

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique



Ecole Nationale Polytechnique.

Département de la métallurgie

Projet de Fin d'Etude
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en
métallurgie

THEME

Corrosion sous contrainte de l'acier
316L soudé

Proposé et dirigé par :

D^r K. ABADLI

Etudié par :

M^{elle} Hiba FEKIRI

PROMOTION 2012

DEDICACES

A mes chers parents

A ma tante MALIKA

A mon frère NADJIB

A toute ma famille

A mes amis

A tous ceux qui comptent pour moi,

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier vivement M^r K. ABADLI mon promoteur pour son aide précieuse, ses conseils, ses orientations, sa patience et ses sacrifices pour le bon accomplissement de ce travail.

J'exprime toute ma sympathie et ma gratitude a M^r DJEGHLAL qui m'a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire

Je remercie également tous les membres de jury M^r MESRATI et M^r LARIBI d'avoir accepté les examinateurs de ce mémoire.

Je remercie mes enseignants qui m'ont donné cette formation de métallurgiste durant les trois années passées ensemble.

Je ne peux oublier de remercier tous les gens qui m'ont aidé à la réalisation de ce projet.

SOMMAIRE

<u>INTRODUCTION GENERALE</u>	1
<u>CHAPITRE I : LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES</u>	2
I.1. Les aciers inoxydables.....	3
I.1.1.CONSTITUTION DES ACIERS INOXYDABLES.....	3
I.1.1.1. Système fer-chrome.....	3
I.1.1.2. System fer-chrome-nickel.....	4
I.1.1.3 Eléments d'additions.....	5
I.1.1.4. Effets conjugués des éléments.....	5
I.1.1.5. Désignations des aciers inoxydables.....	6
I.2. Les aciers inoxydable austénitiques.....	6
I.2.1.Les nuances des aciers inoxydables austénitiques.....	7
I.2.2. Transformation de Phases dans les aciers austénitiques.....	8
I.2.3.Traitement thermique des aciers austénitiques.....	10
I.2.4. Propriétés physiques des aciers inoxydables austénitiques.....	11
I.2.5. Propriétés mécanique des aciers austénitiques.....	11
I.2.6. Formage des aciers inoxydables austénitiques.....	12
I.2.7. Soudage des aciers inox austénitiques.....	14
I.2.7.1 Cycles thermiques de soudage.....	14
I.2.7.2 Conséquences métallurgiques des cycles thermiques de soudage.....	15
I.2.7.3. Défauts de soudage des aciers inoxydables austénitiques.....	16
I.2.7.4 Contrôle des soudures.....	17
<u>Chapitre II : CORROSION SOUS CONTRAINTES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES</u>	19
Introduction.....	20
II.1. Phénomène de passivité des aciers inoxydables.....	20
II.2. Définition de la corrosion sous contrainte.....	22
II.3.Paramètres influençant la corrosion sous contrainte.....	23
II.3.1.contrainte de traction.....	23
II.3.2. microstructure et composition chimique.....	24
II.3.4. Influence de l'environnement.....	25
II.4. Mécanisme de corrosion sous contrainte.....	26
II.4.1. Amorçage de la fissuration.....	27
II.4.2. Etape de propagation.....	28
II.5. Influence métallurgique sur la corrosion sous contrainte.....	29
II.5.1. Sensibilisation par traitement thermique.....	29
II.5.2. Déformation à froid.....	31
II.5.3. Soudage.....	31
II.6.Les méthodes d'étude de la corrosion sous contrainte.....	32
II.6.1.Les essais à déformation imposée.....	32
II.6.2. Les essais à vitesse de déformation imposée.....	33
II.6.3. Les essais à charge imposée.....	33
II.7. méthodes de préventions.....	33

Chapitre III : PROCEDURE EXPERIMENTALE.....34

Introduction.....35
III.1. Matériau étudié.....35
III.2. Traitement thermique.....35
III.3. Décapage.....36
III.4. Le laminage.....36
III.5. Le soudage.....37
III.6. Chocs thermiques.....38
III.7. Essais de corrosion sous contrainte.....38
 III.7.1 Solution d'étude.....38
 III.7.2. Réalisation de l'essai de corrosion.....38
III.8. Techniques de caractérisation.....39
 III.8.1. L'analyse métallographique.....39
 III.8.2. Essai de microdureté.....40

Chapitre IV : RESULTATS ET INTERPRETATION.....41

IV.1. Caractérisation de l'acier 316L.....42
IV.2. Caractérisation de la soudure de l'acier 316L.....42
IV.3. Effets du laminage.....44
 IV.3.1. Sur la structure.....44
 IV.3.2. sur la microdureté.....45

IV.4. Effets des chocs thermiques.....46
 IV.4.1. sur la structure.....46
 IV.4.2. sur la microdureté.....46

IV.5. Fissuration par corrosion sous contrainte.....47
 IV.5. 1. Corrosion sous contraintes résiduelles de laminage.....47
 IV.5.2. Corrosion sous contraintes thermiques59
 IV.5. 3. Corrosion sous contraintes thermiques de soudage50
 IV.5.4. Corrosion des soudures sous contrainte thermique.....52
IV.6. Interprétations.....52
IV.6.1. Influence du laminage.....52
IV.6.2. Influence des contraintes soudage.....52
IV.6.3. Influence des contraintes thermique.....53

Conclusion générale.....54

Références bibliographique

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 - Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome.....	4
Figure I.2 - Coupes du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à pour des teneurs croissantes en nickel.....	4
Figure I.3 - Structure à l'équilibre d'un acier 18 % de Cr à bas carbone.....	4
Figure I.4 - Diagramme de schaffer.....	6
Figure I.5 - Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 316L.....	8
Figure I.6 - Précipité de carbure M ₂₃ C ₆ observé dans un acier Fe-0,4C-25Cr-20Ni.....	9
Figure I.7 - effet de l'azote sur la précipitation et la coalescence de M ₂₃ C ₆	9
Figure I.8 - Courbes d'écroutissage des aciers inoxydables austénitiques.....	11
Figure I.9 - Écroutissabilité des aciers inoxydables austénitiques, ferritiques et martensitiques.....	12
Figure I.10 - Effet de la teneur en nickel sur la courbe de contrainte-tension pour l'acier inoxydable austénitique de Cr de 17%.....	13
Figure I.11 - $\theta = f(x)$, répartition de la température dans une soudure.....	14
Figure I.12 - Définition des différentes zones d'un joint soudé.....	15
Figure II.1 -Courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable en milieu acide Sulfurique.....	20
Figure II.2 : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte.....	22
Figure II.3 -Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC.....	23
Figure II.4 - Influence de la teneur en nickel sur la résistance a corrosion sous contrainte d'alliage a 18 de chrome.....	25
Figure II.5 - Effet de concentration en chlorure sur la susceptibilité de SCC d'un acier austénitique.....	25
Figure II.6 : fissuration due à la corrosion sous tension de chlorure d'un pipe de type 316.....	25
Figure II.7 - Failure of AISI type 304 product gas line due to polythionic acid stress-corrosion cracking.....	26
Figure II.8 - Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte.....	27
Figure II.9 - Hydrolyse du Cr dissous et réduction des ions H ⁺	28
Figure II.10 - Phase de propagation intergranulaire et transgranulaire de l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20%.....	29
Figure II.11 - Diagramme TTS schématique d'un acier inoxydable austénitique type AISI 304.....	30
Figure II.12 - Effet de travail à froid sur la temps-à-rupture pour l'acier inoxydable 304.....	31
Figure II.13 : Effet de travail à froid sur la temps-à-rupture pour l'acier inoxydable 316.....	31
Figure II.14 - Exemples d'éprouvettes à déformation imposée pour essais de CSC.....	32
Figure III.1 : la déformation plastique dans un laminier.....	36
Figure III.2 - Principe du soudage par le procédé T.I.G.....	37
Figure III.3 - serie d'échantillon pour le choc thermique.....	38
Figure III.4 - les échantillons sortis du four.....	39

Figure IV.1- Microstructure de l'acier 316L après traitement d'hypertrempe.....	42
Figure IV.2 - structure de la zone fondue.....	43
Figure IV.3 - microstructure de la zone affectée thermiquement.....	43
Figure IV.4 - microstructure après laminage pour un taux de déformation de 29.7%.....	44
Figure IV.5 - microstructure après laminage avec un taux de déformation de 38%.....	44
Figure IV.6 - Effet du laminage sur la taille du grain austénitique de l'acier 316L.....	45
Figure IV.7 - effet du taux de déformation sur la microdureté.....	45
Figure IV.8 - Effets du nombre de choc thermique sur la dureté de l'austénite de l'acier 316L.....	46
Figure IV.9- fissuration pour 38% de déformation.....	47
Figure IV.10 -propagation de la fissure	47
Figure IV.11 – taille de la fissuration pour 38%.....	48
Figure IV.12 – fissuration pour 29.7% de déformation.....	48
Figure IV.13 – fissuration pour 20% de déformation.....	49
Figure IV.14 - Structure de l'acier de 20 chocs après essai de corrosion sous contrainte.....	49
Figure IV.15 - Structure de l'acier de 30 chocs après essai de corrosion sous contrainte.....	50
Figure IV. 16 - fissuration dans la zone de liaison.....	50
Figure IV.17 - fissuration dans la zone fondue à la surface de la soudure.....	51
Figure IV.18- fissuration dans la zone fondue dans le milieu de la zone.....	51

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 - Classification des aciers inoxydables austénitiques.....	7
Tableau I.2 -Principales phases intermétalliques présentes dans les aciers inoxy austénitiques de la famille d'acier AISI 316.....	10
Tableau I.3 - principales propriétés physique des aciers inoxydables austénitiques.....	11
Tableau I.4 - Méthodes de control des soudures des aciers inoxydables austénitiques.....	18
Tableau III.1 - composition chimique du 316L.....	35
Tableau III.2 - Caractéristiques mécaniques de l'acier 316L.....	35
Tableau III.3 - Epaisseurs finales des éprouvettes après chaque taux de laminage.....	37
Tableau III.4 - Paramètres de soudage de l'acier 316L.....	37
Tableau III.5 - nombre de choc thermique à 700°C.....	38
Tableau IV.1 - Paramètres électrochimiques de l'acier 316L laminé.....	49
Tableau IV.2 - Paramètres électrochimiques de l'acier 316L après chocs thermiques.....	51

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تسليط الضوء على ظاهرة تآكل الإجهاد من الفولاذ المقاوم للصدأ الأوستنيتي (L316 AISI) الملحومة، تخضع لضغوط المتبقية من طبيعة مختلفة والتي يتم تقديمها من قبل لحام، المتداول أو الصدمة الحرارية تم الحصول عليها سمح لنا نتائج لفهم آلية تآكل الإجهاد، والعوامل اللازمة لهذا النوع من التآكل الذي هي: إجهاد الشد وقيمة حرجة من هذه الأخيرة للبدء في الشقوق.

كلمات البحث: الأوستنيتي الفولاذ المقاوم للصدأ L316، تآكل الإجهاد، وتؤكد المتبقية، وتكسير.

Résumé

L'objectif de ce travail est de mettre en évidence le phénomène de la corrosion sous contrainte de l'acier inoxydable austénitique (AISI 316L) soudé, soumis à des contraintes résiduelles de nature différentes qui sont introduites par laminage, choc thermique ou bien soudage

Les résultats obtenus ont permis de comprendre le mécanisme de corrosion sous contrainte et les facteurs nécessaires pour avoir ce type de corrosion qui sont : une contrainte de traction et une valeur critique de cette dernière pour l'initiation des fissures.

Mots clefs: Acier inoxydable austénitique 316L, corrosion sous contrainte, contraintes résiduelles, fissuration.

Abstract

The objective of this work is to highlight the phenomenon of stress corrosion of stainless steel austenitic (AISI 316L) welded, subjected to residual stresses of nature different which are introduced by rolling, thermal shock or welding

The results obtained made it possible to include/understand the mechanism of stress corrosion and the factors necessary to have this type of corrosion which are: a tensile stress and a value criticize the latter for the initiation of the cracks.

Key words: Austenitic stainless steel 316L, stress corrosion, residual stresses, cracking.

Introduction générale

La famille des aciers inoxydables dispose d'atouts considérables par rapport aux aciers classiques, pour cette raison, ils ont été développés pour un large domaine d'industrie (industrie, nucléaire, Pétrolière, mécanique, hydraulique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine et chirurgie).

L'intérêt des aciers inoxydables austénitiques réside dans une bonne résistance à la corrosion et d'excellentes propriétés mécaniques : ils ont une forte capacité d'érouissage et sont ductiles. Par ailleurs, ils sont soudables par tous les procédés conventionnels. Ils constituent donc des matériaux de structure particulièrement intéressants et sont très largement employés dans l'industrie chimique et l'industrie de l'énergie.

Cependant les aciers inoxydables austénitiques sont sujets à des corrosions localisées dont la corrosion sous contraintes. Ce type de corrosion peut affecter toutes les structures soumises à des contraintes telles que les ponts, les réservoirs à pression ou bien les pipelines. Ceci peut être particulièrement dangereux surtout quand sa concerne des structures impliquant des pertes humaines ou des dommages corporels d'où la raison de notre intérêt pour l'étude de ce type de corrosion.

L'objectif de la présente étude est de mettre en évidence le phénomène de la corrosion sous contrainte de l'acier AISI 316L soumis à des contraintes résiduelles de nature différentes introduites par laminage, choc thermique ou bien soudage.

Ce travail présente deux grandes parties :

La première partie consiste en une étude bibliographique. Elle-même divisée en deux chapitres :

1. Un rappel sur les aciers austénitiques et leurs principales propriétés, les mécanismes et les effets microstructuraux du laminage à froid et du soudage de ces aciers sont présentés.
2. Une étude du phénomène de la corrosion sous contrainte.

La deuxième partie concerne l'approche expérimentale de notre travail. Elle comporte aussi deux chapitres :

1. «procédures expérimentales » : dans ce chapitre, nous présenterons une description des modes opératoires de toutes les techniques expérimentales utilisées.
2. « résultats et interprétations » : nous regrouperons tous les résultats obtenus ainsi que les interprétations.

CHAPITRE I : LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

I.1. Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques Fe-Cr et Fe-Cr-Ni avec un taux de carbone inférieur à 1%. Le chrome présent avec une teneur supérieure à 11 % assure à l'acier une excellente résistance à l'oxydation (caractère d'inoxidabilité) et une bonne tenue à la corrosion dans certains milieux. En effet, le chrome au-delà de cette concentration, forme spontanément à la surface une couche continue et protectrice de chromite Cr_2O_3 , cette couche protectrice superficielle auto-reconstituante qui a la propriété de l'isoler du milieu ambiant lui confère sa résistance à la corrosion.

D'autres éléments sont ajoutés pour fixer la structure (le nickel pour obtenir la structure austénitique) ou pour améliorer les propriétés mécaniques, la soudabilité et la résistance à la corrosion (molybdène, niobium, titane, vanadium). En fonction de leur composition chimique, les aciers inoxydables sont classés en quatre groupes fondamentaux [1, 2,3] :

- Aciers ferritiques.
- Aciers austénitiques.
- Aciers martensitiques.
- Aciers austéno-ferritiques (duplex).

I.1.1. Constitution des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont essentiellement des alliages Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni à teneur de carbone variant de 0.02% à 1%. Un certain nombre d'autres éléments tel que Mo, Cu, Si, Ti, Nb sont ajoutés pour améliorer la tenue à la corrosion ou les propriétés mécaniques. L'essentiel des propriétés des aciers inoxydables est lié à la connaissance des diagrammes de phases des alliages Fe-Cr et Fe-Cr-Ni [4].

I.1.1.1. Système fer-chrome

Le chrome qui est essentiel pour la passivité de cette famille d'acier, est un élément alphasène, il favorise l'extension du domaine ferritique comme la montre la figure (I.1), c'est au-delà de 11 à 13% de Cr que le métal est entièrement ferritique. Pour des teneurs suffisantes en Cr il y a possibilité d'apparition d'une phase intermétallique (phase sigma) qui, pour des refroidissements lents, précipite dans la matrice ferritique entraînant une fragilisation importante de l'alliage [5].

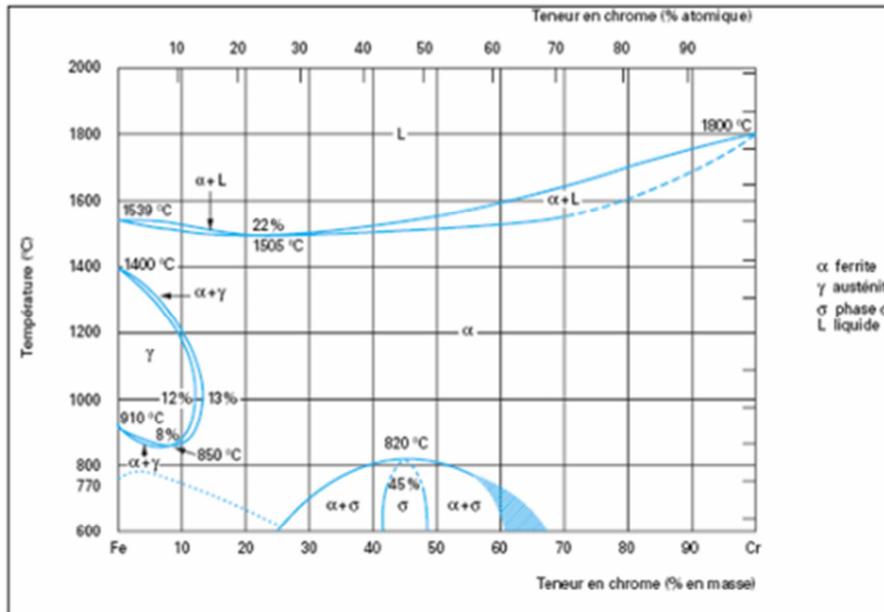


Figure I.1 - Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome [6].

