Une valeur moyenne a été calculée.

Nous avons effectué un balayage de le long de l'échantillon, en prenant pour chaque position Xi trois (03) valeurs sur une même vertical Yi.



**Figure III.7.** Mode de balayage pour la mesure du profil de dureté Vickers.

### III.10.3. Essais de résilience

La résilience d'un matériau caractérise sa capacité à absorber un choc sans se rompre ; celle-ci peut être mesurée sur des machines de type Charpy. La résistance au choc Charpy représente l'énergie du choc absorbée par l'éprouvette lors de sa rupture, rapportée à la section initiale de l'éprouvette.

L'essai de résilience est réalisé sur une machine de type INSTRON WOLPERT selon la norme ASME B31.3-2002 au laboratoire de l'entreprise GTP de Réghaia. Les éprouvettes de cet essai sont ceux définis par la même norme.

# *CHAPITRE IV*

## *Résultats et interprétations*

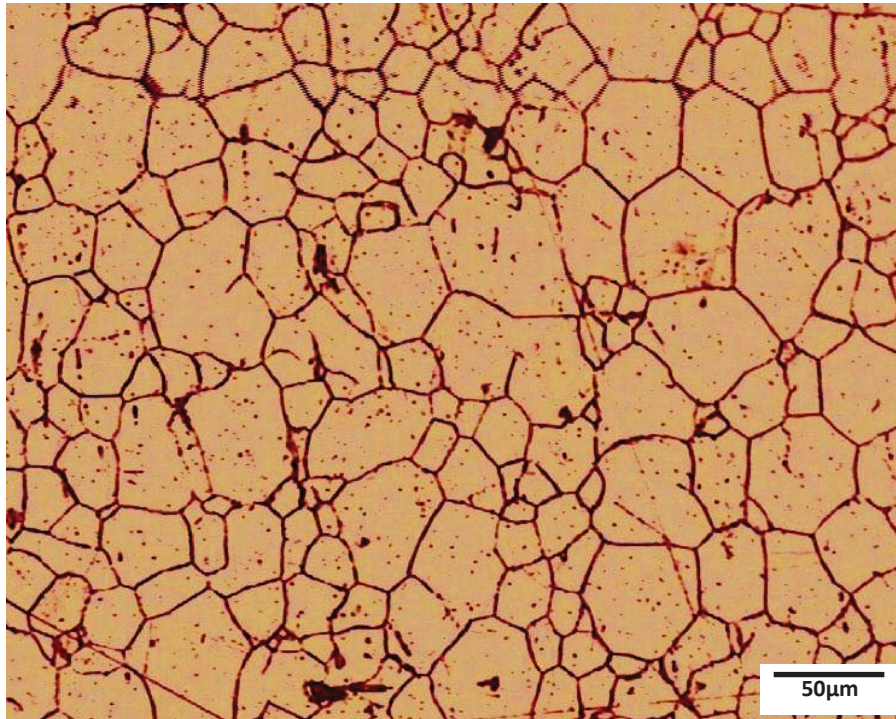
## **IV.1. Introduction :**

Nous nous sommes intéressés dans ce travail à l'évaluation des taux de phases dans un acier inoxydable soudé, pour cela nous avons un état de référence (soudure brute) défini par sa structure et ses propriétés mécaniques.

## **IV.2. Structure de la soudure brute :**

### **IV.2.1. Structure du métal de base :**

Après l'opération de soudage nous avons préparé un échantillon de référence, la figure ci-dessous représente le métal de base de la soudure brute :

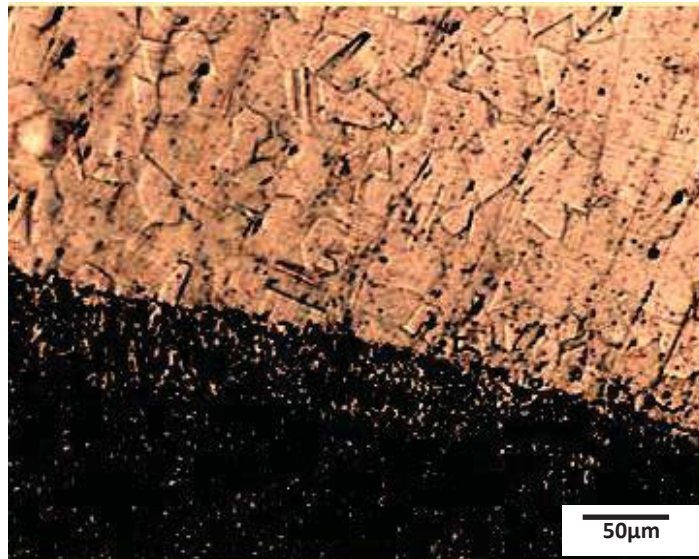


**Figure IV.1 :**Micrographie de métal de base (G = 200)

La structure de métal de base est une structure austénitique granulaire, les grains sont homogènes, on constate la présence des macles caractérisant la structure cubique à faces centrées.

On remarque aussi qu'il n'y a pas de précipitations.

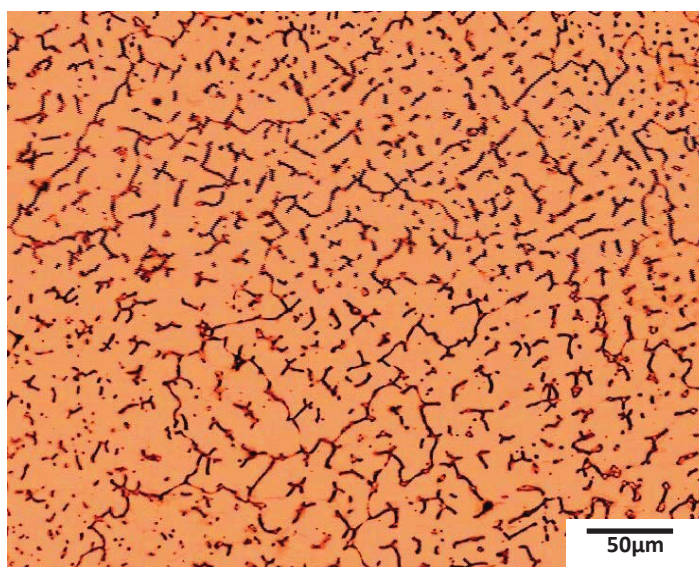
#### **IV.2.2. Structure de la zone affectée par la chaleur (ZAT) :**



**Figure IV.2 :** Structure de la zone affectée thermiquement (G=200)

La zone affectée thermiquement possède une structure austénitique granulaire avec variation de la taille des grains, car on voit de gros grains à côté d'autres grains plus petits. On constate l'absence des précipités.

#### **IV.2.3. Structure de la zone fondue**



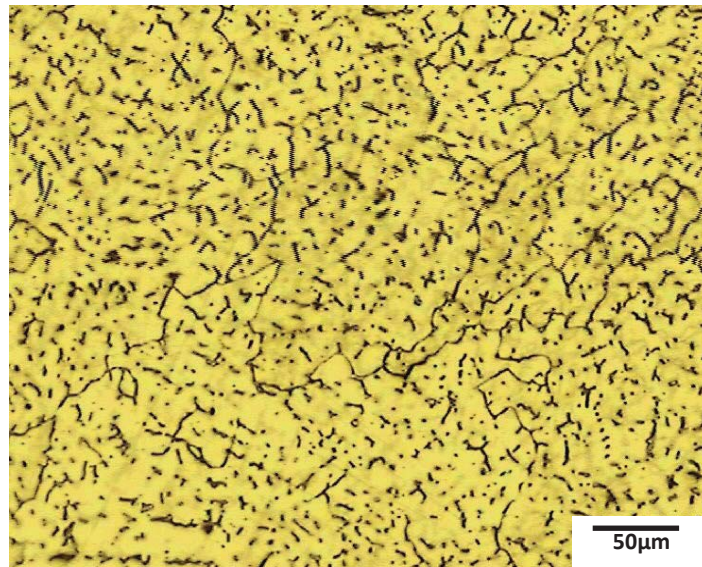
**FigureIV.3.**Structure de la zone fondue (G=200)



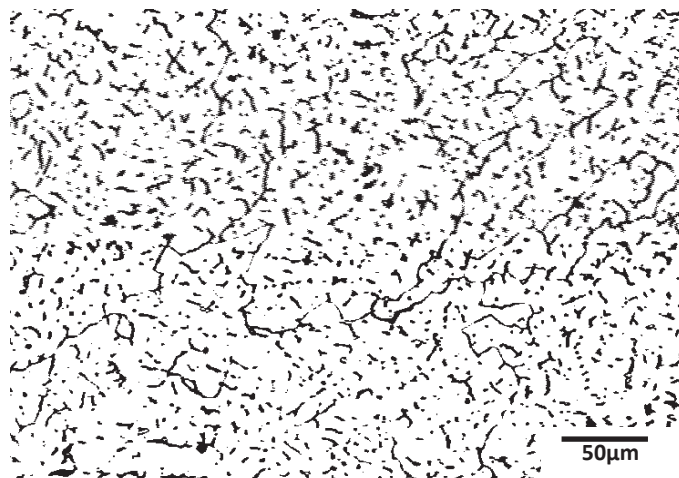
La structure de la zone fondue est une structure composée de la ferrite et de l'austénite (structure biphasée), la matrice en blanc c'est l'austénite et la ferrite est représentée par de fine dendrites orientées perpendiculairement à l'interface zone fondue – zone affectée thermiquement, sa morphologie est de type Widmenstatten: c'est une structure dendritique de solidification issue de la décomposition complète de la ferrite  $\delta$  à haute température en austénite  $\delta \rightarrow \gamma$ .

### **IV.3. Répartition du taux de ferrite moyen dans la soudure brute :**

En utilisant le logiciel décrit auparavant nous obtenons des images binarisées de la zone fondue comme suit :



**Figure IV.4 :** Micrographie de la zone fondue



**Figure IV.5 :** Image binarisée de la zone fondue

On peut calculer le taux de ferrite dans le métal de base en utilisant la formule suivante :

$$R = \frac{(Cr + Mo + 0,65Si - 17,6)}{(Ni + 20C + 8,3N + 0,08Mn - 5,18)}$$

Le tableau ci-dessous représente le taux de ferrite moyen le long du cordon de soudure.

**Tableau IV.1 :** Taux de ferrite dans le cordon de soudure

Zone	Zone fondue	ZAT	MB
δ (%)	16,20	11,50	3,60

Le taux de ferrite moyen dans la zone fondue est de 16,20%, c'est une valeur acceptable pour pouvoir éviter les risques de fissuration. C'est un taux un peu élevé cela peut être expliquée par le fait que la réaction de décomposition de la ferrite  $\delta$  issue de l'état liquide n'est pas complète. En fait, le refroidissement lors de la solidification du métal fondu est tellement rapide que cette ferrite n'a pas eu le temps suffisant pour se transformer entièrement en austénite.

La répartition de la ferrite le long de la soudure est continue.

#### **IV.4. Variation de la dureté dans la soudure brute :**

La dureté Vickers de la soudure brute est représentée dans le tableau () :

**Tableau IV.2 :** Dureté HV le long de la soudure

Zone	ZF	ZAT	MB
Dureté HV50	177	165	142

Les résultats de la dureté HV50 dans la soudure on montré qu'en allant de la zone fondue vers la zone affecté thermiquement la dureté diminue, cela est justifié par:

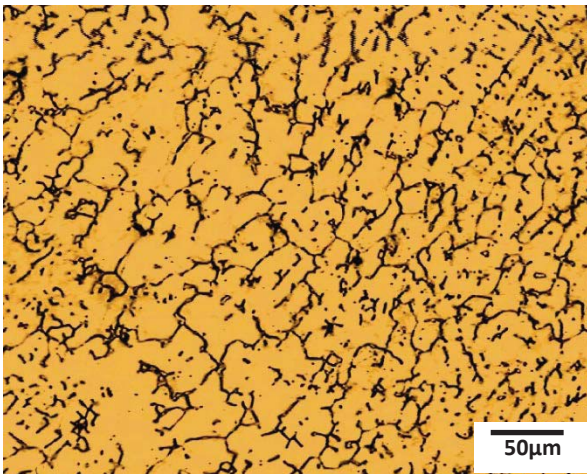
- la ferrite est légèrement plus dure que l'austénite.

- Le taux de ferrite est important dans la zone fondu et relativement faible dans la zone affectée thermiquement et le métal de base

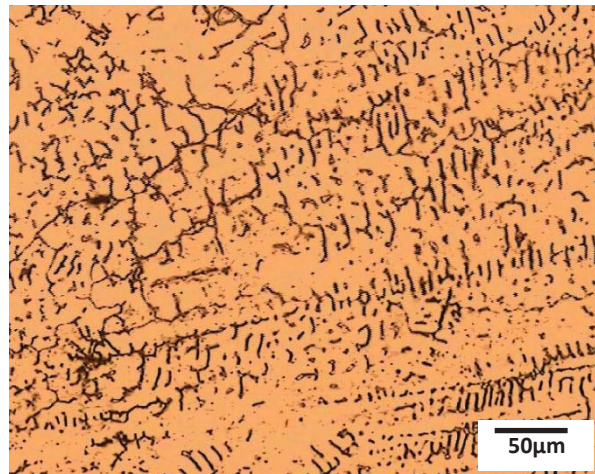
L'abaissement du taux de ferrite dans le sens ZAT→ MB est justifié par le grossissement de grains.

#### **IV.5. Variation de taux de ferrite dans le cordon de soudure :**

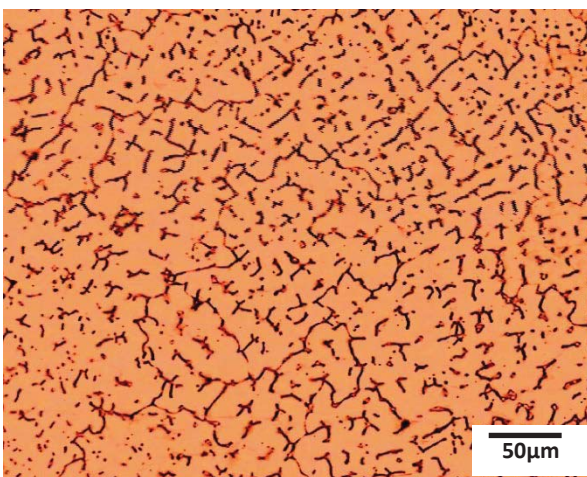
##### **IV.5.1. Variation de taux de ferrite en fonction des conditions de traitements thermiques dans la zone fondue:**



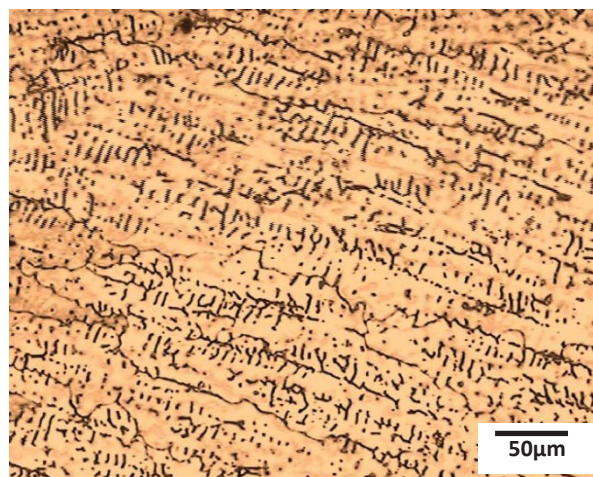
**Figure IV.6:** Maintien à 1050°C pendant 90 mn (G=200)



**Figure IV.7:** Maintien à 1050°C pendant 240 mn (G=200)



**Figure IV.8:** Maintien à 1150°C pendant 90 mn (G=200)



**Figure IV.9:** Maintien à 1150°C pendant 240 mn (G=200)



D'après les micrographies de la structure de la zone fondu (figure et ), on remarque qu'il n'y a pas un changement remarquable ni dans la structure de la ZF ni dans le taux de ferrite existant.

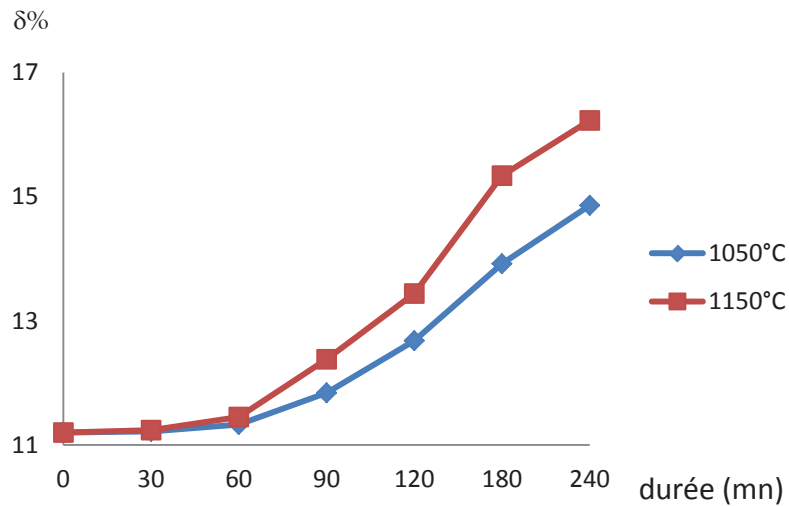
En augmentant la température de 1050 °C à 1150°C il n'y a pas une grande différence par rapport au taux de ferrite.