I.1.1.2. System fer-chrome-nickel

Le nickel est un élément gammagène, il favorise l'extension du domaine austénitique conduisant à l'existence de l'austénite jusqu'aux températures inférieures à 20°C, d'où sa forte teneur dans les aciers inoxydables austénitiques. La constitution d'équilibre des alliages Fe-Cr-Ni dépend des teneurs relatives en Ni (γ -gène) et en Cr (α -gène). La figure I.2 ci-dessous montre l'influence du nickel sur la boucle austénitique du diagramme Fe-Cr [4,7].

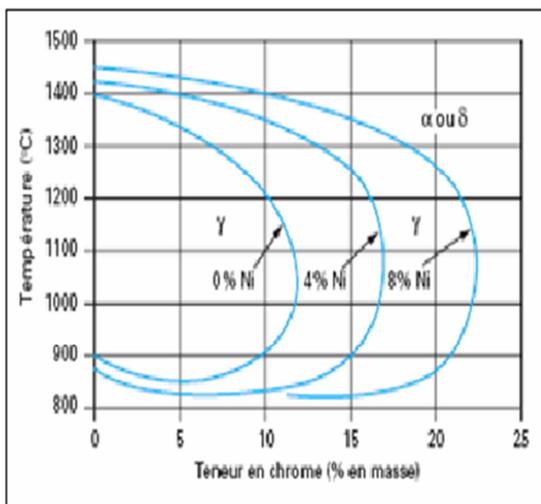


Figure I.2 - Coupes du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en nickel [6].

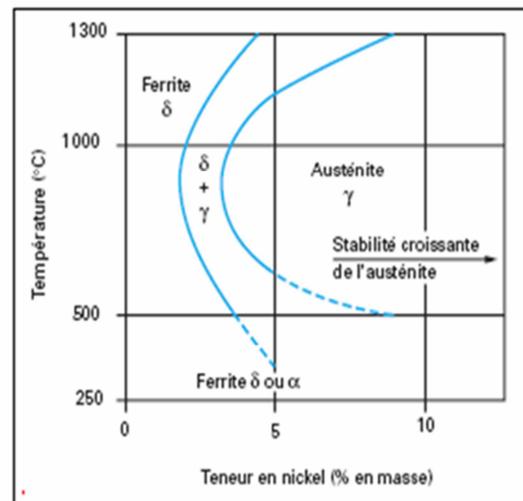


Figure I.3- Structure à l'équilibre d'un acier à 18 % de Cr et à bas carbone [6].

Pour un alliage contenant 18% de chrome (le plus représentatif des nuances austénitiques), on montre dans figure I.3, que si la teneur en nickel reste inférieure à environ 2%, la structure demeure ferritique dans tout l'intervalle de température. Au-delà d'une teneur en nickel de 2%, on observe l'apparition d'une structure biphasée (α) + (γ) dite austéno-

ferritique. Au-delà d'environ 4 % de nickel, le domaine d'existence de l'austénite (γ) s'élargit depuis la température de fusion jusqu'à environ 500°C pour des teneurs en nickel de l'ordre de 8 à 10 %. Au-delà de cette teneur, la structure de l'acier est complètement austénitique [6].

I.1.1.3 Eléments d'additions

- **Le molybdène**

Elément fortement carburigène, le molybdène forme des carbures très fins et dispersés permet d'améliorer la résistance à la corrosion intergranulaire (qui affaiblit les aciers austénitiques sans molybdène type 304). Le molybdène améliore la tenue dans les milieux acides réducteurs ou neutres en renforçant la stabilité de couche passive et en favorisant la repassivation.

- **Le cuivre**

Améliore la résistance à la corrosion en milieu acide grâce à la formation à la surface de la couche passive, d'un film métallique obtenu à partir des cations Cu^+ et Cu^{2+} passés en solution.

- **Le silicium**

Peut avoir un effet favorable dans certains milieux acides et fortement oxydants comme l'acide nitrique concentré et l'acide sulfurique concentré chaud.

- **Le Titane et le Niobium**

Ces deux éléments très carburigènes, sont ajoutés pour stabiliser les aciers inoxydables. Les carbures sont très stables, très fins, dispersés et empêchent la corrosion intergranulaire.

I.1.1.4. Effets conjugués des éléments

Afin de décrire largement l'effet de la composition sur la microstructure des aciers inoxydables, un concept du chrome équivalent Cr_{eq} et nickel équivalent Ni_{eq} a été développé pour normaliser l'effet de ces additions d'alliage sur l'évolution microstructurale relativement au chrome et au nickel. La structure obtenue après solidification jusqu'à l'ambiante et le mode de solidification peuvent être prédits à l'aide d'un diagramme de constitution tel que le diagramme de SCHAEFFLER [5,8].

$$\text{Cr}_{\text{eq}} = \text{Cr} + 10.\text{Ti} + 1,5.\text{Si} + \text{Mo} + \text{Nb}$$

$$\text{Ni}_{\text{eq}} = \text{Ni} + 30.\text{C} + 30.\text{N} + 0,5.\text{Mn}$$

A partir d'une composition chimique en éléments (C, Mn, Si, Cr, Ni, Mo, Ti, Nb), le diagramme permet de préciser la structure micrographique de l'acier (figure I.4).

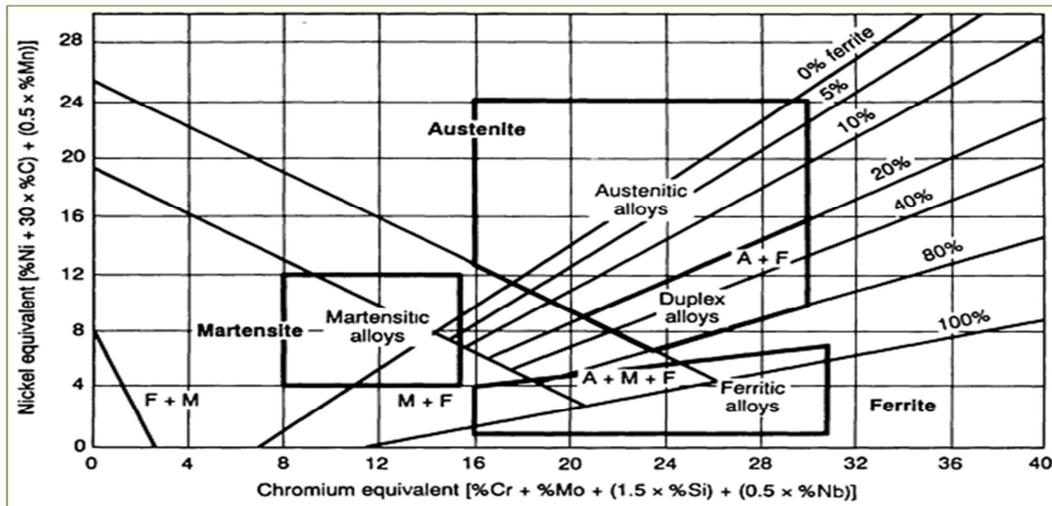


Figure I.4 - diagramme de schaeffer [5]

I.1.1.5. Désignations des aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont définis comme des aciers titrant moins de 1,2% de carbone et contenant éventuellement d'autres éléments d'alliage. Il s'agit donc d'aciers spéciaux très alliés. Selon la norme européenne EN 10088, leur dénomination commence par la lettre X suivie de la teneur en carbone multipliée par 100 des principaux éléments d'alliage et de leur concentration en pour-cent (par exemple X6CrNi18-10).

La désignation américaine AISI (American Iron and Steel Institute) est moins intuitive car il n'existe aucun rapport direct entre la désignation des différentes nuances et leur composition chimique. Il y a deux grandes familles pour désigner les aciers inoxydables austénitiques, les séries AISI 300 dont les nuances sont dérivées de la composition initiale type 18Cr-8Ni et les séries AISI 200 qui correspondent principalement aux aciers à l'azote. Les nuances ferritiques et martensitiques appartiennent à la série AISI 400 : série des alliages de type Fe-Cr. Dans la pratique, il est plus commode de désigner les aciers inoxydables selon leur numéro AISI [1].

I.2. Les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques conservent à température ordinaire la structure austénitique cubique à faces centrées généralement à grains fins, obtenues par hypertrempe depuis une température d'austénitisation de l'ordre de 1000-1150°C. En dehors du chrome qui permet d'assurer l'inoxidabilité, le nickel constitue le plus important des éléments d'alliage en raison de son caractère γ -gène [1].

Puisqu'ils ne présentent pas de points de transformation, les aciers inoxydables austénitiques ne peuvent subir aucun durcissement par traitement thermique, on peut les durcir assez considérablement par écrouissage [3]. Ces aciers sont sensibles au grossissement du grain austénitique lequel cristallisant dans le système cubique à faces centrées, possède

Chapitre I : Les aciers inoxydables austénitiques

d'innombrables possibilités de glissement, et ne se trouve en aucune façon être le siège d'une transition ductile/fragile du type de celle observée dans le cas de la famille ferritique [7,8].

Un acier inoxydable austénitique peut contenir de la ferrite résiduelle héritée des hautes températures. En effet, le domaine austénitique à haute température est proche du domaine biphasé (α) + (γ). Des hétérogénéités locales de composition peuvent entraîner de la ferrite résiduelle après austénitisation-trempe ou lors d'opérations de soudage par exemple [1].

La grande stabilité structurale des aciers inoxydables austénitiques dans un large domaine de température permet de les utiliser à la fois à basse température pour le stockage de gaz liquides et à haute température dans les échangeurs de chaleur [7,9].

I.2.1. Les nuances des aciers inoxydables austénitiques

Une vaste gamme de propriétés spécifiques peut être obtenue par une faible variation de composition chimique. L'augmentation de la teneur en Cr par exemple, conduit à améliorer la résistance à l'oxydation et l'augmentation de la concentration d'azote renforce le durcissement de la matrice austénitique [1]. Le tableau I.1 donne la composition chimique de quelques aciers inoxydables austénitiques.

Tableau I.1 - Classification des aciers inoxydables austénitiques [1].

	C	N	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	Ti	Nb	S	P
	max	max	min-max	min-max	min-max	max	max	max	min-max	min-max	max	max
304	0.080		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
304 L	0.030		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
304 L(N)	0.035	0.080	18.5-20	9-10		2	1	1			0.030	0.040
316	0.080		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
316L	0.030		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
316L(N)	0.035	0.080	17-18.2	11.5-12.5	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
347	0.080		17-20	9-13		2	1	1		8%C-1.00	0.030	0.040
321	0.100		17-20	9-13		2	1	1	5%C-0.75		0.030	0.040

I.2.2. Transformation de Phases dans les aciers austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques sont fortement chargés en éléments d'addition, ce qui en fait des matériaux onéreux. Ces fortes teneurs en éléments d'addition permettent une grande stabilité structurale par rapport à la transformation martensitique, mais en contrepartie, de nombreux composés peuvent précipiter lors de l'utilisation à chaud de ces matériaux. Comme la solubilité du carbone dans l'austénite diminue pendant le refroidissement et en présence d'une forte teneur en chrome, la précipitation inévitable de carbures intervient dans la plupart des aciers inoxydables austénitiques, suivie par les phases intermétalliques [1].

- **Les carbures**

Après austénisation à environ 1100°C, le carbone est maintenu en solution seulement par le refroidissement rapide (trempe). Si l'alliage est maintenu dans une température comprise entre 450 et 850°C pendant le service ou lentement refroidi après une opération de soudage, il y aura une précipitation excessive de carbone aux joints de grain sous la forme des carbures [10].

Les carbures mixtes de chrome de type $M_{23}C_6$ sont les principaux carbures à se former dans les aciers inoxydables austénitiques et même les seuls dans les aciers de type 304 [11], comme l'indique le diagramme T.T.P (figure I.5).

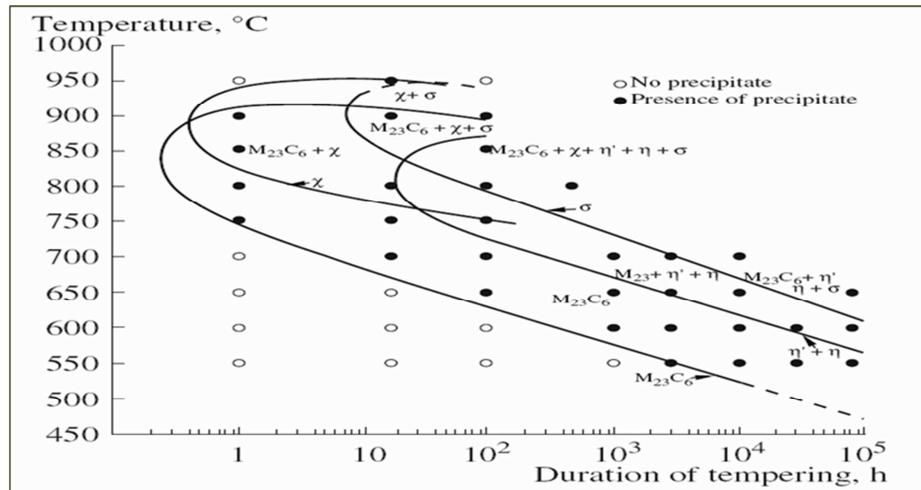


Figure I.5 - Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 316L [12].

De formule chimique $Cr_{23}C_6$, ces carbures ont un réseau cristallin cubique à faces centrées où le fer, le molybdène ou le nickel peuvent se substituer au chrome. Dans les aciers AISI 316, la formule la plus probable est $(Cr_{16} Fe_5 Mo_2) C_6$ ($a = 1.063 \text{ \AA}$) [11].

La cinétique de précipitation est régit par la vitesse de diffusion du chrome qui est plus rapide aux joints de grains [11]. De ce fait, Les précipités germent de façon intragranulaire sur des dislocations ou les joints de macles dans la gamme de températures. Des morphologies

très dentées sont observées avec des constructions dendritiques (figure I.6). De telles arborescences plates s'étalent le long de la surface d'un joint de grain.

L'explication avancée est que la création d'un précipité génère un champ de contrainte, qui à son tour favorise la germination des précipités dans la direction principale ou latéralement le long des boucles de dislocations [12].

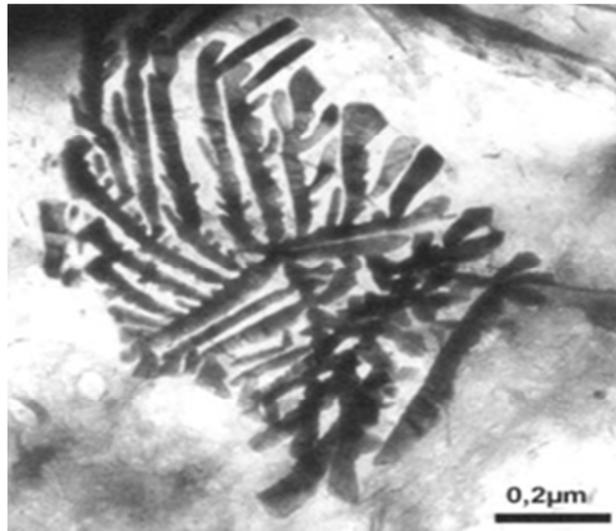


Figure I.6 - Précipité de carbure $M_{23}C_6$ dans un acier Fe-0,4C-25Cr-20Ni [12].

Le molybdène diminue la solubilité du carbone dans l'austénite et accélère la précipitation des carbures. Une augmentation de la teneur en nickel a un effet semblable, alors que l'azote retarde la précipitation et la coalescence du $M_{23}C_6$ (figure I.7) [10].

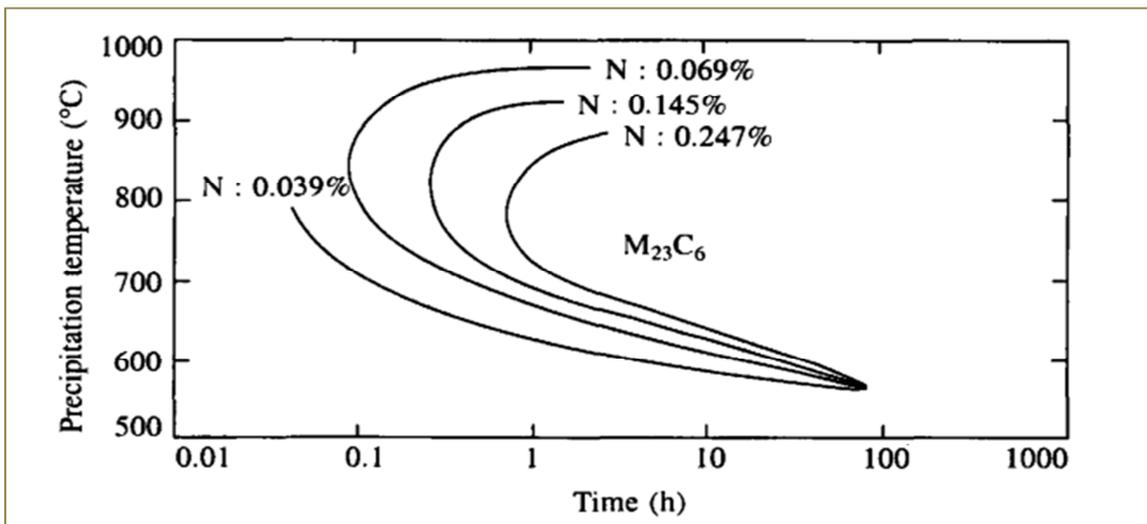


Figure I.7 - effet de l'azote sur la précipitation et la coalescence de $M_{23}C_6$ [10].

• **Les phases intermétalliques**

Les aciers inoxydables austénitiques sont connus pour la précipitation des phases secondaires. Certaines de ces phases se produisent généralement et leur impact sur les propriétés mécaniques et de corrosion sont connus [10].

Le tableau I.2 ci-dessous résume les caractéristiques cristallographiques et la composition chimique des principales phases intermétalliques pouvant être identifiées dans les aciers austénitiques 316. Leur précipitation dans la matrice est associée à des conséquences indésirables comme l'appauvrissement en éléments d'alliages ainsi qu'une diminution de la ductilité, la ténacité et la résistance à la corrosion [11].