Le tableau IV.3 regroupe les résultats obtenus sur l'effet des conditions de traitement thermique sur le taux de ferrite dans la zone fondue :

**Tableau IV.3 :** Effets des conditions de traitements thermiques sur le taux de ferrite dans la ZF

Durée (mn)	0	30	60	90	120	180	240
T=1050 °C	11,20	11,22	11,33	11,84	12,68	13,92	14,86
T= 1150 °C	11,20	11,24	11,45	12,38	13,44	15,34	16,23

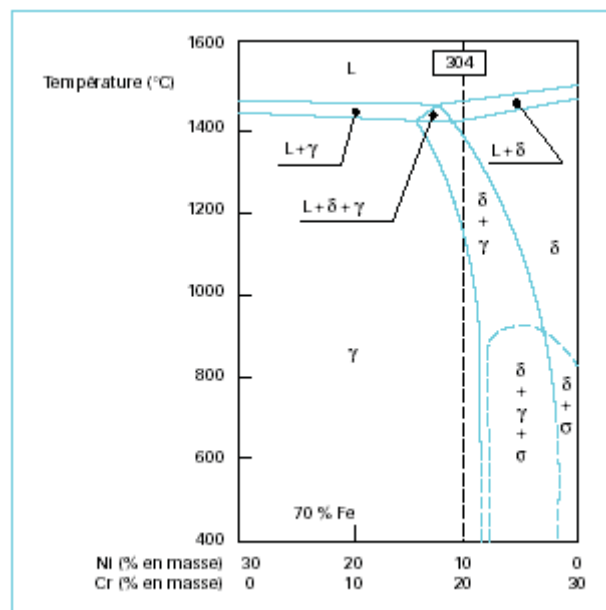
La courbe ci-dessous représente la variation du taux de ferrite en fonction du temps de maintien et la température d'hypertrempe :



**Figure IV.10 :** Effets des durées de maintien sur le taux de ferrite dans la zone fondue aux températures 1050 et 1150 °C

D'après l'allure de la courbe représentant le taux de ferrite en fonction des durées de maintiens, on remarque que le taux de ferrite augmente tout en augmentant le temps de maintiens, car à ces températures d'hypertrempe on est dans le domaine biphasé  $\delta+\gamma$  plus on augmente le temps de maintien on donne le temps à la phase  $\delta$  pour se former au détriment de la phase  $\gamma$ , mais cette augmentation n'est significative qu'après les 90 premières minutes de maintiens.

Le taux de ferrite à 1150°C est plus élevé qu'à 1050°C ce résultat peut être interprété par une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe :



**Figure IV.11:** Figure Diagramme pseudo binaire Fe-Cr-Ni à 70%Fe

On constate que plus on augmente la température de l'acier inoxydable on passe du domaine monophasé  $\gamma$  au domaine biphasé  $\delta+\gamma$  puis au domaine monophasé  $\delta$  donc on a transformation de la phase gamma en delta.

A 1150°C on a plus de delta qu'à 1050°C, le traitement d'hypertrempe nous permet de figer la structure à haute température d'où il résulte un taux de ferrite à 1150°C plus élevé qu'à 1050°C.

### IV.5.2. Influence des conditions de traitement thermique sur le métal de base :

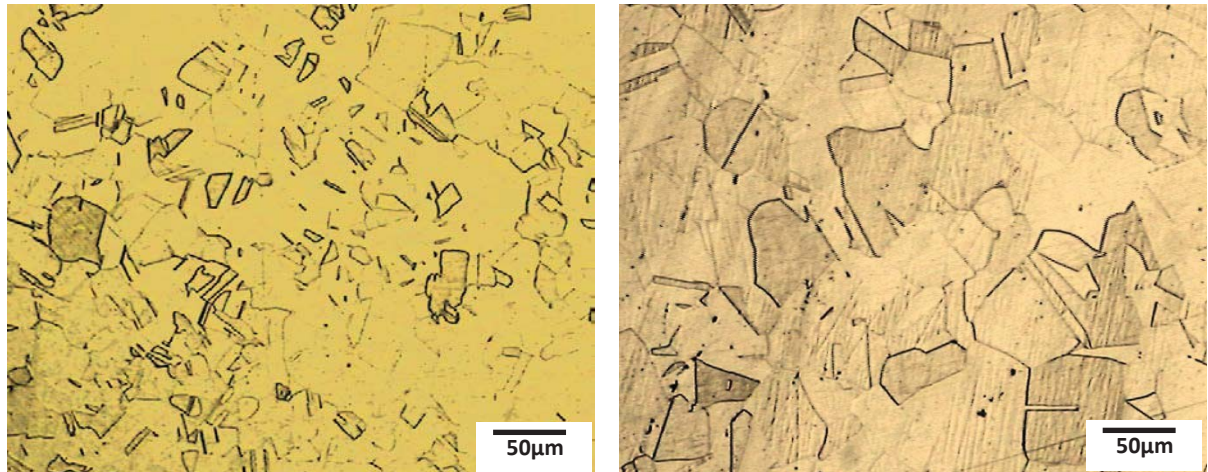


Figure IV.12 : MB après maintien à 1050°C pendant 60 mn (G 200)      Figure IV.13 : MB après maintien à 1050°C pendant 240 mn (G 200)

Dans le métal de base on constate qu'il y a un léger grossissement de grains tout en augmentant le temps de maintien et la température de maintien, mais qui n'est pas observé dans tous les régions du métal de base ; on remarque qu'il n'y a pas de présence de précipités.

### IV.5.3. Influence des conditions de traitement thermique sur la zone affecté par la chaleur :

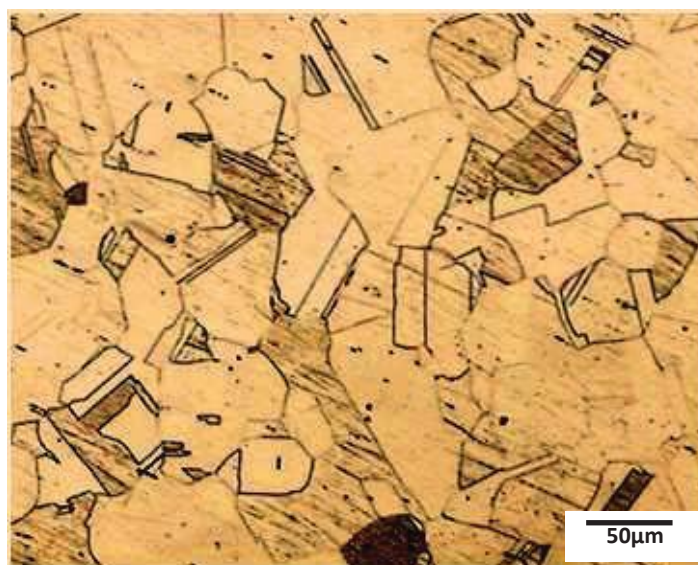
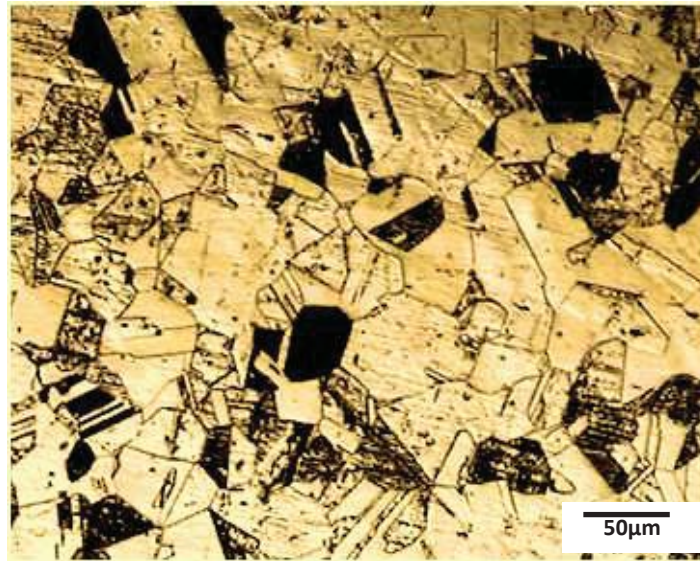
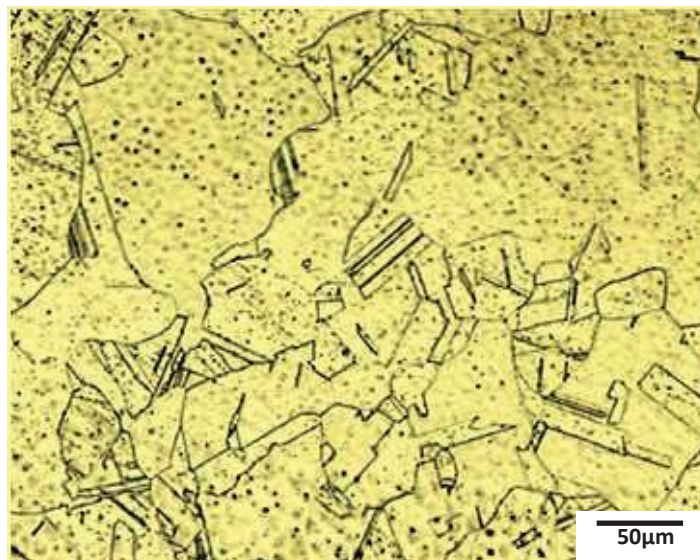


Figure IV.14 : La ZAT après maintien à 1150°C pendant 60 mn (G 200)