Tableau I.2 - Principales phases intermétalliques présentes dans les aciers inoxydables austénitiques de la famille d'acier AISI 316 [11].

Phase, Réseau cristallin	Paramètre de maille (nm)	Fe (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo(%)	Si (%)
Phase σ , tétraogonale	$a = 0,883$ $c = 0,461$	49 – 52	32 – 34	4 – 7	8 – 11	1
	$a = 0,883$ $c = 0,460$	55	29	5	11	–
Laves, héxagonale	$a = 0,475$ $c = 0,779$	37	11	4	42	5 – 6
	$a = 0,473$ $c = 0,772$	38	11	6	45	–
Phase χ , Cubique base centrée	$a = 0,890$	51 – 53	23 – 24	4	18	1
	$a = 0,888$	52	21	5	22	–

I.2.3. Traitement thermique des aciers austénitiques :

Le traitement thermique de référence des aciers de cette famille consiste en une mise en solution des divers précipités à haute température (1050 à 1100°C) suivie d'un refroidissement rapide (hypertrempe à l'eau) qui leur confère une ductilité maximale et une résistance optimale à la corrosion [8]. La température d'hypertrempe est définie à partir des exigences suivantes :

- 1- la température minimale permet une mise en solution suffisamment rapide des précipités et phases intermétalliques, elle dépend essentiellement de la composition (teneur en chrome et surtout en molybdène) et de l'état métallurgique (corroyé, moulé, soudé...) qui détermine l'amplitude des ségrégations de composition.
- 2- la température maximale permet d'éviter un grossissement excessif du grain.

La vitesse de refroidissement doit être assez rapide pour éviter les précipitations de carbures et pour les nuances plus alliées (Cr, Mo, Si...), de phases intermétalliques.

I.2.4. Propriétés physiques des aciers inoxydables austénitiques

Avec une densité variant entre 7.7 et 7.9 selon le type, les aciers austénitiques sont distingués par un plus haut coefficient de dilatation et une conductivité thermique inférieure. Les aciers austénitiques sont caractérisés par l'absence du magnétisme qui est maintenu à de basses températures (tableau I.3).

Tableau I.3 - principales propriétés physique des aciers inoxydables austénitiques [13].

Masse volumique (kg/dm ³)	Module d'Young (N/mm ²)	Coefficient de dilatation linéaire entre 20 et 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Capacité thermique massique (J.kg ⁻¹ . K ⁻¹)	Résistivité électrique à 20 °C (μΩ.m)
7,9	200 000	16,0	500	0,73

I.2.5. Propriétés mécanique des aciers austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques maintiennent une ductilité élevée et une bonne résistance aux chocs à basse température, qui les rend particulièrement utiles pour les applications cryogénique. La résistance à la traction augmente considérablement à de basses températures. À températures élevées, la limite conventionnelle d'élasticité diminue [10].

Leur résistance au fluage est excellente jusqu'à 973 K et peut être encore amélioré par l'alliage avec certains éléments comme l'azote (figure I.8).

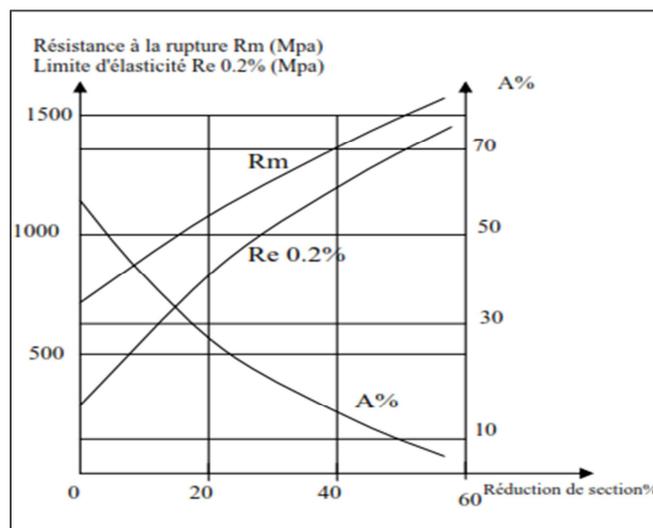


Figure I.8 - Courbes d'érouissage des aciers inoxydables austénitiques [3].

I.2.6. Formage des aciers inoxydables austénitiques :

La formabilité est l'aptitude d'un matériau à être mis en forme, sa capacité à subir une déformation importante sans déchirure lors de laminage ou d'emboutissage profond. La ductilité propre du matériau est l'exigence essentielle. La formabilité du matériau est d'autant plus élevée que sa capacité d'érouissage est élevée. C'est cette dernière qualité qui est mise à profit dans le cas de ces aciers [12].

Les aciers inoxydables austénitiques se prêtent remarquablement à l'étirage profond et au laminage à froid. La limite conventionnelle d'élasticité est nettement améliorée par l'érouissage et peut atteindre des valeurs dépassant 1500, voire 2000 MPa pour des taux de déformation de l'ordre de 50 % produit sous l'action d'une contrainte vraie de 0.30. D'autre part, ces aciers se distinguent par leur ténacité par rapport aux aciers ferritiques et martensitiques (figure I.9).

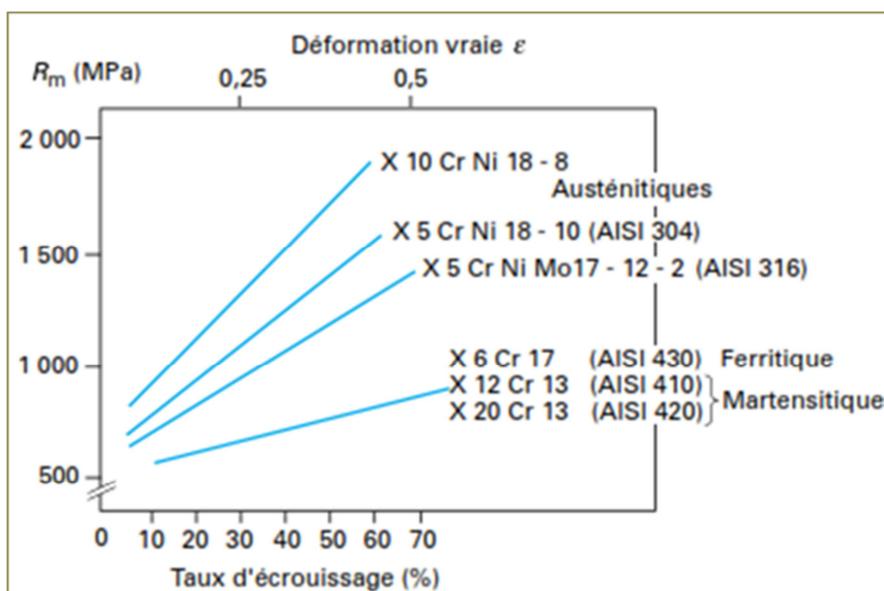


Figure I.9 - Érouissabilité des aciers inoxydables austénitiques, ferritiques et martensitiques [14].

La déformation plastique augmente considérablement la densité de défauts à l'intérieur de la structure cristalline. Elle engendre, en particulier, la création et la propagation de dislocations, à chaque dislocation est associé un champ de contraintes à longue distance qui rend le glissement des dislocations de plus en plus difficile au fur et à mesure que la déformation progresse et que leur nombre augmente [11] en raison de leur interaction les uns avec les autres ou avec d'autres défauts cristallins [10]. Cependant, le durcissement s'accompagne d'une perte de ductilité, d'une diminution de l'aptitude à l'allongement. Dans la plupart des cas, il faut choisir un compromis entre le durcissement et une perte de ductilité modérée [12].

La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écroutissage consomme de l'énergie élastique qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui et que l'on retrouve dans les champs de contraintes résiduelles et dans les contraintes propres des dislocations. L'écroutissage peut donc agir indirectement sur les phénomènes de corrosion par l'intermédiaire de contraintes internes (corrosion sous contrainte) [3].

Certains éléments d'additions influent sur le taux d'écroutissage des aciers austénitiques, les aciers avec des teneurs faibles en nickel sont moins stables que les aciers avec des teneurs plus élevées, ce qui va entraîner une formation progressive de martensite qui va mener à un durcissement prononcé (figure I.10). La température de la transformation martensitique est déterminée par des équations reliant la température à la composition chimique de l'acier [10]. La quantité de martensite formée est dépend à la fois de la composition chimique de l'acier inoxydable austénitique, du mode, du taux, de la vitesse de déformation et naturellement, de la température [3].

Une température M_d est définie à laquelle une transformation martensitique partielle est possible sous l'effet d'une contrainte. Des relations empiriques spécifiques indiquent ces températures particulières, par exemple M_{d30} est la température de formation de la martensite sous une déformation entraînant 50% de martensite. La température de formation de la martensite dépend des éléments d'alliage (pourcentages massiques), on peut l'évaluer à l'aide de la formule suivante. :

$$M_{d30} (\text{°C}) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9.2 (\%Si) - 8.1 (\%Mn) - 13.7 (\%Cr) - 20 (\%Ni) - 18.55 (\%Mo) [3].$$

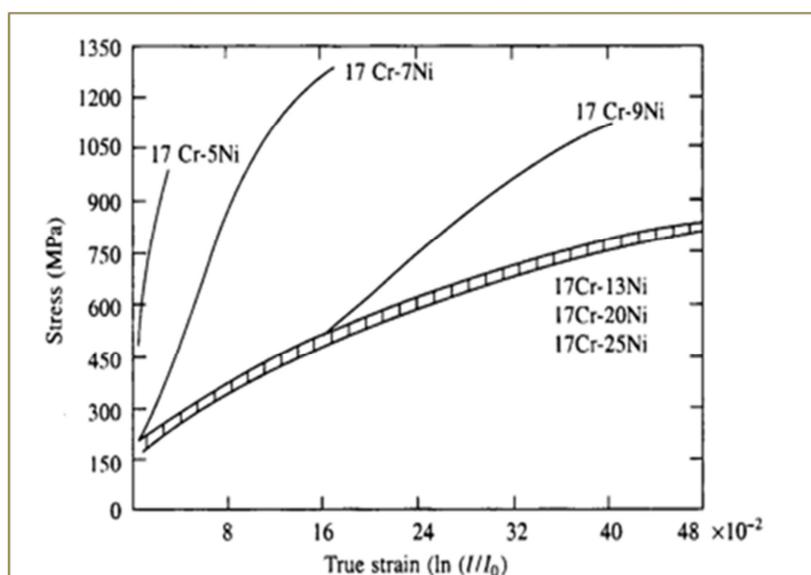


Figure I.10 - Effet de la teneur en nickel sur la courbe de contrainte-tension pour l'acier inoxydable austénitique de Cr de 17% [10].

Les aciers austénitiques avec un taux de carbone de l'ordre de 0.02% s'écroutissent plus rapidement que ceux avec une teneur supérieure à 0.06%. Le cuivre diminue l'écroutissage tandis que l'azote et le silicium l'augmente [10].

I.2.7. Soudage des aciers inox austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques sont généralement considérés les plus soudables des aciers inoxydables. En raison de leurs propriétés physiques, leur comportement lors du soudage peut être considérablement différent que ceux des aciers inoxydables ferritiques, martensitiques et duplex. Par exemple, la conductivité thermique des alliages austénitiques est seulement approximativement moitié de celle des aciers ferritiques. Par conséquent, l'entrée de chaleur de soudage qui est exigée pour réaliser la même pénétration est considérablement réduite. En revanche, le coefficient de dilatation thermique d'austénite est de 30 à 40% plus grands que celui de la ferrite et cela peut avoir comme conséquence une augmentation de la déformation et de la contrainte résiduelle [5].

I.2.7.1 Cycles thermiques de soudage

Sur le plan thermique, le soudage est caractérisé par un apport important et localisé de chaleur sur la pièce soudée. La diffusion de l'énergie, ainsi apportée dans le métal fait du soudage une véritable opération de traitement thermique (figure I.11). Ces effets sont caractérisés par :

- Un chauffage très rapide jusqu'à une température comprise entre la température initiale et la température de fusion du métal.
- Un refroidissement qui succède immédiatement au chauffage et dont la cinétique dépend essentiellement des paramètres de soudage [6].

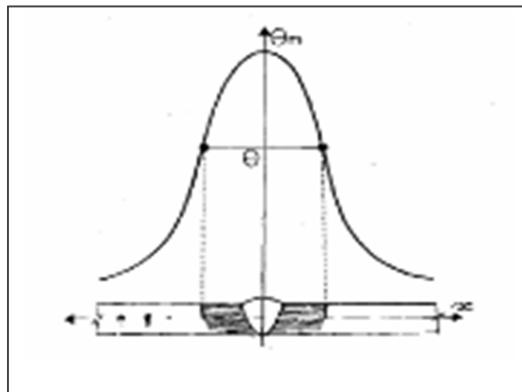


Figure I.11- $\theta = f(x)$, répartition de la température dans une soudure [6].

L'intérêt de la connaissance du cycle thermique (c'est-à-dire la variation de la température en fonction du temps, en tout point de l'assemblage) de soudage est de permettre l'interprétation quantitative des phénomènes métallurgiques engendrés par cette opération pour déterminer le critère de choix des procédés de soudage et des modes opératoires.

Le soudage des aciers inoxydables austénitiques est couramment et correctement réalisé au moyen de procédés normaux à condition que des produits d'apport convenables soient utilisés, la figure I.12 récapitule les différentes « zones » métallurgiques qui peuvent

se former lors d'une opération de soudage. L'étendue des différentes zones représentées sur la figure I.12 dépendent fortement des paramètres de soudage (et du procédé utilisé)

I.2.7.2 Conséquences métallurgiques des cycles thermiques de soudage

Au cours d'un cycle thermique de soudage, un acier inoxydable austénitique ne subira une transformation structurale que si sa température a dépassé 1100 °C environ. Les propriétés mécaniques de la zone soudée sont très fortement liées à la structure métallurgique obtenue après l'opération de soudage. On distingue dans une soudure d'acier inoxydable austénitique, après son retour à la température ambiante et à partir de l'axe du cordon, successivement les zones suivantes (figure I.12).

- **Zone fondue (ZF)**

C'est le volume qu'occupe le métal fondu après solidification dans les soudures par fusion [18]. La zone fondue se solidifie à l'état austéno-ferritique ou totalement ferritique et sa transformation ferrite (δ) \longrightarrow austénite n'est généralement pas complète par suite de la rapidité du refroidissement à haute température. Une certaine proportion de ferrite δ subsiste donc à la température ambiante. Cette proportion est d'autant plus élevée que le refroidissement à haute température (> 1250 °C) a été plus rapide.

Par suite des ségrégations issues de la solidification, cette ferrite δ 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.

- **Zone affectée thermiquement (ZAT)**

La zone affectée thermiquement, ZAC ou ZAT est la partie du métal de base qui n'a pas été fondue, mais dont les propriétés mécaniques ou la microstructure ont été modifiées à un degré quelconque par la chaleur de soudage.

- **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 figures ci-dessous représente les différentes zones d'un cordon de soudure [6].

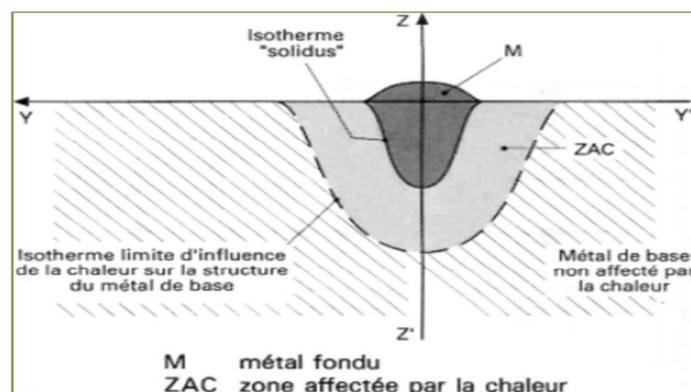


Figure I.12- Définition des différentes zones d'un joint soudé [15].

I.2.7.3. Défauts de soudage des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent généralement être aisément soudés, puisqu'aucune structure dure n'est formée dans la zone affectée thermiquement, Cependant, nombreux effets néfastes peuvent se produire :

Pendant le soudage des aciers inox austénitique, les zones affectées thermiquement sont chauffées à des gammes de températures pour les quelles y aura la précipitation de carbures dans les joints de grains.

Lors du refroidissement des soudures, il y aura formation de la ferrite delta, si la composition chimique est connue, la quantité de la ferrite delta qui est maintenue est déterminée par le diagramme de Schäffeler. Cette quantité est régie par les besoin de services [10].

La fissuration à chaud peut être une conséquence très importante de l'opération soudage. Les fissures peuvent se produire dans diverses régions de la soudure avec différentes orientations telles que des fissures de lignes centrales, des fissures transversales.

Pour les aciers inoxydables austénitiques, le risque de fissuration à chaud doit être pris en compte, la fissuration se développe par suite du manque de cohésion dû à la présence d'un film liquide interdendritique et/ou à la fragilité à haute température des produits solidifiés dans les joints de grains à partir de ce film liquide. La présence de soufre, de phosphore, de silicium, de niobium et de bore favorise ce phénomène [15].

Dans les cas où des soudures entièrement austénitiques sont exigées, comme quand la soudure doit être non magnétique ou quand elle est placée dans les environnements corrosifs qui attaquent sélectivement la phase ferritique.

Lorsque certains impératifs (corrosion, amagnétisme par exemple) ne tolèrent aucune teneur en ferrite dans la zone fondue, une solution est apportée par la mise en œuvre d'un alliage d'apport totalement austénitique comportant une teneur élevée en manganèse (7 à 10% par exemple) [8].

Les soudures peuvent être très susceptibles à la fissuration. Cette susceptibilité est augmentée par les éléments qui favorisent la formation des phases liquides qui sont souvent présents comme impuretés, ou comme éléments d'alliage mineurs. Les niveaux élevés de manganèse peuvent être salutaires en réduisant la fissuration, par exemple, par l'attachement vers le haut du soufre et du silicium [5].

La susceptibilité de fissuration est rigoureusement réduite en soudures qui solidifient en tant que ferrite primaire avec solidification péritectique/eutectique d'austénite.

Cette ferrite capterait certains des éléments nocifs plus solubles en elle que dans l'austénite (et empêcherait de ce fait leur liquation), de plus, sa faible tenue mécanique à chaud limiterait le niveau des contraintes de retrait. Par ailleurs certains auteurs admettent que les interfaces entre grains de ferrite et grains d'austénite seraient nettement moins mouillées par le liquide

présent en fin de solidification que les interfaces entre grains austénitiques dans lesquels seraient de ce fait, plus sensibles à la décohésion.

C'est en jouant sur la composition du métal fondu que le soudeur pourra faire en sorte que la quantité nécessaire de ferrite delta apparaisse en début de solidification, la quantité de la ferrite delta qui est maintenu et déterminée par le diagramme de SCHAFFER. Cette quantité est régie par les besoin de services [15].

La fissuration de la ZAT peut également se produire dans d'autres types d'alliage en raison de la ségrégation d'impureté le long des joints de grain de la ZAT. Cette forme de fissuration est toujours intergranulaire et située immédiatement à côté de la frontière de fusion de soudure. D'autres conséquences métallurgiques possibles de la soudure sont :

- La précipitation et la sensibilisation intergranulaire des carbures de chrome dans la zone affectée thermiquement peuvent entraîner un appauvrissement en chrome créant des régions sensibles à la corrosion intergranulaire. Le choix d'un acier austénitique à faible teneur en carbone comme par exemple le 316L peut empêcher la corrosion intergranulaire.
- La transformation de la ferrite de soudure à la phase sigma pendant le service à haute température, qui peut réduire la ductilité et la dureté [5].
- Les zones affectées par le soudage peuvent présenter un écrouissage résiduel, lors d'un traitement de détensionnement ou lors de la mise en service, la fissuration en relaxation peut avoir lieu. Les raisons de ces fissurations sont les contraintes résiduelles qui se relaxent lentement car le matériau ne flue pas vite à ces températures d'utilisation. Enfin, les contraintes d'origine thermique, qui sont plus élevées dans les aciers austénitiques que dans les aciers ferritiques, étant donné leur coefficient de dilatation plus élevé [9].

I.2.7.4 Contrôle des soudures

Plusieurs méthodes sont utilisées selon les besoins en fonction du degré de résistance mécanique et à la corrosion exigée pour le milieu considéré. Toutefois, il convient de procéder à une vérification visuelle de toutes les étapes du soudage car elle peut prévenir l'aggravation de nombreux problèmes au cours des opérations ultérieures de fabrication. L'examen de surface de l'acier inoxydable est plus important que celui de l'acier au carbone étant donné que l'acier inoxydable est avant tout utilisé pour lutter contre la corrosion et que même un défaut de surface minime peut exposer le matériau à un début de corrosion (tableau I.4).

La magnétoscopie ne convient pas pour les aciers austénitiques étant donné qu'ils sont non magnétiques. Les méthodes par ultrasons n'ont qu'une utilisation limitée sur les soudures en raison de difficultés d'interprétation. Cependant, elles peuvent être utilisées sur le métal de base. La radiographie gamma ne convient pas pour la détection de fissures ou de fusion insuffisante dans les aciers inoxydables d'une épaisseur inférieure à 10 mm [16].

Tableau I.4 - Méthodes de control des soudures des aciers inoxydables austénitiques.

Types d'essais	Acier inoxydable austénitique
Non destructif	
surface	<i>Visuel</i> <i>Ressuage</i>
Volumique	<i>Rayons X</i> <i>Rayons gamma</i>

CHAPITRE II : CORROSION SOUS CONTRAINTE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES

Introduction

La corrosion sous contrainte peut affecter toutes les structures et les composants métalliques soumis à des contraintes sous un environnement corrosif. Ces conditions provoquent la formation et la croissance rapide des fissures dans les structures. Ceci peut être particulièrement dangereux surtout quand le facteur de sécurité est primordial (industrie pétrochimique, installations de gaz, industrie chimique, aéronautique, industrie nucléaire).

L'étude de la corrosion sous contrainte exige une approche interdisciplinaire qui implique l'électrochimie, science des matériaux et mécanique.

II.1. Phénomène de passivité des aciers inoxydables

La résistance à la corrosion des aciers inoxydables en général et des aciers austénitiques en particulier repose fondamentalement sur leur phénomène de passivité, ils se caractérisent par la présence d'une couche oxydée continue et étanche qui constitue une phase homogène à l'interface métal/solution. Les propriétés de conduction et de transport dans cette couche freinent considérablement la cinétique de dissolution du métal [13]. La courbe de polarisation anodique $i = f(E)$ a la forme caractéristique de la figure II.1 ci-dessous.

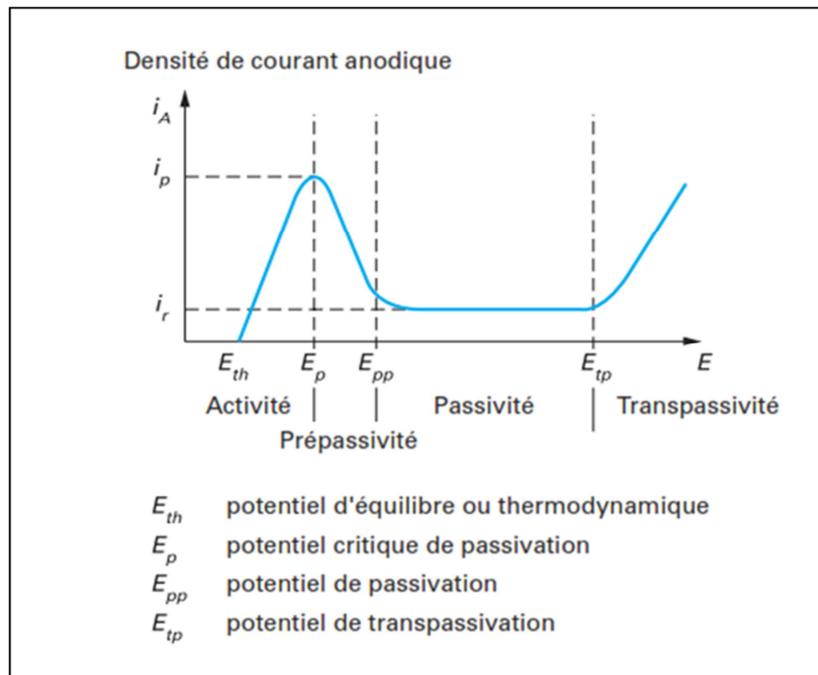
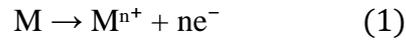


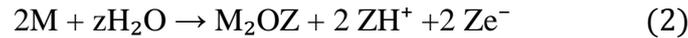
Figure II.1 - Courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable en milieu acide Sulfurique [13].

Cette courbe présente un maximum pour $E = E_p$ et se décompose en quatre principaux domaines :

- 1- Pour $E_{th} < E < E_p$; il y a dissolution selon la réaction :

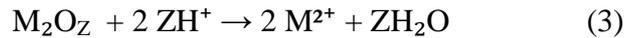


- 2- Pour $E_p < E < E_{pp}$; (E_{pp} représentant le potentiel de passivation), on observe une réaction qui se produit simultanément avec la précédente :



La formation de l'oxyde M_2O_z freine la dissolution du substrat métallique et on note corrélativement une diminution de la densité de courant.

- 3- Pour $E_{pp} < E < E_{tp}$ (E_{tp} représentant le potentiel de transpassivation), la densité de courant reste constante, ce qui signifie que l'alliage métallique se passive spontanément dans le milieu considéré. Dans cet état stationnaire, les réactions se déroulant à l'interface substrat métallique/couche passive sont identiques aux deux précédentes et à l'interface couche passive/solution, la réaction traduisant la dissolution de la couche passive est de type :



- 4- Pour $E > E_{tp}$; la densité de courant augmente de nouveau (transpassivité) et il se produit une réaction (oxydation de l'eau) qui entraîne la destruction de la couche passive [18] :



On remarque que plus le potentiel augmente, plus le métal s'oxyde et se dissout vite. Cependant, il finit par constituer directement à sa surface une très mince couche d'oxyde insoluble, cette couche de passivité ou couche passive est un composé oxygéné d'adsorption.

La hauteur du pic d'activité E_p dépend à la fois de l'alliage (teneurs en Cr, Ni et Mo) et du pH. Cette relation prend d'ailleurs une importance technologique tout à fait considérable pour cette famille. Ainsi, pour un acier inoxydable dans des eaux plus ou moins salées, le pic disparaît totalement à partir d'une valeur seuil se situant entre $pH=1$ et $pH=3$ (en l'absence d' H_2S). Au-dessus de ce seuil de pH, dans tous ces milieux que l'on appellera neutres par extension, il est donc absolument impossible d'observer une corrosion uniforme de l'acier inoxydable [17].

On voit l'intérêt que présente le phénomène de passivité. Cependant, il est nécessaire de s'assurer que cette protection est stable car une détérioration de la couche passive due à une attaque chimique comme par exemple des ions de chlorures provoquera une corrosion importante.

II.2. Définition de la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion localisée due à une perturbation de la passivité qui résulte de l'action synergique sur un matériau d'un milieu corrosif et d'une contrainte ou d'une déformation imposée au-dessous de la limite conventionnelle d'élasticité (figure II.2). L'action conjuguée de ces deux facteurs peut être suffisante pour provoquer la formation de microfissures, cette fissuration se produit à partir d'une rupture locale de la couche passive. La corrosion sous contrainte est donc liée à l'existence même de la passivité [18,19].

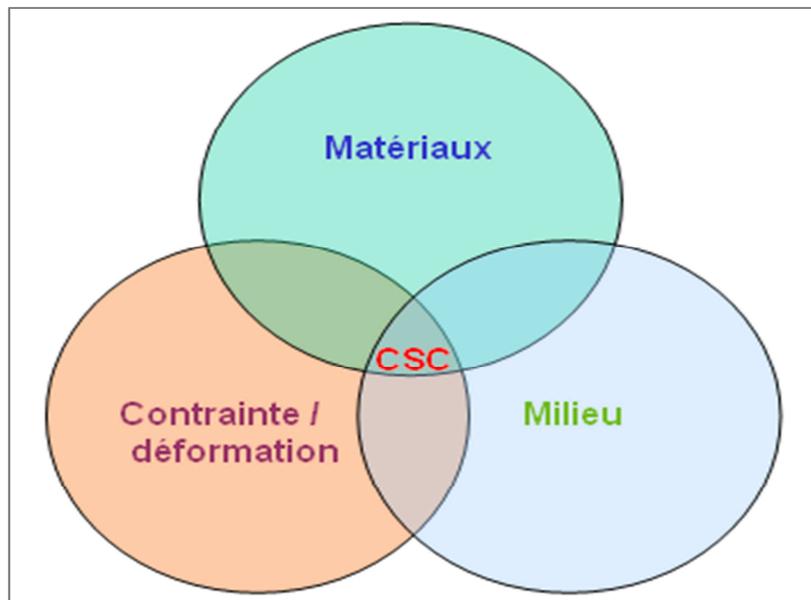


Figure II.2 : Diagramme de Venn de la Corrosion Sous Contrainte [18]

Les conditions opératoires et les facteurs influençant de la corrosion sous contraintes sont bien montrés dans la figure II.3. On peut distinguer trois parties :

- Le système :
Le système est soit un matériau, une soudure ou un revêtement. Les facteurs sont la composition chimique, la structure et les propriétés électrochimiques et mécaniques.
- Les contraintes :
Les contraintes peuvent être résiduelles ou appliquées. Les contraintes résiduelles peuvent être d'origine thermique ou mécanique. Les facteurs sont la nature des contraintes (traction, compression,...), leur intensité.
- L'environnement :
C'est le milieu corrosif qui peut être liquide ou gazeux. Il est caractérisé par la constitution, les concentrations, le pH et la température [20].

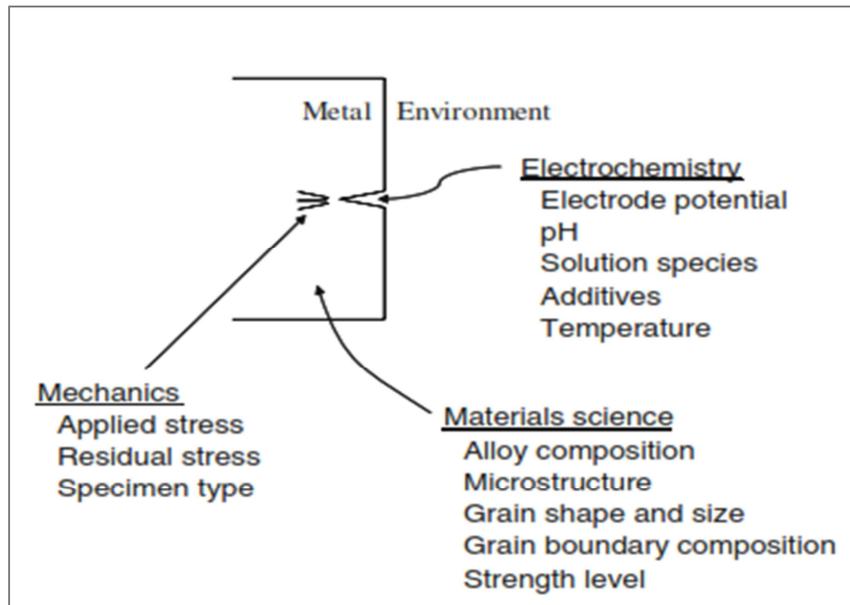


Figure II.3 - Disciplines utilisées dans l'étude de la corrosion sous contraintes et les variables de chacune des disciplines qui affectent le CSC [20].

II.3.Paramètres influençant la corrosion sous contrainte

Pour qu'une fissure de corrosion sous contrainte se forme et se propage, il faut qu'il y est une combinaison appropriée des trois facteurs : une contrainte de traction, un environnement corrosif et le facteur matériau caractérisé par sa composition chimique et sa microstructure.

II.3.1.contrainte de traction

Pour la rupture par corrosion sous contrainte, une contrainte de traction est nécessaire. Cette contrainte peut être appliquée ou bien une contrainte résiduelle due à des traitements thermiques, à un travail de formage ou bien au soudage [10].

Seul les contraintes de traction sont dangereuses d'où le nom donné parfois a ce mode de corrosion « **corrosion sous tension** », les contraintes de compression exercent au contraire une action protectrice et sont à ce titre parfois recherchées (par grenailage ou microbillage) [21].

L'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donnés, fonction de la contrainte σ appliquée. Il est donc logique d'associer une valeur critique de la contrainte σ_c comme critère de la corrosion sous contrainte [18].

Le seuil σ dépend fortement de la structure cristalline de l'acier : il est très faible pour les aciers austénitiques usuels du type Cr-Ni 18-10, il augmente cependant avec l'addition d'éléments d'alliages supplémentaires tels que Ni et Mo, de sorte que les aciers austénitiques très alliés sont en pratique résistants à la corrosion sous tension à l'état non écroui [22].

La plupart des appareillages industriels sont soumis à des contraintes de tractions qui peuvent être de natures diverses.

- Contraintes de services : exemple de pression (autoclave) ou résultant de gradients thermiques ;
- Contraintes dues aux modes d'assemblage : soudage, brasage, rivetage, filetage.

Au cours du refroidissement d'une soudure par suite de son retrait entraîne la naissance de contraintes de tension tridimensionnelles souvent élevées de l'ordre de grandeur de la limite d'élasticité du matériau conventionnel. L'expérience montre que le temps avant la rupture complète est d'autant plus faible que le niveau de la contrainte est plus élevé [22].

Les taux de propagation de la corrosion sous contrainte sont influencés par l'importance de l'effort. L'effort exigé dépend de la microstructure et de l'environnement, les aciers inoxydables austénitiques sensibilisés subissent la corrosion sous contrainte dans l'eau à hautes températures si les efforts sont de l'ordre de la limite conventionnelle d'élasticité du matériau. Cependant dans un environnement chaud de chlorure, les efforts exigés sont inférieurs. [10].

II.3.2. microstructure et composition chimique

Le rapport entre la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et la microstructure ou la composition reste complexe. Les conditions métallurgiques qui incluent les phases actuelles dans la matrice et joints de grains, la composition des phases, la ségrégation des joints de grains sont des facteurs important pour la corrosion sous contrainte.

- La présence d'une certaine quantité de ferrite dans un acier inoxydable initialement austénitique peut bloquer les fissures, suggérant que la ferrite soit plus résistante à la corrosion sous contrainte [23].

- La précipitation uniforme de carbure dans une matrice d'austénite a été trouvée pour améliorer la résistance [10].

- Une teneur élevée de nickel et de chrome améliore la résistance à la corrosion sous contrainte. La courbe de la figure II.4 montre l'influence de la teneur en nickel d'un alliage à 18% de chrome sur sa résistance à la corrosion sous contrainte. L'examen de la courbe montre que ce sont les nuances à 8% de nickel (c'est-à-dire les plus courantes) qui sont les plus sensibles. À partir d'environ 15% de nickel, la durée de vie augmente sensiblement. À une teneur en nickel de 50%, le risque de corrosion sous contrainte est quasi nul. L'influence favorable d'une teneur élevée en nickel s'explique par le rôle que joue cet élément sur la distribution des dislocations [meilleur]. L'influence des autres éléments comme le molybdène et le carbone dans les aciers austénitiques n'a pas été déterminé [23].