**Figure IV.15 :** La ZAT après maintien à 1050°C pendant 60 mn (G 200)



**Figure IV.16 :** La ZAT après maintien à 1150°C pendant 180 mn (G 200)

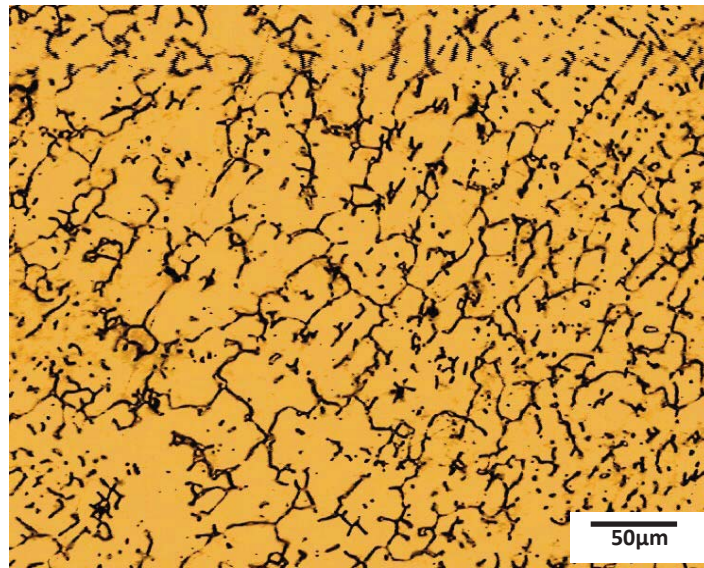


La zone affectée thermiquement n'a pas marquée un changement remarquable on observe dans certains régions un grossissement de grains léger mais ce n'est pas le cas dans d'autres régions tout en restant dans la ZAT.

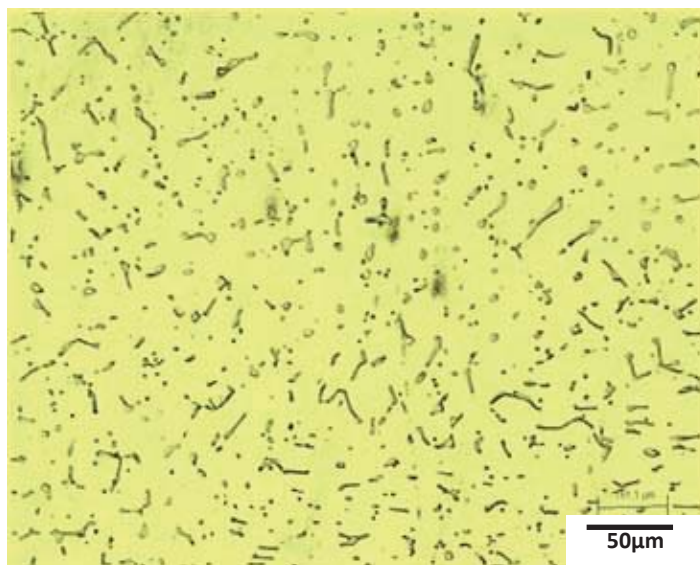
Notons qu'il n'y a pas de précipités.

#### **IV.5.4. Influence du nombre de passe sur le taux de ferrite**

En variant le nombre de passe, nous avons obtenu les micrographies suivantes :



**Figure IV.17:** Structure de la ZF (soudure 2 passes après maintien à 1050°C pendant 120 mn)



**Figure IV.18:** Structure de la ZF (soudure 2 passes après maintien à 1050°C pendant 60 mn)

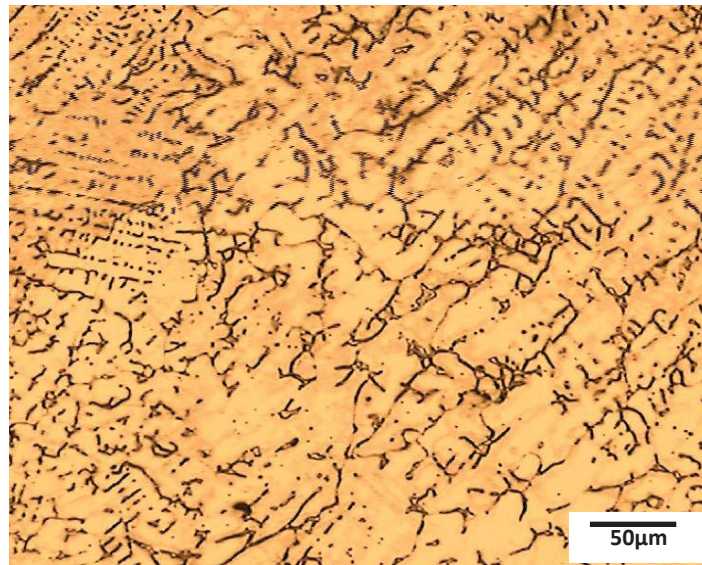


Figure IV.19: Structure de la ZF (soudure 1 passes après maintien à 1050°C pendant 120mn)

D'après les micrographies représentant la zone fondue avec une passe et deux passes on constate que le taux de ferrite dans cette zone soudée avec une seule passe est élevé par rapport à la soudure avec deux passes.

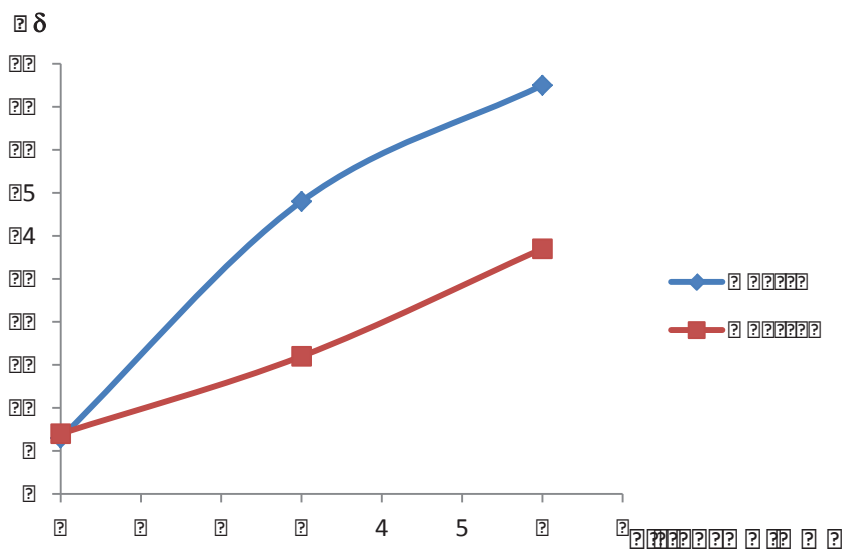


Figure IV.20 :Variation du taux de ferrite en fonction de la distance x.

Le tableau suivant représente la variation du taux de ferrite en fonction de nombre de passe :

**Tableau IV.4 :** Effet de la variation du nombre de passe sur le taux de ferrite

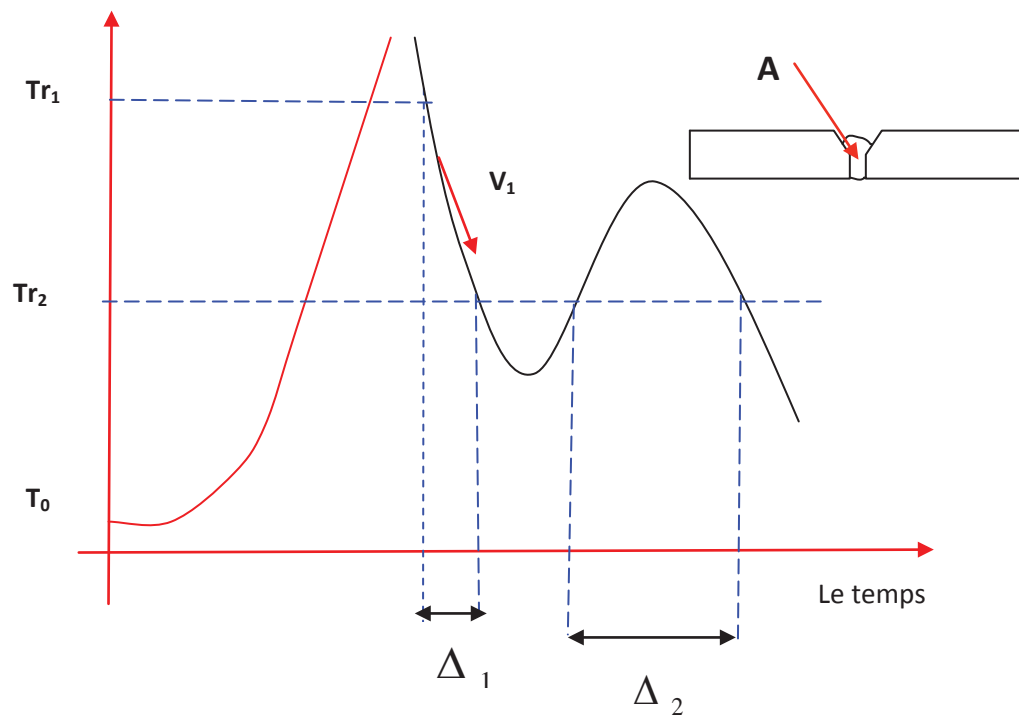
Distance x(mm)	0	3	6
Première passe 1P	9,30	14,80	17,50
Deuxième passe 2P	9,40	11,20	13,70

La distance x est mesurée à partir du centre de la zone fondue en allant vers le métal de base.