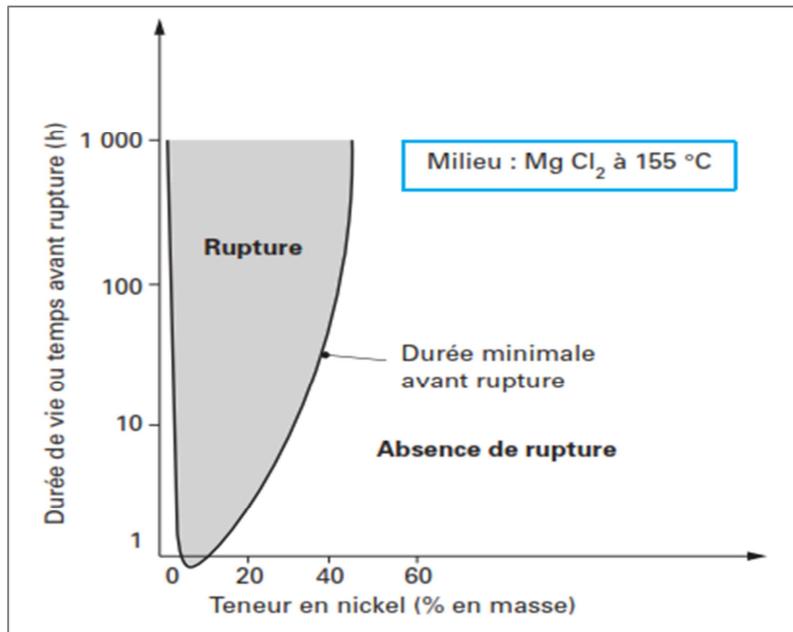


Figure II.4 - Influence de la teneur en nickel sur la résistance à la corrosion sous contrainte d'alliage à 18% de chrome [13].

II.3.4. Influence de l'environnement

Le phénomène de corrosion sous contrainte peut être observé dans des milieux peu agressifs (eau chaude) qui, en l'absence d'un champ de contraintes de traction, ne provoqueraient aucune corrosion. Les eaux dont la teneur en chlorures est de l'ordre de 100 p.p.m et dont la température est supérieure à 60 °C sont susceptibles de provoquer une fissuration pour les aciers inoxydables austénitiques [13].

Les aciers inox austénitiques sont principalement sensibles aux milieux chlorurés, l'agressivité des chlorures devient particulièrement importante aux hautes températures, une augmentation de la concentration dans la solution cause une augmentation de la susceptibilité à la corrosion sous contrainte et une diminution du temps de fissuration (figures II.5 et II.6).

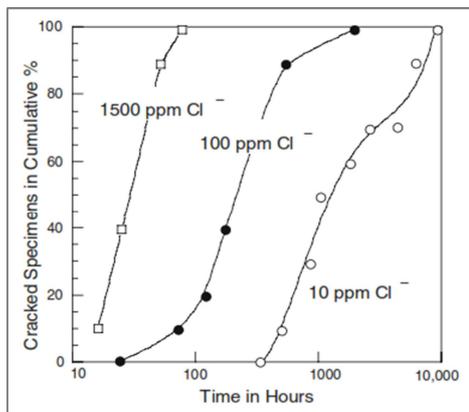


Figure II.5 - Effet de concentration en chlorure sur la susceptibilité de SCC d'un acier austénitique [24].

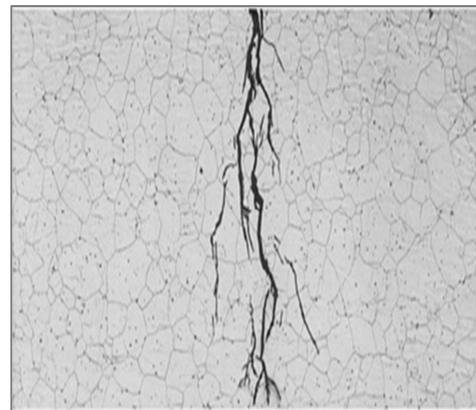


Figure II.6 : fissuration due à la corrosion sous tension d'un pipe en acier 316 dans un milieu chloruré [24].

Les aciers inoxydables peuvent être sensibles à d'autres milieux tels que les solutions d'hydroxyde d'acide polythionique ($H_2S_xO_{6x} = 3, 4, 5$) (figure II.7), de thiosulfate, ainsi qu'à des ions de Br^- et F^- .

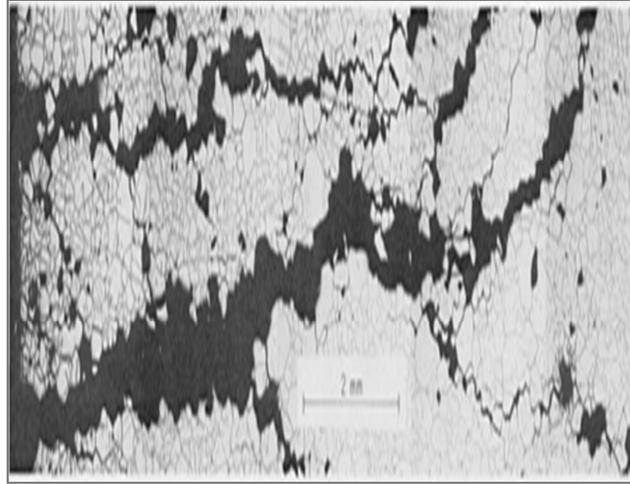


Figure II.7 – Fissuration due à la corrosion sous contrainte d'un pipe en acier 304 dans l'acide polythionique [24].

La température est l'un des paramètres les plus importants car la fissuration est rencontrée principalement dans les branches chaudes. La température a une influence directe sur le temps nécessaire à la fissuration qui diminue avec l'augmentation de cette dernière. Puisque la corrosion sous contrainte est un phénomène lié aux solutions à haute température, le contenu d'oxygène est inévitablement bas.

La susceptibilité à la fissuration n'est pas particulièrement sensible au pH, mais en général elle est plus grave dans les solutions les plus acides. Cependant, dans la propagation des fissures, c'est le pH local dans le bout de fissure qui est important plutôt que le pH de la solution [24].

D'une manière générale, il faut éviter tout phénomène favorisant la concentration en ions agressifs Cl^- ou OH^- et limiter la température de service. Par contre, l'acidité du milieu n'a pratiquement pas d'importance pour des pH compris entre 3 et 10 [13].

II.4. Mécanisme de corrosion sous contrainte

Le phénomène de corrosion sous contrainte est d'une étude assez complexe due principalement à la multiplicité des facteurs tant mécaniques que chimiques susceptibles d'entrer en jeu.

Les fissures se développent à plusieurs branches et perpendiculairement à l'axe de contrainte de traction. Généralement il est difficile de détecter ces fissures aux étapes initiales du développement par des techniques non destructives jusqu'à ce qu'elles se sont développées à des proportions catastrophiques. L'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donnés, fonction de la contrainte σ appliquée.

Le procédé global de corrosion sous contrainte peut être divisé en deux étapes : le processus de déclenchement, qui dans beaucoup de cas est précédé par une période d'incubation et le processus de propagation. Les changements les plus importants ont lieu avant le processus de déclenchement, l'établissement d'un environnement local approprié à la fissuration. D'un point de vue pratique, cette étape est très importante particulièrement pour le déclenchement [20]. Dans le mécanisme de corrosion sous contrainte, on distingue deux phases :

II.4.1. Amorçage de la fissuration

L'initiation à la fissuration se fait en deux étapes :

- 1- Détérioration localisée du film passif qui est due à des opérations mécaniques ou à des attaques chimiques des ions agressifs comme les Cl^- .
- 2- Formation d'une piqure après que le film soit détruit localement qui sera la source de la fissuration.

Cette piqure va produire la fissuration de deux façons :

- D'abord, la piqure va augmenter l'état de contraintes de manière à ce que la charge externe appliquée soit intensifiée ou amplifiée localement autour de la piqure, les dislocations (et éventuellement l'hydrogène) viennent alors s'accumuler à la frontière entre cette zone de taille très réduite et le reste du métal. Lorsque la contrainte qui en résulte dépasse **une valeur critique**, il y aura déclenchement des fissures (figure II.8)

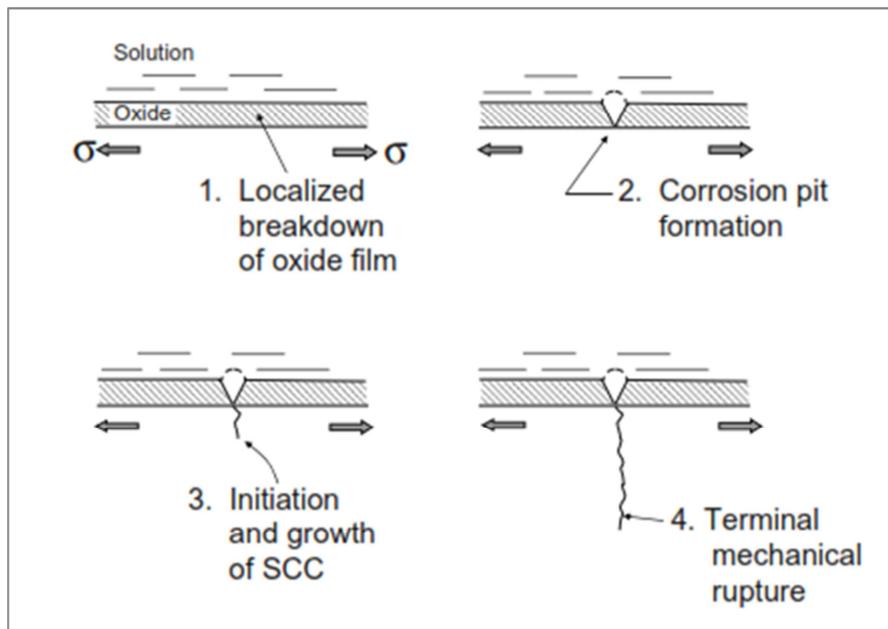


Figure II.8 - Mécanisme de fissuration sous corrosion sous contrainte [20].

D'autre part, la piqure est une source pour les ions H^+ . Par exemple, pour aciers inoxydables, la réaction est la suivante :



Les ions H^+ peuvent être réduits en atomes d'hydrogènes au fond d'une fissure naissante d'une corrosion sous contrainte (figure II.9). Ce processus d'acidification local peut mener au phénomène de la fragilisation par l'hydrogène, qui aide la progression de la fissure. Ceci dit la fragilisation par l'hydrogène et le taux de pénétration d'hydrogène ne peut pas toujours être liée à la corrosion sous contrainte [21].

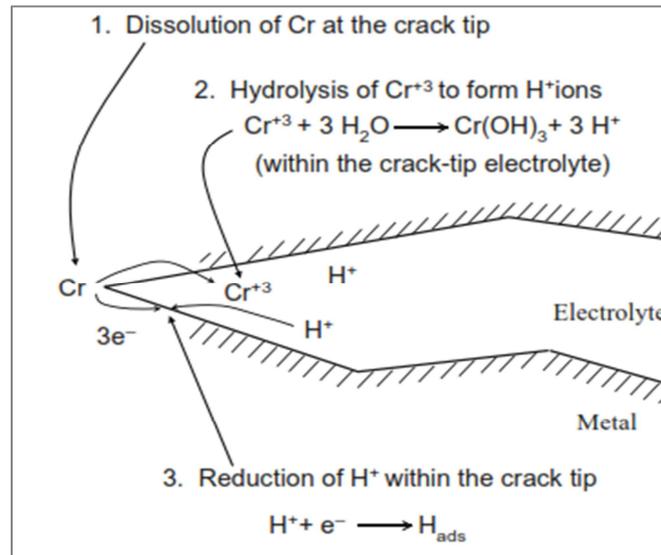


Figure II.9 - Hydrolyse du Cr dissous et réduction des ions H^+ [20].

II.4.2. Etape de propagation

L'étape de propagation des fissures de CSC comprendrait deux stades. Après une durée correspondant à l'amorçage vrai, la CSC se propagerait dans un stade lent. Puis, au-delà d'une taille de fissure critique de quelques dizaines de micromètres, la fissuration entrerait dans un stade de propagation rapide [27]. La propagation des fissures peut être intergranulaire ou transgranulaire, ça dépend seulement du degré de sensibilisation, parfois on observe les deux types sur la même surface de rupture. À mesure que l'intensité d'effort augmente, la déformation plastique liée à la propagation des fissures augmente. Quand la région finale de rupture est approchée, la déformation plastique peut être appréciable parce que les alliages résistants à la corrosion sont fréquemment tout à fait malléables (figure II.10) [24].

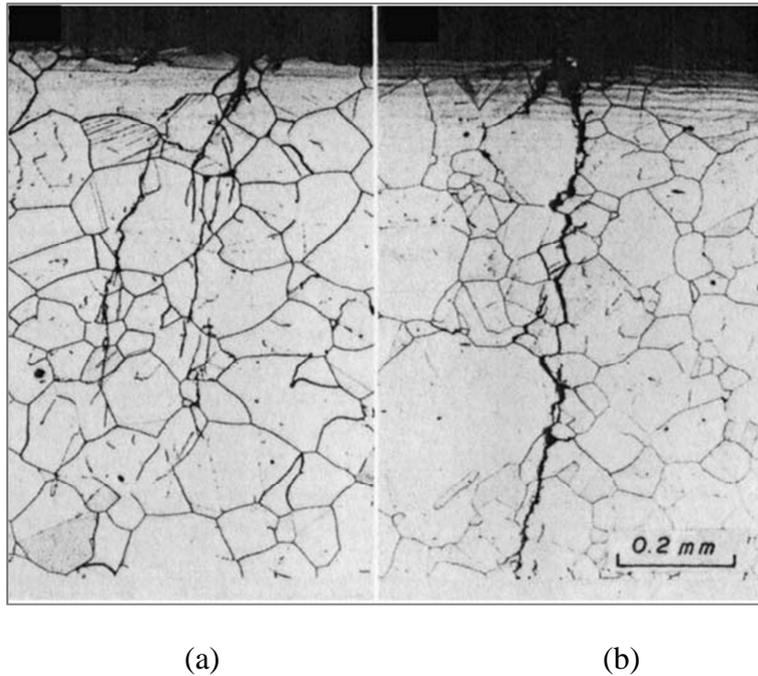


Figure II.10 - Phase de propagation intergranulaire et transgranulaire de l'acier inoxydable sensibilisé du type 304, (a) la solution d'ébullition de chlorure de magnésium de 45%. (b) en bouillant la solution de chlorure de magnésium de 20% [20].

La fissuration par corrosion intégranulaire diffère nettement de la corrosion sous contrainte intergranulaire. Dans la corrosion sous contrainte intégranulaire, les fissures sont concentrées dans les zones de contraintes maximales et tendent à se propager perpendiculairement à l'axe de contrainte principale. Par contre, dans la corrosion intergranulaire classique, les fissures sont uniformément distribuées à travers le métal sans direction préférentiel [21].

II.5. Influence métallurgique sur la corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte dépend de plusieurs variables métallurgiques qui peuvent influencer la susceptibilité du matériau à différents degrés. Pour les aciers inoxydables austénitiques, les variables métallurgiques étudiées sont celles produites par la sensibilisation par traitement thermique, la déformation à froid ou bien le soudage.

II.5.1. Sensibilisation par traitement thermique

Les efforts présentés par des traitements thermiques sont dus à la dilatation et à la contraction du métal.

Il est bien connu que quand des aciers inoxydables sont chauffés dans la gamme 500-850°C leur microstructure devienne susceptible de la précipitation du carbure riche en chrome (Cr_{23}C_6) (figure II.11), préférentiellement aux joints de grain, Ce phénomène est connu sous le nom de **sensibilisation**.

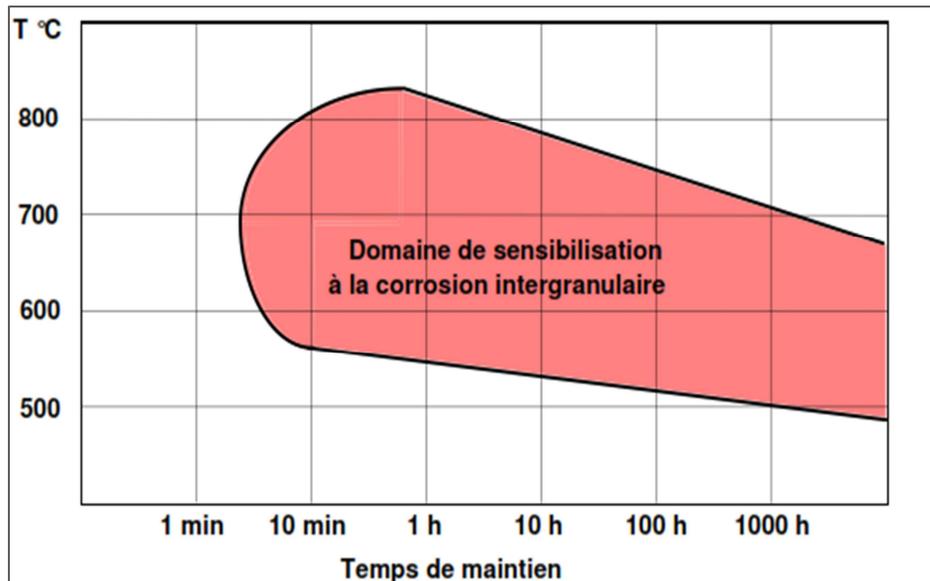


Figure II.11 - Diagramme TTS schématisant d'un acier inoxydable austénitique type AISI 304 [20].

Les aciers inoxydables austénitiques des 300 séries subissent la sensibilisation pendant l'exposition thermique dans un intervalle de température de 500-850°C. Le chrome tend à combiner avec le carbone pour former des carbures de chrome. Une fois sensibilisés, ces aciers deviennent susceptibles à la corrosion sous tension intergranulaire dans une série d'environnements comme l'eau de grande pureté, acide polythionique et solutés contenant des chlorures ou les ions de fluor.

La susceptibilité à la corrosion sous tension intergranulaire augmente avec la chaleur et le temps du traitement, une autre observation a été faite est que cette susceptibilité augmente avec la diminution de la température de sensibilisation pendant le traitement thermique le plus long, par exemple, pour un traitement thermique de 100 h à 550°C, on observe une susceptibilité à la corrosion sous tension plus élevée que pour des traitements à 600 ou 700°C.