On remarque que le taux de ferrite qui existe dans la soudure avec une seule passe est supérieur que celui dans la soudure réalisée avec deux passes.

$(\overline{T_\delta})_{1P} > (\overline{T_\delta})_{2P}$  ou encore d'une manière générale : le taux de ferrite dans une soudure réalisée en une seule passe est supérieur à celui d'une soudure réalisée en deux passes ; en effet l'exécution de la première passe se traduit par une première montée en température jusqu'à la température  $T_m$ , suivie d'un refroidissement caractérisé par la vitesse  $V_1$ . la 2<sup>ème</sup> passe intervient avant que la température au point A n'ait rejoint la température initiale  $T_0$  ; elle est encore à  $T_1 > T_0$  lorsqu'un nouveau cycle thermique intervient.

Du fait de cette 2<sup>ème</sup> passe le temps de maintien entre deux températures  $T_{r1}$  et  $T_{r2}$  (intervalle de température dans lequel se produit la décomposition de la ferrite en austénite) est prolongé (voir la figure) on aura donc :  $t_2 = \Delta t_2 + \Delta t_1$ .



**Figure IV.21** : Variation de la température en fonction du temps

Cette prolongation  $\Delta t_2$  se traduit par un excès en austénite et une diminution en ferrite. Ceci peut être explicité par la réaction de la décomposition de ferrite dans les deux cas :

- une seule passe : Ferrite ( $\delta$ )  $\rightarrow$  Austénite ( $\gamma$ ),  $t_1 = \Delta t_1$

- deux passes : Ferrite ( $\delta$ )  $\rightarrow$  Austénite ( $\gamma$ ),  $t_2 = \Delta t_2 + \Delta t_1$

#### IV.5.5. analyse par diffraction des rayons X :

L'examen par diffraction des rayons X nous a donné les spectres représentés par les figures suivantes :



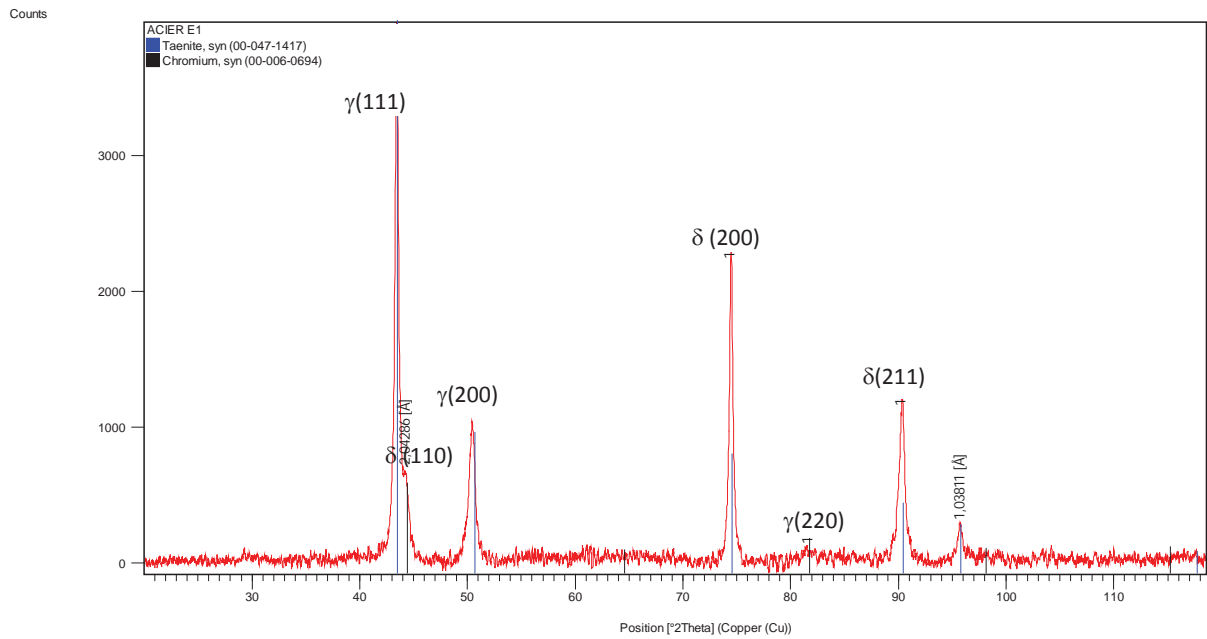


Figure IV.22 : Spectre de la diffraction des rayons X

Echantillon traité à 1050°C pendant 180mn

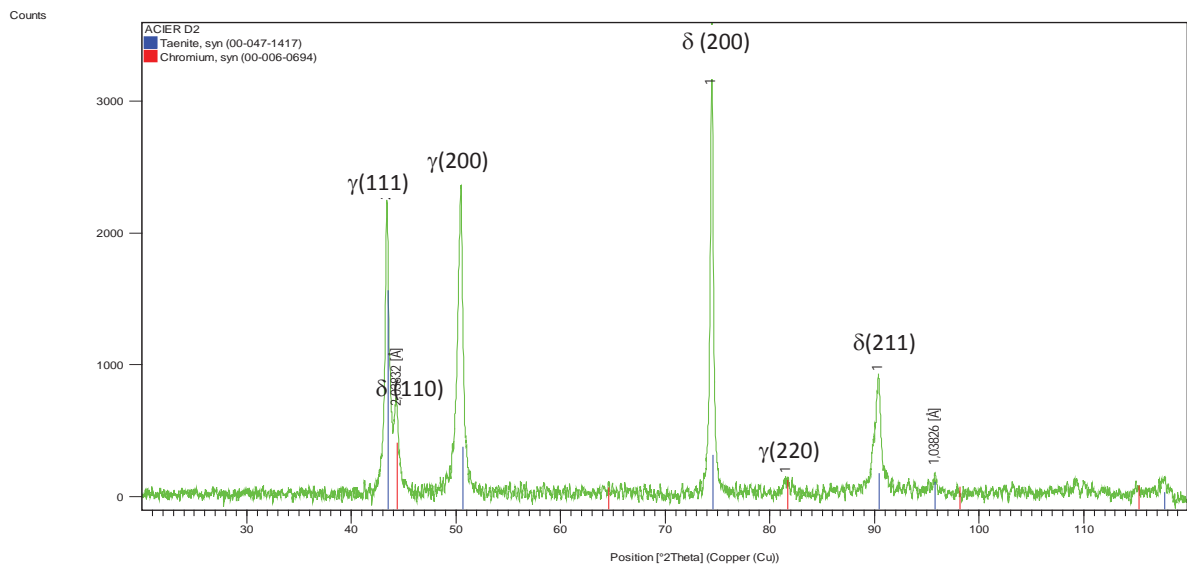
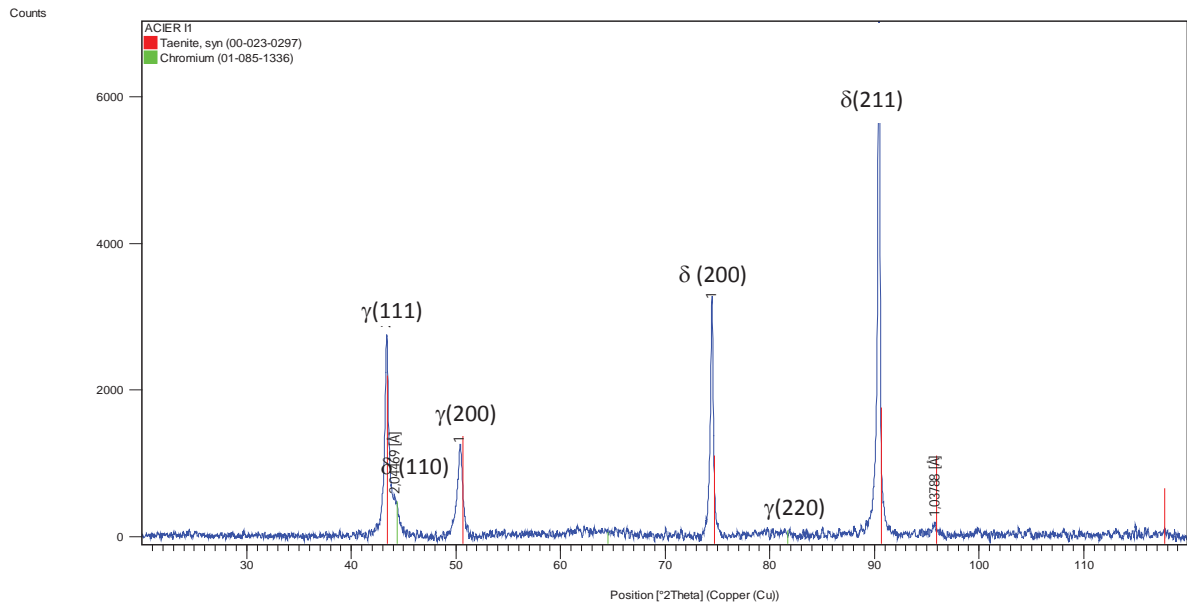
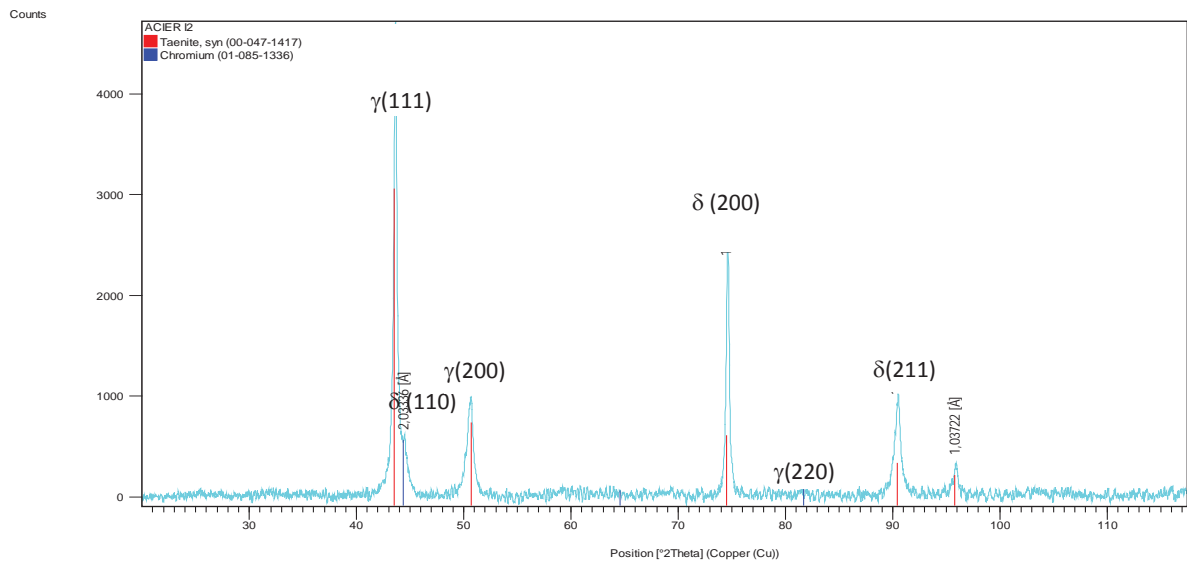


Figure IV.23 : Spectre de la diffraction des rayons X

Echantillon traité à 1150°C pendant 180mn



**Figure IV.24** : Spectre de la diffraction des rayons X  
 Echantillon traité à 1050°C pendant 60mn



**Figure IV.25** : Spectre de la diffraction des rayons X  
 Echantillon traité à 1150°C pendant 60mn

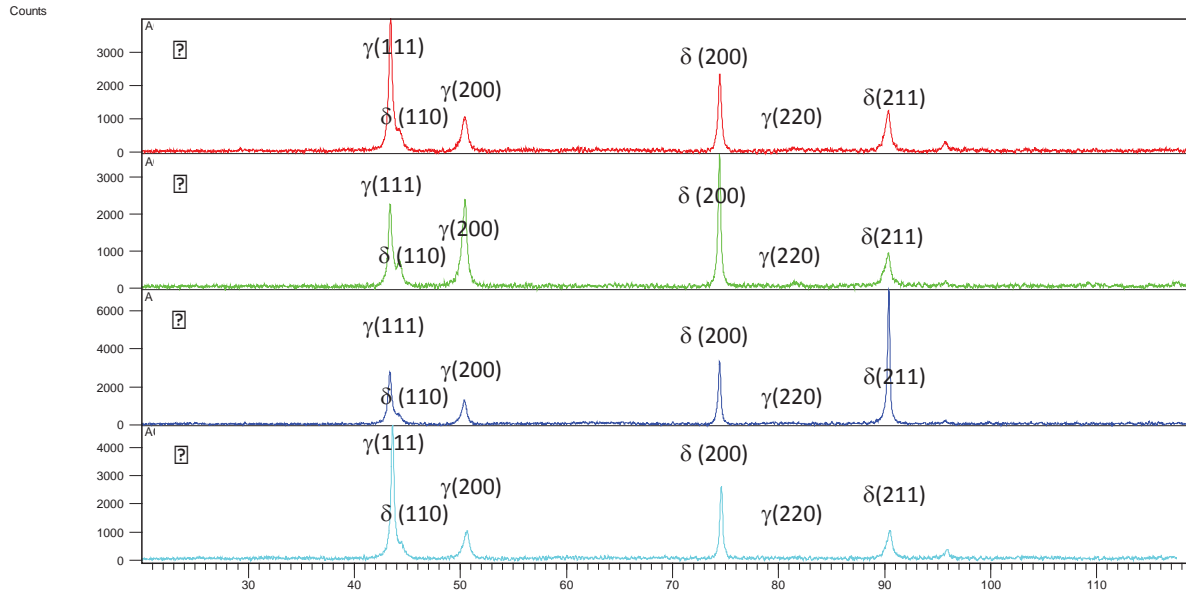


Figure IV.26: Spectre de la diffraction des rayons X

a- Echantillon traité à 1050°C pendant 180mn, b- Echantillon traité à 1150°C pendant 180mn

c- Echantillon traité à 1050°C pendant 60mn, d- Echantillon traité à 1150°C pendant 60mn

D'après les spectres de diffraction des rayons X on a trouvé que l'alliage est biphasé (Alpha +gamma) la proportion de la phase alpha est relativement petite, elle varie entre 9 à 12 %.

Tableau IV.5 : Intensités des phases

Ech	2θ (hkl)	43,4 γ(111)	44,3 δ(110)	50,7 γ(200)	74,4 δ(200)	81,8 γ(220)	90,4 δ(211)
a		2800	800	1000	2200	200	1350
b		2000	650	2400	3400	100	800
c		2300	200	500	2450	600	100
d		3000	600	1000	2600	1000	200

Il est difficile de faire une analyse quantitative précise. Les calculs montrent que les paramètres alpha= 2,88 Å et gamma = 3,60 Å. Les différences d'amplitudes des pics sont attribuées aux traitements thermiques.

- Plus l'intensité des pics δ(110) sont élevées plus le taux de ferrite est élevé ;

- D'après ces résultats le taux de ferrite varie de la manière suivante :

$$c (T=1050^{\circ}\text{C}, t = 60\text{mn}) < a (T=1050^{\circ}\text{C}, t = 180\text{mn})$$

$$d (T=1150^{\circ}\text{C}, t = 60\text{mn}) < b (T=1150^{\circ}\text{C}, t = 180\text{mn})$$

## **IV.6. Variation des caractéristiques mécaniques en fonction des conditions de traitement thermique :**

### **IV.6.1. Microdureté :**

Nous voulions mesurer la microdureté dans la zone fondue mais à cause de la finesse de la structure il est difficile de la mesurer.

Tandis que la zone affectée par la chaleur est très étroite.

Le tableau IV.5 suivant représente la variation de la dureté de l'austénite dans le métal de base :

**Tableau IV.6 :** Variation de la dureté de l'austénite dans le métal de base

Durée (mn)	0	30	60	90	120	180	240
T=1050 °C	282	279	262	254	241	225	209
T= 1150 °C	282	278	253	240	226	208	192

Les résultats regroupés dans le tableau ont donné le graphe suivant :

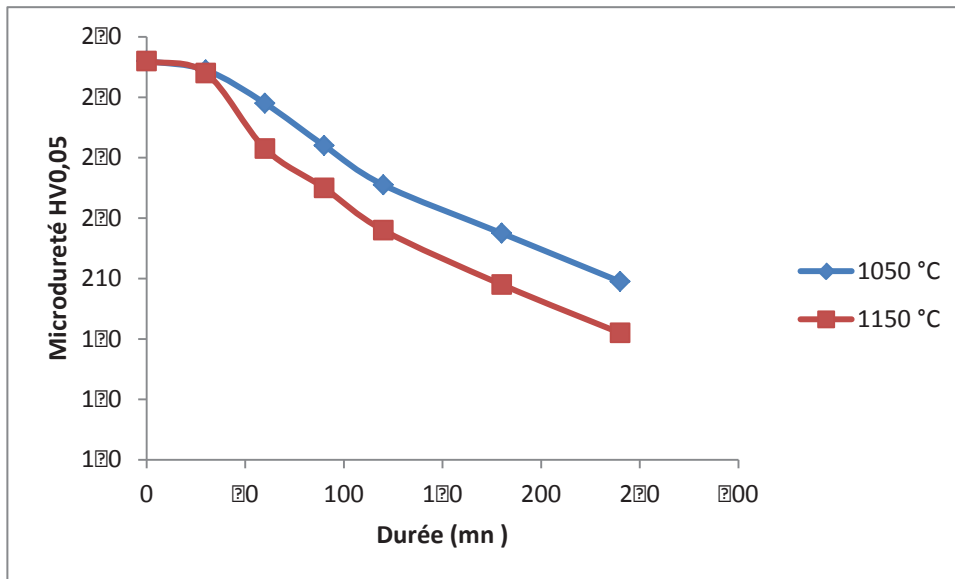


Figure IV.27 : Variation de la microdureté en fonction du temps de maintien

Interprétation :

D'après l'allure des courbes ci-dessus on remarque une diminution de la microdureté ce qui est dû au grossissement de grains.