Ceci indique que le niveau d'épuisement de Cr dans les zones du joint de grain a une influence significative sur la susceptibilité à la corrosion sous tension de l'acier sensibilisé.

La diminution de la teneur en Cr dans les joints de grain cause une diminution de la stabilité du film passif et une augmentation de l'activité chimique dans les joints de grains pour les rendre susceptibles à dissolution préférentielle rapide. Les joints de grains deviennent ainsi anodiques aux grains. Selon le mécanisme anodique de dissolution du CSC, on le suppose que si l'ampleur de la diminution de la teneur en Cr aux joints de grain est très importante, le déclenchement de la corrosion sous contrainte intergranulaire est possible aux très basses valeurs de la contrainte devant une plus grande activité chimique des zones épuisées [10,20].

II.5.2. Déformation à froid

Il est bien connu que le travail à froid a une influence sur le comportement de la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques. La formation de la martensite au joint de grain pendant la déformation des aciers austénitiques métastables comme 304 provoque la fissuration intergranulaire qui est due à la fragilisation par l'hydrogène le long des joints de grain [27]. L'augmentation du taux de déformation implique une transition de fissuration intergranulaire à transgranulaire.

Le fait que les aciers inoxydable austénitiques ont une énergie en défaut d'empilement assez basse, conduit à une augmentation importante de la distorsion du grain et du nombre de bande de glissement dans le grain en fonction de l'augmentation du taux de déformation, la transition du mode de fissuration intergranulaire et transgranulaire vient du fait que les bandes de glissement sont devenues électrochimiquement plus actives que le joint de grain à donner naissance à une fissuration pour des taux de déformation importante de 30 à 40% (figures II.12 et II.13) [27].

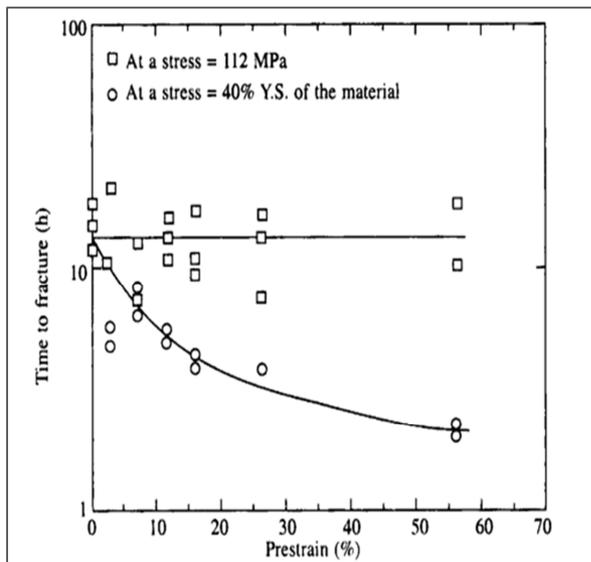


Figure II.12 - Effet de travail à froid sur la temps-à-rupture pour l'acier inoxydable 304 [27].

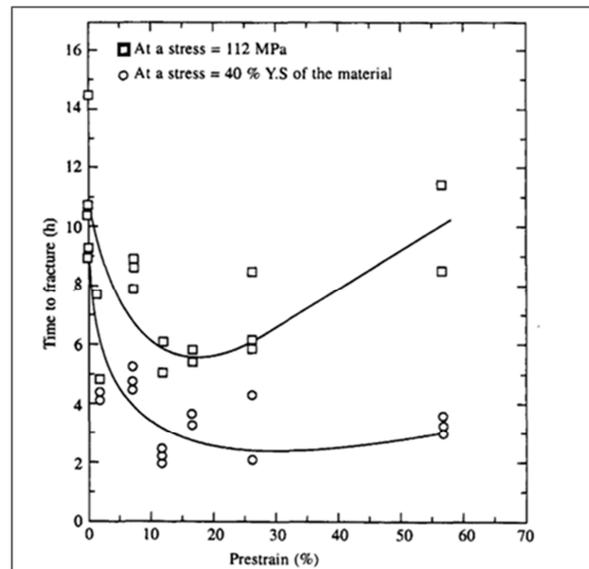


Figure II.13 : Effet de travail à froid sur la temps-à-rupture pour l'acier inoxydable 316 [27].

II.5.3. Soudage

Les aciers inoxydables austénitiques sont généralement considérés comme des matériaux facile à soudés, cependant ils ne sont pas privés de problèmes pour autant. Les différents types de défauts sur la surface de soudure, telle que l'adhérence et les défauts de bord, des inclusions de scories, macro et micro-fissures, inclusions non métalliques telles que des sulfures sont des points de déclenchement d'attaque de corrosion dans le métal d'apport. Ces défauts agissent en tant que régions de concentration de contrainte, qui facilitent un déclenchement plus rapide de la corrosion sous contrainte.

La sensibilisation des joints soudés est généralement considérée comme un paramètre important pour la corrosion sous contrainte car l'opération de soudage engendre un champ de contraintes résiduelle de traction transversale à la soudure peut être critique à moins qu'un traitement thermique de détensionnement est effectué.

Le phénomène le plus souvent produit, qui dégrade la résistance à la corrosion d'un joint austénitique de soudure d'acier inoxydable (avec un taux de carbone supérieure à 0.02%) est la sensibilisation du ZAT. Le cycle de soudure présente également la formation des phases secondaires, dont la précipitation de $Cr_{23}C_6$ qui est un souci principal de la corrosion sous contrainte. Cependant, un recuit approprié de solution peut être utilisé pour désensibiliser la structure et pour éviter la dissolution et le CSC localisés [24,28].

II.6. Les méthodes d'étude de la corrosion sous contrainte

II.6.1. Les essais à déformation imposée

Ce type d'essai est le plus facile à mettre en œuvre, il consiste à utiliser des échantillons pré-déformés et maintenus le plus souvent par un dispositif de bridage (figure II.14). Il permet de plus de tester un grand nombre d'éprouvettes en même temps et de comparer ainsi la résistance de différents matériaux (ou de différents états d'un même matériau) d'une manière rapide. Toutefois, ce type de test ne permet pas en général, d'avoir d'informations précises quant à l'état initial de contrainte des échantillons, et fournit seulement des informations qualitatives sur le comportement du matériau dans le milieu considéré. Les résultats obtenus dépendent de plus grandement du mode de mise en charge des éprouvettes et il faut veiller, lors de la mise en forme des échantillons, à la reproductibilité de la procédure de préparation [29].

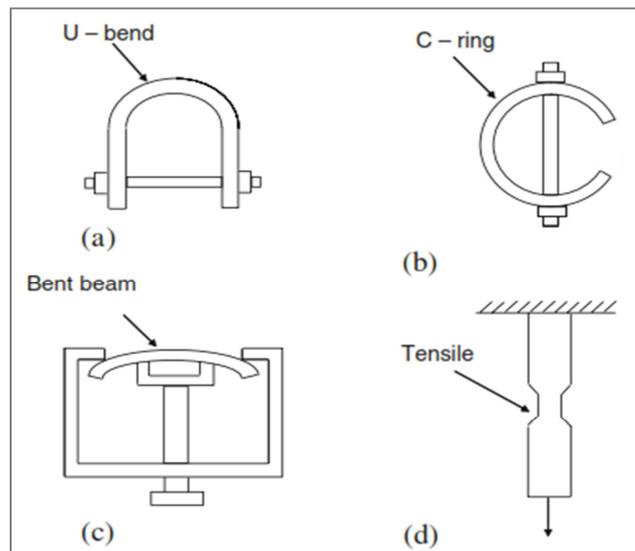


Figure II.14 - Exemples d'éprouvettes à déformation imposée pour essais de CSC [29].

II.6.2. Les essais à vitesse de déformation imposée

Ce sont en toute rigueur des essais de traction à vitesse d'allongement constante réalisés en général à une faible vitesse de déformation. Ce type de test, en général très sévère, offre l'avantage de toujours conduire à la rupture des éprouvettes dans un temps relativement prévisible. La part due à la corrosion sous contrainte peut alors être évaluée par examen des surfaces de rupture et estimation de l'importance des zones d'aspect fragile (corrosion) par rapport aux zones ductiles (rupture mécanique pure).

La sensibilité du matériau peut aussi être évaluée à partir de l'enregistrement de la courbe de traction par la réduction de l'allongement à rupture (perte de ductilité) ou la diminution apparente de la charge à rupture.

II.6.3. Les essais à charge imposée

Ce type d'essai se rapproche de l'essai mécanique de fluage. L'échantillon, qui est en général constitué par une éprouvette de traction, est soumis à l'action d'une force constante par l'intermédiaire d'un dispositif approprié pouvant consister en un simple poids suspendu à un bras de levier. Lorsque le milieu d'essai est sous pression (cas des tests à température élevée par exemple), cette dernière peut être mise à profit pour exercer la contrainte. C'est le cas par exemple d'essais réalisés sur les tubes de générateur de vapeur des centrales nucléaires pour lesquels les échantillons sont constitués par des portions de tubes bouchées à chaque extrémité et contenant le milieu d'essai. Lors de la mise en température, la tension de vapeur du milieu génère une pression interne et la contrainte correspondante est fonction de l'épaisseur de la paroi. De par leur nature, ces essais offrent l'avantage de maîtriser la charge appliquée aux éprouvettes ainsi que de pouvoir par exemple déterminer pour le milieu considéré, un seuil de sensibilité du matériau à la corrosion sous contrainte [29].

II.7. méthodes de préventions

Les méthodes pour éliminer la corrosion sous contrainte sont basées sur la connaissance des mécanismes et sur l'expérience technologique. Les mesures préventives sont les suivant :

- 1- Le choix des matériaux. (Par exemple les additions de Ni aux aciers inoxydables du CrFe-18 augmentent le temps à la fissuration dans les solutions d'ébullition de chlorure de magnésium ;
- 2- Eliminer les contraintes résiduelles par traitement thermique de détente ;
- 3- Diminuer la concentration des espèces environnementales agressives ;
- 4- Ajouter des inhibiteurs à la solution ;
- 5- Effectuer un traitement de grenailage au niveau des soudures pour remise en contraintes de compression ;
- 6- Emploi de revêtement organique si c'est possibles [10,22].

CHAPITRE III : PROCEDURES EXPERIMENTALES

Introduction

L'objectif de nos travaux est d'étudier la fissuration de l'acier 316L et de la soudure 316L dans des conditions de corrosion sous contrainte. Nous avons choisi d'étudier le cas des contraintes résiduelles. Le programme des travaux se présente de la manière suivante :

- Etude de la corrosion de l'acier 316L sous contrainte résiduelle de laminage dans une solution bouillante de $MgCl_2$;
- Etude de la corrosion de l'acier 316L sous contrainte résiduelle par chocs thermiques dans une solution bouillante de $MgCl_2$;
- Etude de la corrosion des soudures en acier 316L sous contrainte résiduelle par chocs thermiques dans une solution bouillante de $MgCl_2$.

III.1. Matériau étudié

Dans nos travaux, nous avons opté pour l'acier austénitique de nuance 316L selon la norme AISI. Ce choix est justifié par l'utilisation de cet acier dans les industries chimiques, pharmaceutiques, biomédicales dans lesquelles les conditions de la corrosion sous contrainte sont présentes. La fissuration des installations suscite de grandes craintes pour des raisons sécuritaires et économiques. Le matériau a été livré sous forme de barre de section carré de 10 mm² et sous forme de tôles de 3 mm d'épaisseur. La composition chimique de cet acier est présentée dans le tableau III.1. Les caractéristiques mécaniques de l'acier sont présentées dans le tableau III.2.

Tableau III.1 - composition chimique du 316L.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N	S	P
0.023	0.47	1.55	17.96	10.21	1.86	0.047	0.001	0.026

Tableau III.2 - Caractéristiques mécaniques de l'acier 316L.

R_{p0.2} (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Dureté HRB
375	637	56	85

III.2. Traitement thermique

Les échantillons de l'acier 316L sont prélevés dans des barres. Un traitement thermique d'hypertrempe a été réalisé dans un four électrique, Ce premier traitement thermique a pour objectif l'obtention d'une austénite exempt de carbures. Pour ce traitement, les conditions de remise en solution sont les suivantes : chauffage à 1050°C pendant 30 min suivi d'une trempe à l'eau qui doit être suffisamment rapide pour figer l'état métallurgique.

III.3. Décapage

Le traitement thermique a conduit à la formation d'une couche de calamine à la surface des échantillons. Nous avons appliqué un décapage pour éliminer cette couche. La solution de décapage utilisée est un mélange de 2 % en volume d'acide fluorhydrique et 10 % en volume d'acide nitrique dans 100 ml d'eau distillée à une température de 60 °C pendant 15 à 30 min

III.4. Le laminage

Afin d'étudier l'influence de l'écroutissage sur le phénomène de corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques, Nous avons usiné les barres d'acier par fraisage pour obtenir des barres de 4 mm d'épaisseur. Ces barres ont été laminées à froid avec différent taux de déformation dans notre laboratoire de métallurgie à différents taux de laminage.

Le laminage est un procédé mécanique qui consiste à déformer un métal, plastiquement, en réduisant son épaisseur et en augmentant sa longueur ainsi que sa largeur à l'aide de cylindres dits d'entraînement, animés d'un mouvement de rotation autour d'axes fixes, entre lesquels le métal est entraîné par frottement, l'écartement entre les deux cylindres étant inférieur à l'épaisseur initiale du métal à déformer (figure III.1).

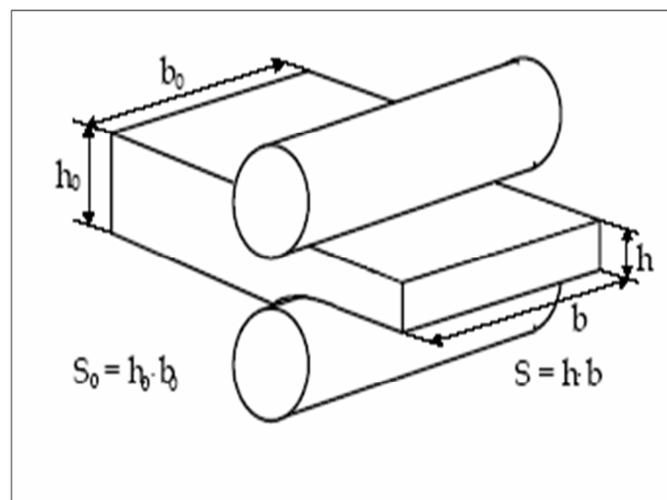


Figure III.1 : la déformation plastique dans un laminoir.

h_0, b_0 : épaisseur, largeur initiales ;

h, b : épaisseur, largeur finales.

Le taux de déformation est calculé par la relation suivante :

$$\varepsilon\% = \ln (\Delta h/h_0)$$

h_0 : épaisseur initiale ;

h : épaisseur finale.

Les résultats des opérations de laminage sont présentés dans le tableau III.3. h_{moy} et h_f sont respectivement les épaisseurs moyenne et finale en mm après laminage, $\epsilon\%$ est le taux de déformation par laminage.

Tableau III.3 - Epaisseurs finales des éprouvettes après chaque taux de laminage.

Echantillon	1	2	3	4	5
$h_{0\ moy}$ (mm)	3.75	3.95	4.20	4.30	4.46
$h_{f\ moy}$ (mm)	3.0	2.90	2.95	2.90	2.75
$\epsilon\%$	20	26	29.7	32	38

III.5. Le soudage

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une bonne soudabilité. Nous avons réalisé le soudage de nos échantillons par le procédé TIG (*Tungsten Inert Gas*) avec un métal d'apport du même type que le métal de base le 316L. À partir d'une tôle soudée nous avons découpé nos échantillons (figure III.2) pour les tests de corrosion.

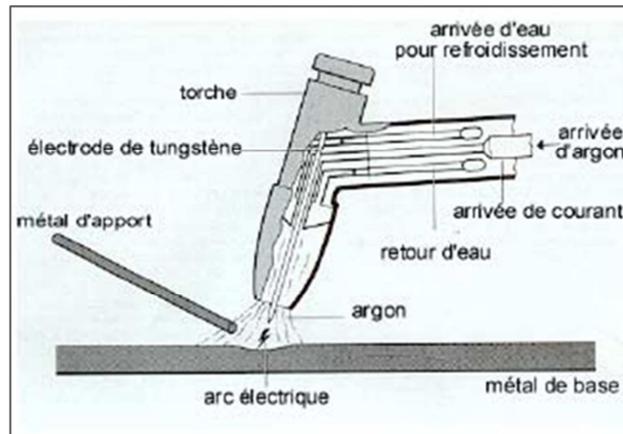


Figure III.2 - Principe du soudage par le procédé T.I.G.

Les paramètres de soudage sont présentés dans le tableau III.4 ci-dessous :

Tableau III.4 - Paramètres de soudage de l'acier 316L.

Procédé	I (A)	U(V)	t_s (mn)	d(mm)	Protection
TIG	55	36	24'	1	Argon

III.6. Chocs thermiques

Dans le but d'introduire les contraintes résiduelles dans les échantillons non soudés et dans les échantillons soudés, nous avons appliqué des séries de chocs thermiques de chauffage à 700 °C pendant 5 mn suivi de trempe à l'eau. Le tableau III.5 suivant montre le nombre de chocs thermiques N subit par chaque échantillon.



Figure III.3- serie d'échantillon pour le choc thermique.

Tableau III.5 - nombre de choc thermique à 700°C

Echantillon	1	2	3	4	5	6
N	5	10	15	20	25	30

III.7. Essais de corrosion sous contrainte

III.7.1 Solution d'étude

La solution choisie est une solution de chlorure $MgCl_2$ à 45% en masse. C'est une solution des plus agressives, la fissuration peut s'amorcer avant 24 heures. La préparation de la solution à été réalisée de la manière suivante :

On dispose de cristaux de $MgCl_2$ six fois hydraté ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$). Une masse de 150gr est pesée. Le volume d'eau distillée à ajouté pour avoir une concentration de 45% est de 6.25ml.