La cause de l'abaissement de la microdureté est l'augmentation de la taille des grains car on a une diminution de la densité des joints de grains donc diminution des défauts dans la matrice par conséquent diminution de la dureté.

Les micrographies obtenues auparavant confirment ces résultats.

#### IV.6.2. Dureté :

Les résultats de la variation de la dureté en fonction des conditions de traitement thermique dans la zone fondue sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau IV.7 : Variation de la dureté en fonction des conditions de traitement thermique

Durée (mn)	0	30	60	90	120	180	240
1050 °C	177	179	182	185	191	196	203
1150 °C	177	183	186	194	199	205	211

Les courbes suivantes sont réalisées à partir des résultats du tableau précédent :

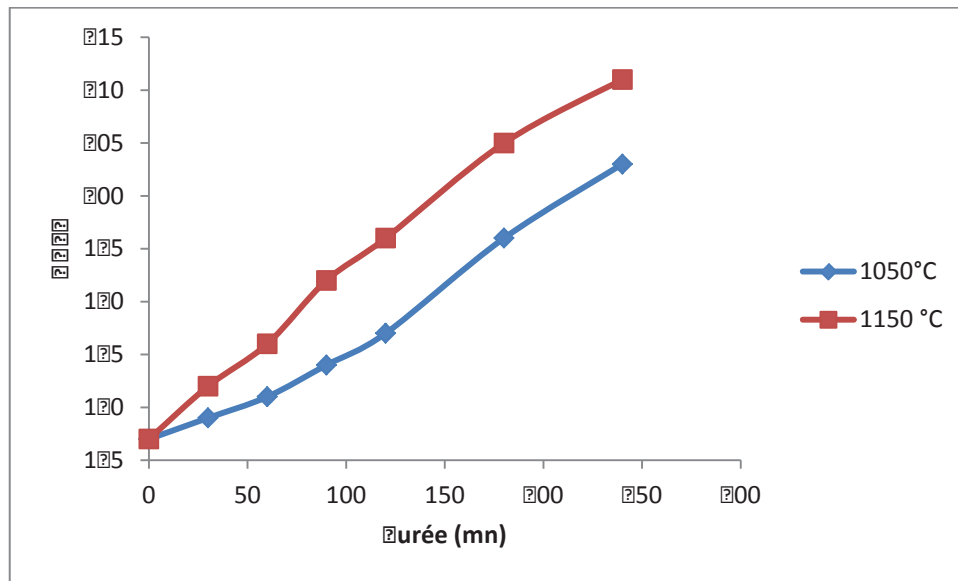


Figure IV.28 : Variation de la dureté de la zone fondue au cours du traitement thermique

Interprétation :

La dureté dans la ZF augmente tout en augmentant la durée de maintien du traitement d’hypertrempe cela est justifié par l’augmentation de la ferrite delta que nous avons traité au paragraphe II.1.

La dureté à 1150°C est légèrement élevée à celle à 1050°C car le taux de ferrite à 1150°C est élevé à celui à 1050°C.

Tous ces résultats sont conformes aux résultats du paragraphe II.1.

### IV.6.3.Résilience

Le tableau ci-dessous représente la variation de la résilience en fonction des conditions de traitement thermique :

Tableau IV.8 : Variation de la résilience en fonction des conditions de traitement thermique

Durée (mn)	0	30	60	120	180	240
1050 °C	17,36	16,82	15,54	13,90	11,80	9,74
1150 °C	17,36	16,55	14,60	12,44	10,35	7,43

A partir des résultats du tableau précédent nous avons pu tracer les courbes suivantes :

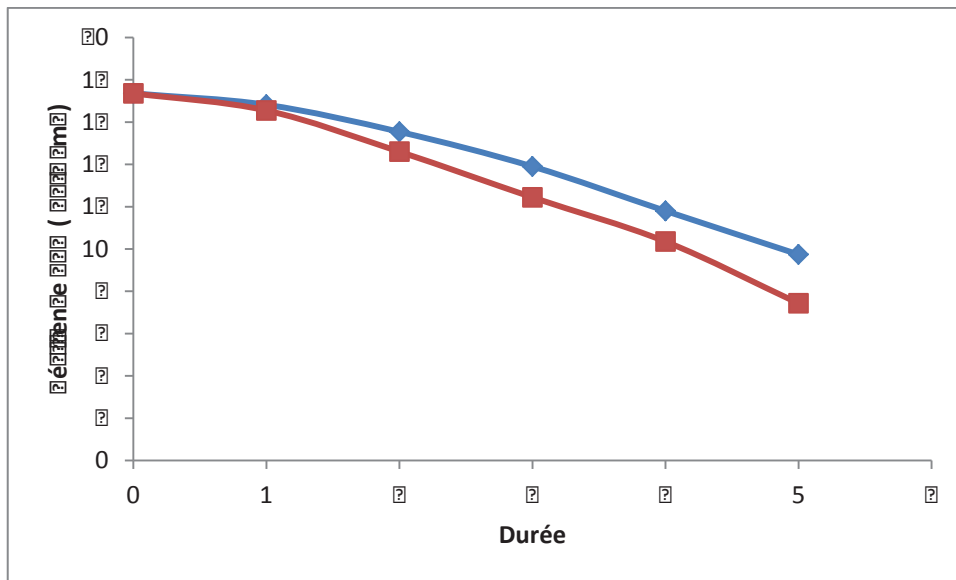


Figure IV.29 :Variation de la résilience en fonction des conditions de traitement thermique

La résilience étant une propriété mécanique de l'acier inoxydable austénitique, diminue tout comme les autres propriétés mécaniques ceci et dû à l'augmentation du taux de ferrite.

#### IV.7.1. Microdureté en fonction du pourcentage de la ferrite delta :

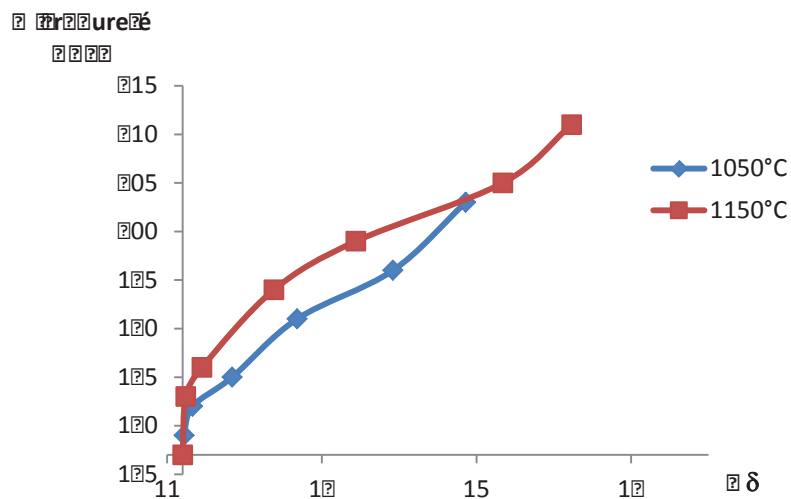


Figure IV.30: Microdureté en fonction du pourcentage de la ferrite delta

IV.7.2. L'énergie de résilience en fonction du pourcentage de la ferrite delta:

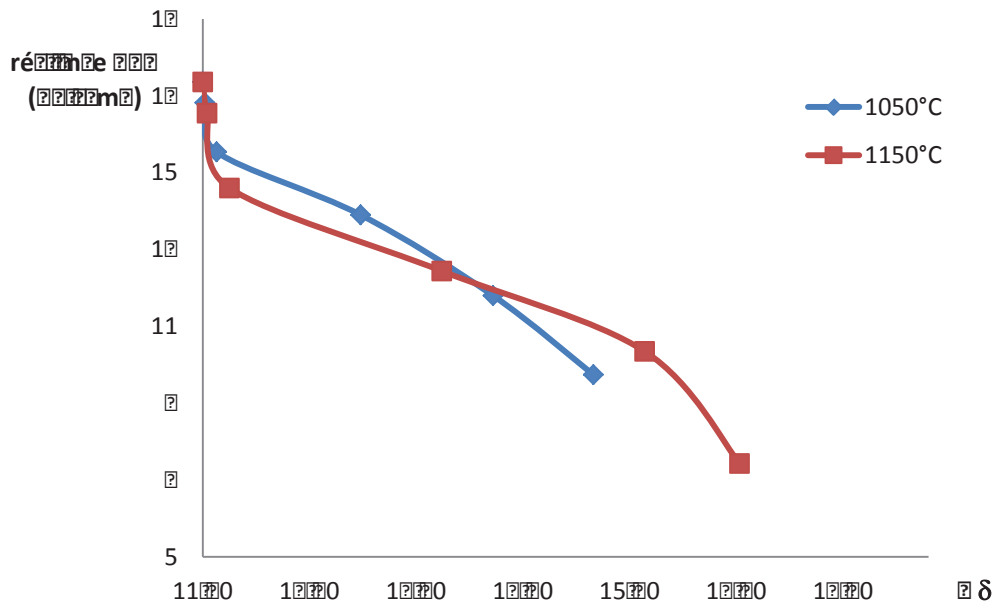


Figure IV.31 : Résilience en fonction du pourcentage de la ferrite delta

**Conclusion :**

La présente étude nous a permis de déduire les conclusions suivantes :

1. Le temps de maintien et la température d'hypertrempe influe sur la structure de l'acier inoxydable austénitique de la manière suivante :

Plus on augmente le temps et la température du traitement plus le taux de ferrite augmente et il y a grossissement de grains ; la microdureté dans la ZF augmente et diminue dans le MB, la résilience diminue.