III.7.2. Réalisation de l'essai de corrosion

Une fois la solution préparée, les trois séries d'échantillons sont immergés dans trois bécjers différents et introduits dans le four électrique à une température de 140°C. La durée des essais est de 72 heures (figure III.4).



Figure III.4 - les échantillons sortis du four.

III.8. Techniques de caractérisation

Trois techniques de caractérisations essentielles ont été utilisées au cours de ce travail:

- ✓ La métallographie
- ✓ Les tests de micro-dureté

III.8.1. L'analyse métallographique

L'analyse microstructurale se fait par observation au microscope optique. Pour que les échantillons puissent être observés, ils doivent être préparés suivant plusieurs étapes :

1-Polissage mécanique

Les échantillons enrobés à froid ont été polis aux différents papiers abrasifs de granulométrie croissante (120, 240, 400, 600, 800, 1000 et 1200) sous lubrification d'eau. Entre deux étapes de polissage, les échantillons sont rincés et nettoyés dans un bac à ultrasons.

Un polissage de finition est effectué en dernier sur un feutre avec une suspension d'alumine de 3 μ m. Les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchés à l'air avant d'être attaqués.

2- Attaque électrochimique

La solution utilisée est l'acide nitrique HNO₃ à 65%. L'échantillon joue le rôle de l'anode. Pour la cathode, nous avons placé une plaque du même acier 316L (figure III.6). Les deux électrodes sont reliées aux deux bornes d'un générateur de courant continu. L'ensemble est parcouru par un courant continu. La tension de travail est de 2.5 V. L'attaque électrolytique a été effectuée à la température ambiante pendant 10 à 20 secondes.

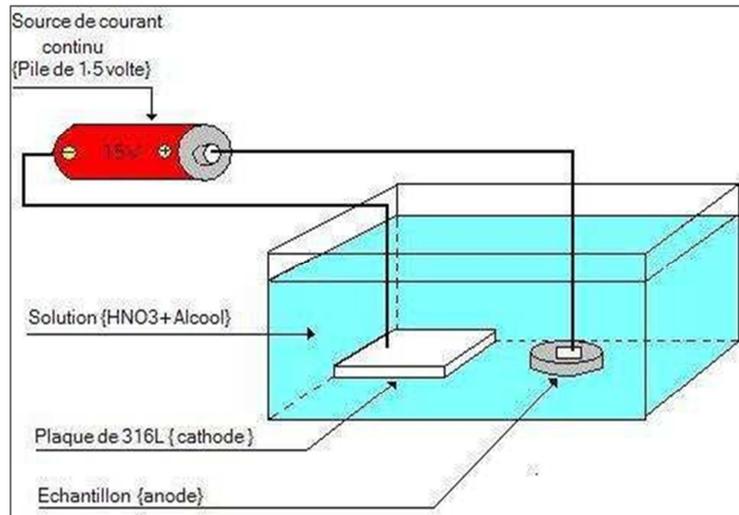


Figure III.5 - Montage utilisé pour l'attaque électrolytique.

3 - Microscopie métallographique

L'observation des structures et l'acquisition des photographies ont été réalisées sur un microscope métallographique ZEISS 47 30 12 équipé d'une camera et relié à un système informatique qui permet l'acquisition et le traitement des images.

III.8.2. Essai de micro-dureté

L'essai de microdureté consiste à appliquer sur une éprouvette à mesurer un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. 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 Micromet. Nous avons pris la dureté de la ferrite et de l'austénite dans la zone affectée thermiquement, dans le métal de base et dans la zone fondue. Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes de résilience avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.

CHAPITRE IV : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

IV.1. Caractérisation de l'acier 316L

La structure de l'acier inoxydable 316L à l'état hypertrempe a été observé par microscope optique d'après la procédure d'écrite dans le paragraphe III.8.1. L'acier possède une structure austénitique, les grains ont une forme isotrope avec une faible dispersion en taille. On constate l'absence des macles thermiques qui apparaissent dans les aciers austénitiques. Le calcul de la taille moyenne des grains à l'aide du logiciel de traitement et d'analyse d'image nous a donné une taille moyenne de 25.24 μm (figure IV.1).



Figure IV.1- Microstructure de l'acier 316L après traitement d'hypertrempe.

IV.2. Caractérisation de la soudure de l'acier 316L

Pour le cordon de soudure nous avons effectué différentes observations micrographiques dans deux zones principales (ZF, ZAT)

- **Structure du métal fondu**

La structure de la zone fondue est donnée par la figure IV.2. Elle a un aspect conventionnellement appelé microstructure dendritique de solidification. La ferrite (en noir) est à la fois dans les espaces interdendritique de solidification et dans les axes dentritiques à cause des ségrégations. L'austénite est la matrice (en blanc).



Figure IV.2 - structure de la zone fondue.

- **Structure de de la zone affecté thermiquement**

A côté de la zone fondue, la microstructure est la même que celle du métal de base mais on constate un grossissement de la taille des grains très significatif à cause de l'élévation de température apportée par la source de chaleur lors de l'opération de soudage (figure IV.3).

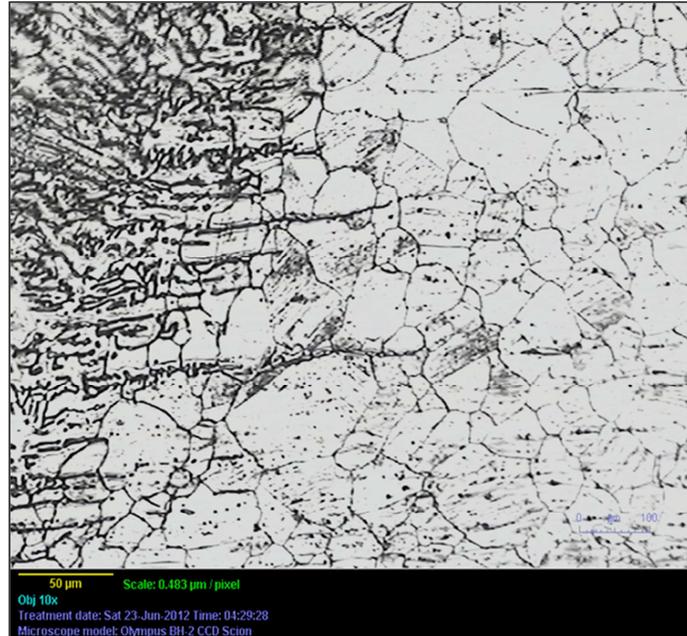


Figure IV.3 - microstructure de la zone affectée thermiquement.

IV.3.Effets du laminage

IV.3.1. Effets du laminage sur la structure

Lors de la déformation, la structure reste austénitique, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de formation de martensite. Cela est dû à une grande stabilité de l'austénite obtenue par un taux de nickel élevé.

Les échantillons écrouis montrent une structure fortement perturbée. En effet, on constate une modification de la forme des grains tels qu'ils apparaissent allongés dans le sens du laminage (figure IV.4, et IV.5). On remarque aussi une augmentation dans la taille des grains au cours de la déformation par laminage (figure IV.6).

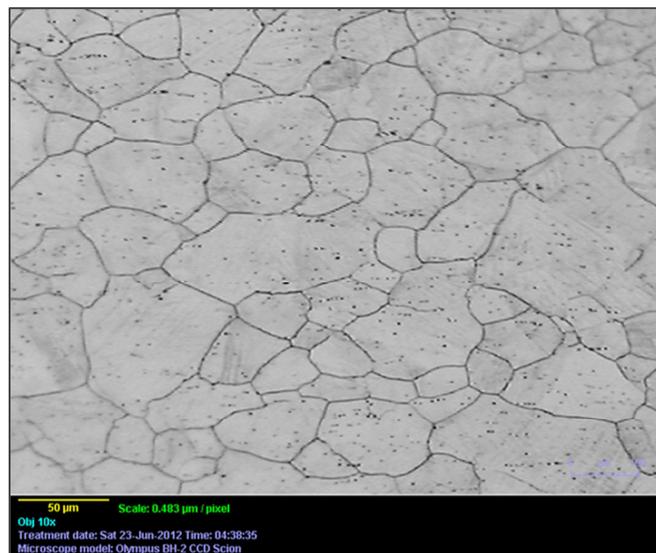
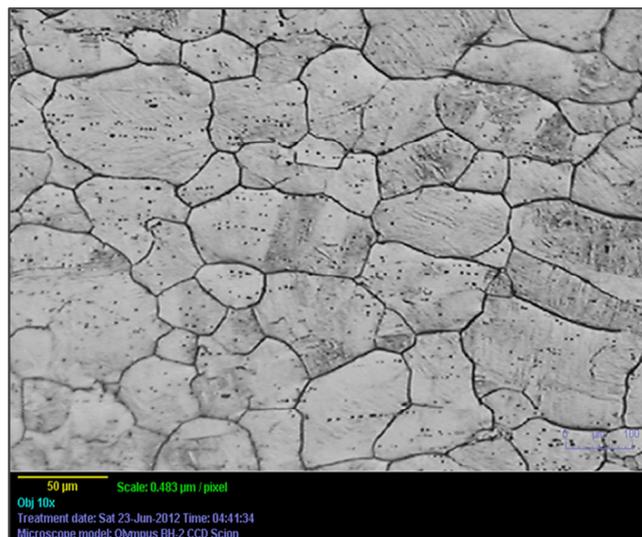


Figure IV.4 - microstructure après laminage pour un taux de déformation de 29.7%.



FigureIV.5 - microstructure après laminage avec un taux de déformation de 38%.

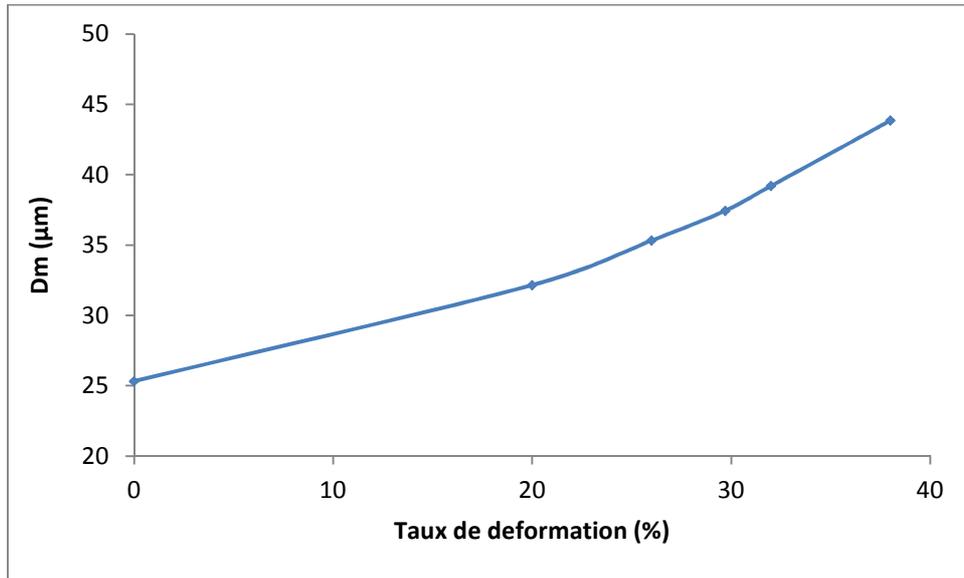


Figure IV.6 - Effet du laminage sur la taille du grain austénitique de l'acier 316L.

IV.3.2. Effets du laminage sur la micro-dureté

Le laminage engendre un durcissement de l'austénite qui est dû principalement à une augmentation de la densité de dislocation par déformation plastique (figure IV.7).

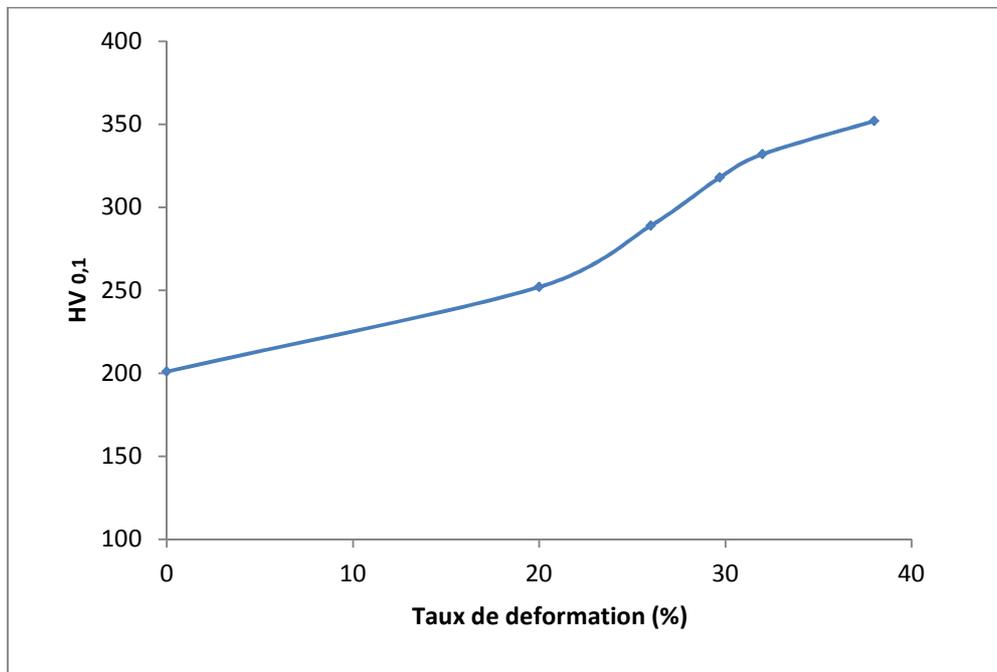


Figure IV.7 - effet du taux de déformation sur la microdureté.

IV.4.Effets des chocs thermiques

IV.4.1. Effets des chocs thermiques sur la structure

Le chauffage à 700 °C pendant 5 min est insuffisant pour provoquer la précipitation de carbures ou de la ferrite δ car le temps d'incubation de ces deux phases à 700°C est élevé.

-Donc le choc thermique n'affecte pas la structure micrographique qui demeure austénitique pour tous les cycles de choc.

-Pour les échantillons soudés ayant subis des cycles de choc thermique, le taux de ferrite ne change pas pour les mêmes raisons décrites précédemment.

IV.4.2. Effets des chocs thermiques sur la micro-dureté

Les chocs thermiques sévères appliqués sur l'acier, ont provoqués un durcissement de l'austénite. Après 30 chocs, les variations du durcissement ont atteint 50 % ce qui traduit l'importance des contraintes thermiques introduites (figure IV.10).

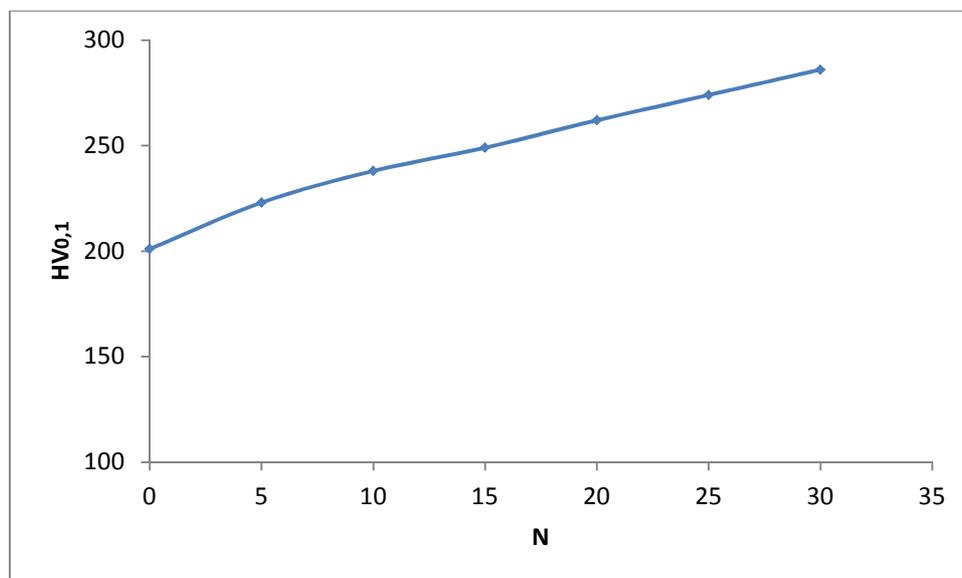


Figure IV.8 - Effets du nombre de choc thermique sur la dureté de l'austénite de l'acier 316L.

IV.5. Fissuration par corrosion sous contrainte

IV.5. 1. Corrosion sous contraintes résiduelles de laminage

Pour les échantillons qui ont subis une déformation à froid par laminage à un taux de 38 % on constate l'apparition d'une fissuration par corrosion sous contrainte qui débute de la surface, avec une propagation mixte intergranulaire et transgranulaire (figure IV.9et IV.10)

De taille importante, la largeur de la fissure atteint une valeur comparable avec les dimensions des grains d'austénite (figure IV.11), après une exposition de 72 heures dans la solution de MgCl₂ à 140°C.