2. Le nombre de passe a une influence directe sur le taux de ferrite existant dans l'acier étudié, une deuxième passe va diminuer le taux de ferrite.



*CONCLUSION*  
*GENERALE*

?

Dans ce travail nous avons traité l'influence:

- De la température d'hypertrempe sur le taux de la phase ferritique delta ;
- De la durée de maintien sur le taux de ferrite  $\delta$  ;
- Des nombres de passes sur le taux de ferrite delta ;
- La durée de maintien sur les propriétés mécaniques :microdureté, résilience.

Pour cela, nous avons utilisé des techniques de caractérisation à savoir le microscope optique, les essais mécaniques ( microdureté, résilience) et les techniques d'analyse d'image.

Cette étude nous a permis de déduire que le taux de ferrite augmente :

- Avec la température du traitement d'hypertrempe ;
- Avec le temps de maintien ;
- En diminuant le nombre de passe.

Les propriétés mécaniques varient en fonction du temps et de la température de maintien comme suit :

- Dans le métal de base la dureté de l'austénite diminue en augmentant le temps et la température de maintien ;
- Dans la zone fondue : La microdureté augmente ;  
La résilience diminue ;

Au terme de ce travail des perspectives restent ouvertes, nous proposons :

- Une analyse microscopique électronique et diffractométrique ;
- Des durées de maintiens plus longues ;
- D'exécuter plusieurs nombres de passes.

*Références  
bibliographiques*

## Bibliographie

- [1] P.J.CUNAT, Aciers inoxydables : Critères de choix et structure, Techniques de l'ingénieur, M4540, 2000.
- [2] H. DE LEIRIS, Métaux et alliages, Ed. Masson & Cie. 1971.
- [3] J. VARIOT, Les aciers inoxydables austénitiques et la fabrication d'appareils en aciers austénitiques, METAUX Corrosion-Industrie, 20 Novembre 1984.
- [4] V. MAILLOT. Amorçage et propagation de réseaux de fissures de fatigue thermique dans un acier inoxydable austénitique de type X2 CrNi18-09 (AISI 304L). CEA SACLAY, Janvier 2004.
- [5] P. LACOMBE, G. BERANGER. « Conséquences sur les traitements thermiques », dans les aciers inoxydables, Editions de physique, les Ulis, 1990.
- [6] C. W. KOVACH, « High Performance Stainless Steels ». Technical Marketing Resources, Inc, Pittsburgh, PA, USA, consultant au Nickel Development Institute, 2004.
- [7] : G. DAVID. « Les aciers inoxydables » : propriétés, mise en oeuvre, emploi et norme, techniques et documentation. Paris. 1990.
- [8] R. G. NOUNING, Jr. Effect of Stabilizing Elements on The Precipitation Behaviour and Phase Stability of Type 409 Ferritic Stainless Steels. Master of Science. University of Pittsburgh. 1999.
- [9] A. RABEY. Les aciers spéciaux. SEMAS Paris-ed, 1978.
- [10] M. COLOMBIE et coll. « Matériaux métalliques ». DUNOD. Paris 2000.
- [11] P. LEFEVRE, M. POUPARD, L. PRIMOT, Y. VEDEVILLE et A. VIEU. « Choix et mise en oeuvre des aciers inoxydables dans les industries agroalimentaires et connexes ». 2ième édition. CETIM. Paris. 1996.
- [12] B. BARROUX. « Les aciers inoxydables ferritiques à 17% Cr », dans les aciers inoxydables, P. LACOMBE, B. BARROUX, G. BERANGER, Editions de physique, Les Ulis, 1990.

- [13] : H. UHLIG, Corrosion et Protection. Edition Dunod, Paris, 1970.
- [14] : O. BLETTON. « Les aciers inoxydables martensitiques », dans les aciers inoxydables, P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERRANGER, Editions de physique, Les Ulis, 1990.
- [15] : A. DESESTRET, J. CHARLES. « Les aciers inoxydables austéno-ferritiques », dans les aciers inoxydables, P. LACOMBE, B. BAROUX, G. BERRANGER, Editions de physique, Les Ulis, 1990.
- [16] : BERTRAND CHASSIGNOLE, Thèse de doctorat, « Influence de la structure métallurgique des soudures en aciers inoxydables austénitiques sur le contrôle non destructif par ultrason ». Insa- Lyon. 2000.
- [17] : L.Colombie,J.Hochmann : Aciers inoxydables-Aciers réfractaires.
- [18] : C. Ferdinand. Mise en œuvre et caractérisation d'assemblages soudés par procédé TIG et Laser de tôles d'alliages de titane réfractaire. Thèse de doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, 2005.
- [19] : Welding handbook. Seventh edition.American Welding Society. 1981.
- [20] : S. BELAKOWSKY. « Soudage et collage ». DUNOD. Paris. 1990.
- [21] : W. KURZ, D.J. FISHER. «Fundamentals of solidification».Third edition. USA. 1989.
- [22] : W. Zhang. Probing Heat transfer, fluid flow and microstructural evolution during fusion welding of alloys. PhDthesis, The Pennsylvania State University, August 2004.
- [23] : P.J.CUNAT. « Soudabilité et métallurgie des soudures » dans les aciers inoxydables, O. BLETTON, R.DUET, B. HERITIER, Editions de physique, Les Ulis, 1990.
- [24] : Techniques de l'ingénieur, Traité matériaux métalliques, B 7730.
- [25] : P. J. Singh, D. R. G. Achar, B. Guha, H. Nordberg. Influence of weld geometry and process on fatigue crack growth characteristics of AISI 304L cruciform joints

containing lack of penetration defects. *Science and Technology of Welding and Joining* 2002 Vol. 7 No. 5

[26] : Christian Bonnet. *Le Soudage Métallurgie et Produits*. Air Liquide /CTAS 2001.

[27] : *Techniques de l'ingénieur, Traité matériaux métalliques*, B 7700.

[28] : *Techniques de l'ingénieur, Traité matériaux métalliques*, M 1105.

[29] : BROOKS, J.A., et MAHIN, K.W. Solidification and structure of welds. *Materials Processing, Theory and Practices*. 1990, Vol. 8, p. 35-78

[30] : GRANJON, H. *Bases métallurgiques du soudage*. 2ème édition. Paris : Publication du Soudage et de ses Applications, 1995. 251 p

[31] : TOMLINSON, J.R., WAGG, A.R., et WHITTLE M.J. Ultrasonic inspection of austenitic welds. *British Journal of NDT*. 1980, Vol. 22, p. 119-127.

[32] : BAIKIE, B.L., WAGG A.R., WHITTLE M.J., et al. Ultrasonic inspection of austenitic welds. *Journal of British Nuclear Energy Society*. 1976, Vol. 15, n° 3, p257-26.

[33]: BROOKS, J.A et THOMPSON, A.W. Microstructural. Development and solidification cracking, susceptibility of austenitic stainless steel welds. *International materials Reviews*, 1991. Vol 36 n°1, p 16-44.

[34]: *Techniques de l'ingénieur*. M4540

[35]: P.J. Cunat. *Aciers inoxydables: Fabrication*, *Techniques de l'ingénieur*, M4543, Décembre 2000.

[36] : L. Depradeux : *Simulation numérique du soudage- acier 316L, Validité sur cas tests de complexité croissante*, Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 01 Mars 2004.

- [37] : F. Delattre : Le soudage des aciers inoxydables, Editions Dunod, Paris, 1965.
- [38] : J. F. Lancaster. Metallurgy of Welding, fourth edition. Allen and Unwin Ltd, 40 Museum Street, London WC1A 1LU, UK, 1987.
- [39]: S. S. M. Tavares, V. F. Terra, J. M. Pardal, M. P. Cindra Fonseca. Influence of the microstructure on the toughness of a duplex stainless steel UNS S31803, Journal of Materials Science, pp 145–154, 2005.