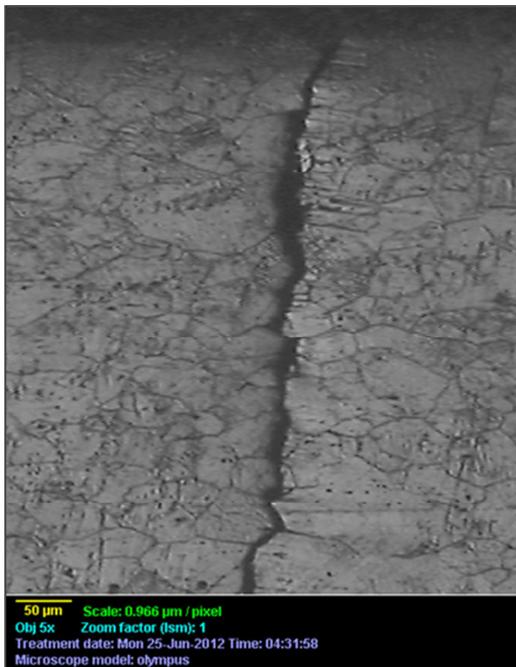


Figure IV.9-Fissuration pour 38% de déformation

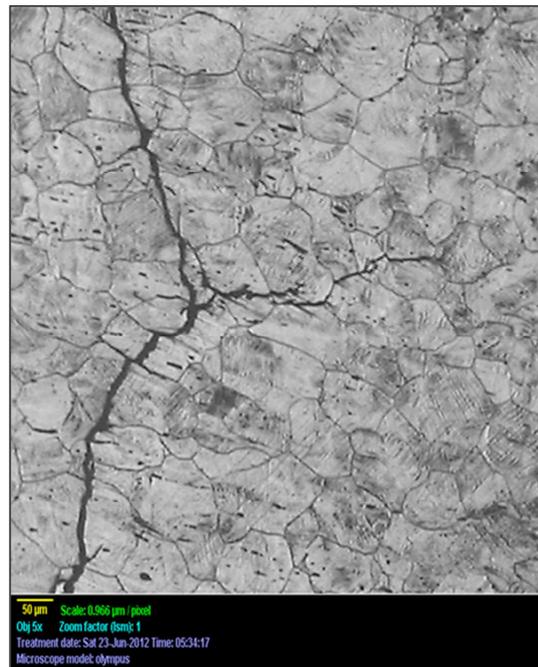


Figure IV.10-Propagation de la fissuration

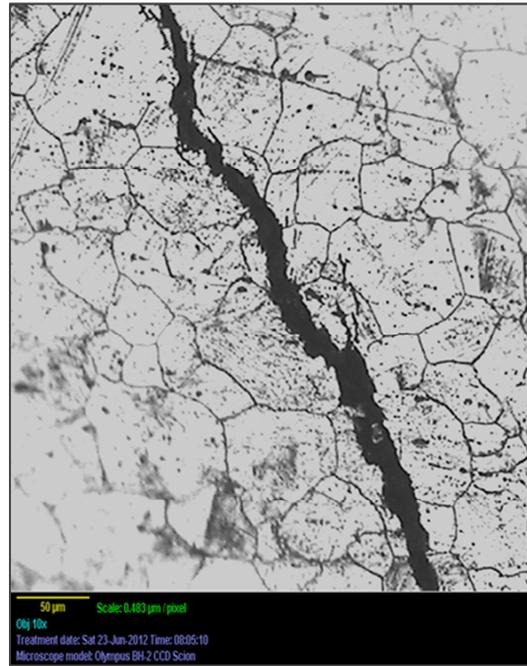


Figure IV.11-Taille de la fissuration à 38% de déformation.

Pour un taux de déformation de 29.7% la fissuration, est essentiellement intergranulaire, avec une largeur plus faible par rapport à celle obtenue pour une déformation de 38 % (figure IV.12).

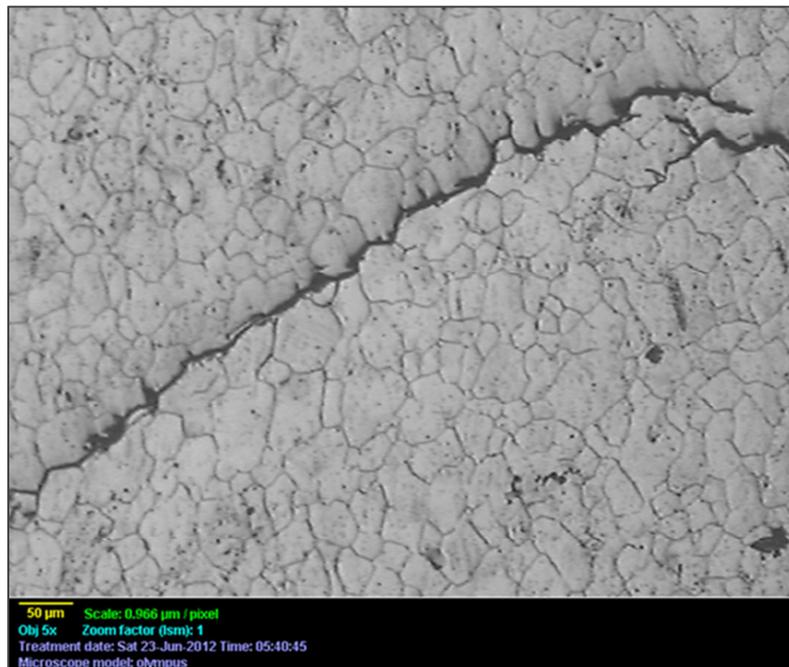


Figure IV.12-Fissuration pour une déformation de 29.7%.

Pour un taux de déformation de 20% (figure IV.13) le mode de fissuration est toujours intergranulaire avec une largeur assez faible par rapport aux précédentes.

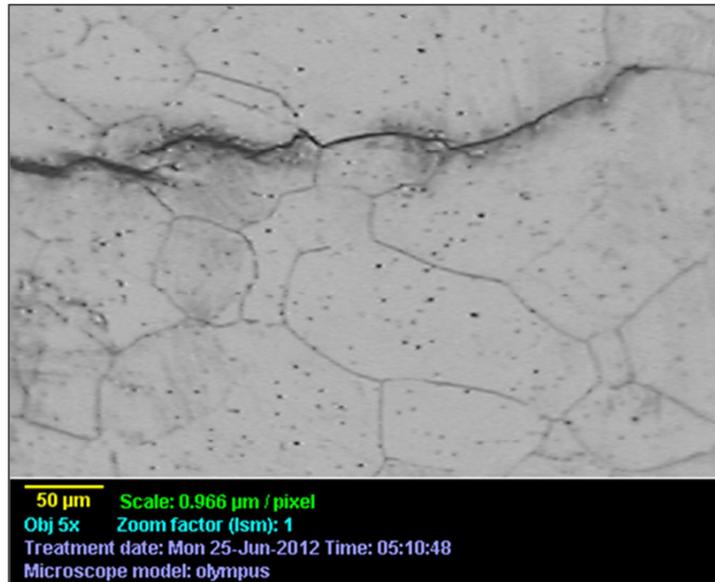


Figure IV.13-Fissuration pour une déformation de 20%.

IV.5.2. Corrosion sous contraintes thermiques

Pour les échantillons ayant subis des cycles de chocs thermiques, nous n'avons pas constaté l'apparition de fissuration par corrosion sous contrainte malgré une exposition dans la solution $MgCl_2$ pendant 72 heures à 140 °C. Les figures IV.14 et IV.15 présentent la structure obtenue après une exposition au milieu corrosif.



Figure IV.14 : Structure de l'acier de 20 chocs après essai de corrosion sous contrainte.

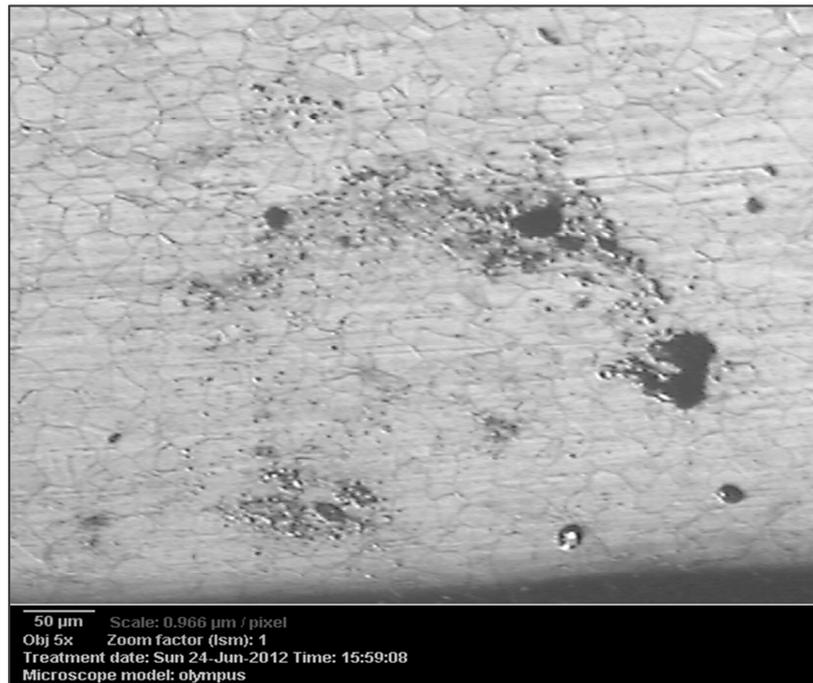


Figure IV.15: Structure de l'acier de 30 chocs après essai de corrosion sous contrainte.

IV.5.3. Corrosion sous contraintes thermiques de soudage

Pour l'échantillon soudé qui n'a pas subi de cycle de choc thermique, on constate une fissuration importante au niveau de la zone fondue et la zone de liaison comme montré dans les figures (IV.16, IV.17 et IV.18) suivantes. La fissuration formée dans la zone de liaison se produit dans la limite de la zone et avec une largeur importante.



Figure IV. 16 - fissuration dans la zone de liaison.

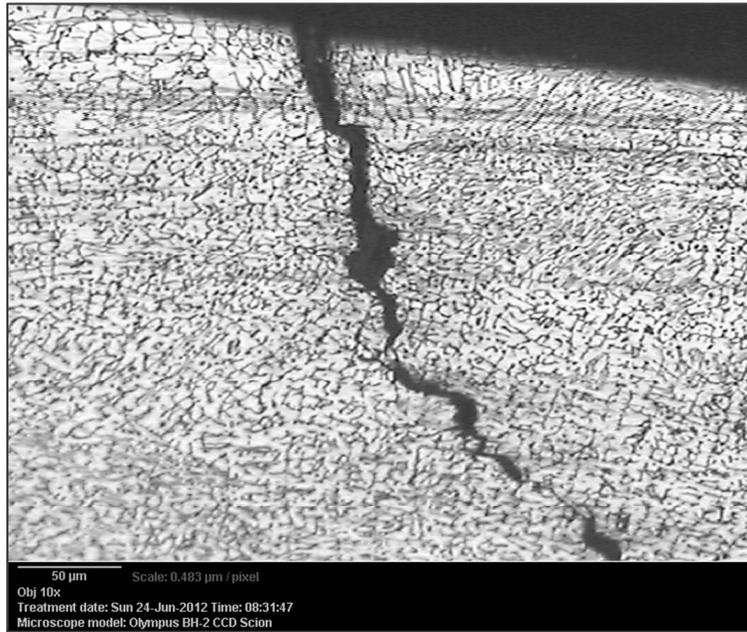


Figure IV.17 - fissuration dans la zone fondue à la surface de la soudure.

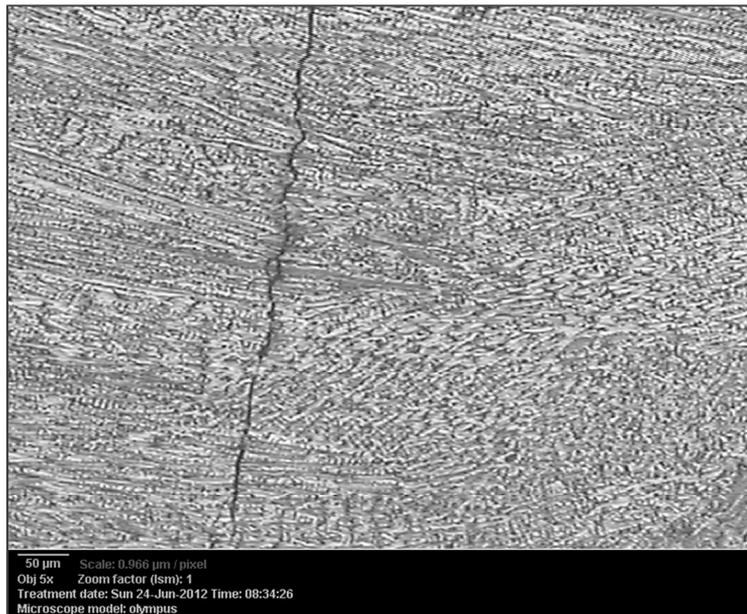


Figure IV.18 - fissuration dans la zone fondue dans le milieu de la zone.

La fissuration du joint soudé est due au champ de contraintes résiduelles de traction développé lors de l'opération de soudage. On constate que la taille de la fissuration développée en surface est plus importante que celle formée dans le cœur de la zone.

IV.5.4. Corrosion des soudures sous contrainte thermique

Pour la série d'échantillons soudés ayant subis des cycles de choc thermique, nous n'avons pas observé de fissuration par corrosion sous contrainte.

IV.6. Interprétations

La corrosion sous contrainte résulte de l'action combinée sur un matériau d'un milieu corrosif et d'une contrainte.

La contrainte doit être une contrainte de traction et l'initiation des fissures est, pour un alliage et un milieu donné, fonction d'une contrainte critique (σ_c) qui est nécessaire pour déclencher la fissuration par corrosion sous contrainte.

IV.6.1. Influence du laminage

Après avoir réalisé une déformation à froid par laminage, on a pu constater les résultats suivants :

On remarque en premier lieu un durcissement important de la structure austénitique qui est du à l'augmentation de la densité de dislocation. D'après [3], la création des dislocations et des défauts ponctuels consomme de l'énergie élastique qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui et que l'on retrouve dans les champs de contraintes résiduelles et dans les contraintes propres des dislocations.

L'écrouissage peut donc agir indirectement sur le phénomène de corrosion sous tension par l'intermédiaire de ces contraintes résiduelles de traction

La présence de fissuration pour les différents taux de laminage après l'essai de corrosion confirme cet effet

La propagation des fissures a lieu en deux modes : intergranulaire ou bien transgranulaire, ça dépend du taux de déformation, tel que on a pu observer pour les taux de déformation élevés une transition du mode de fissuration intergranulaire à transgranulaire sur une même surface. D'après [27], la transition du mode de fissuration intergranulaire et transgranulaire vient du fait que les bandes de glissement sont devenues électrochimiquement plus actives que le joint de grain à donner naissance à une fissuration pour des taux de déformation importante de 30 à 40%

IV.6.2. Influence des contraintes de soudage

Après l'exposition de l'échantillon soudé à la solution corrosive on a constaté l'apparition de fissurations dans la zone fondue et la zone de liaison. D'après [6], la fissuration est due aux champs de contraintes et de déformations résiduelles développés lors de l'opération de soudage

Plus le gradient de température est élevé, plus les contraintes sont susceptibles d'être importante après retour à température ambiante. Ce qui explique la fissuration dans la zone fondue.

Dans la zone de liaison, il y a un écrouissage lié aux incompatibilités de dilatation lors du soudage. Le durcissement lié à cet écrouissage a conduit à une fissuration importante.

IV.6.3. Influence des contraintes thermiques

- **Cas de l'acier 316L**

Nous avons réalisé une série de choc thermique dans le but d'introduire des contraintes résiduelles d'origines thermiques. Après essai de corrosion on a constaté l'absence de fissuration par corrosion sous contrainte. Ceci peut être expliqué par le fait que les contraintes développées pour les 30 chocs réalisés ont été insuffisantes pour l'initiation d'une fissuration de corrosion sous contrainte. Par ce résultat on peut confirmer l'importance du seuil critique de la contrainte résiduelle pour le déclenchement d'une corrosion sous contrainte.

- **Cas du soudage**

Pour les échantillons soudés ayant subis différent cycles de chocs thermiques, il n'y a pas eu de fissuration par corrosion sous contrainte. Ceci est probablement dû à un traitement de détensionnement provoqué par le chauffage lors des chocs.

Conclusion générale

Ce travail nous a permis de comprendre le phénomène de corrosion sous contrainte ainsi que les paramètres les plus importants influençant sur ce type de corrosion.

Pour mieux mettre en évidence le phénomène de corrosion sous contrainte de l'acier AISI 316L, on a réalisé une déformation à froid par laminage à différents taux.

- pour cette première partie, on a observé des fissurations dues à l'effet combiné de l'écroutissage et du milieu chloruré, ce qui confirme que l'effet de l'écroutissage a une influence directe sur le comportement de cet acier envers la corrosion sous contrainte.

Afin de déterminer l'importance de la nature des contraintes qui ont une influence sur ce type de corrosion, on a procédé à des différents cycles de choc thermique.

-pour le cas des contraintes résiduelles thermiques, il n'y pas eu de fissuration sous contrainte, ceci est probablement dû au fait que le seuil de la contrainte critique pour le déclenchement d'une fissuration n'a pas été atteint pour le nombre de chocs réalisé.

Notre troisième partie a porté sur le comportement de la soudure de cet acier dans notre solution corrosive choisie, la zone fondue ainsi que la zone de liaison ont présenté des fissurations assez importantes, ce qui met en évidence l'importance du champ de contraintes résiduelles de traction provoqué par l'opération de soudage et qu'un traitement de détensionnement permet d'éviter la fissuration.

✓ **Perspectives**

Nous souhaitons que cette étude soit complétée par d'autres méthodes de caractérisation (MEB, diffraction X) pour une analyse plus complète du phénomène.

Il sera très intéressant de pouvoir quantifier les contraintes résiduelles afin de déterminer le seuil nécessaire de la contrainte pour avoir une corrosion sous tension et pouvoir si possible éviter cette forme dangereuse de corrosion.

Bibliographie

- [1] **Laurent BUCHER**- thèse doctorat : Etude de l'endommagement en fatigue thermique des aciers inoxydables – **17 décembre 2004.**
- [2] **Euro inox et le steel Construction Institute** – Structure en acier inoxydable Guide de conception – **3eme édition -2006.**
- [3] **Fouad ATMANI** – magister : Comportement électrochimique d'un dépôt PVD du titane sur l'acier inoxydable austénitique AISI 316L laminé à froid, en milieu physiologique simulé – **5 mai 2005.**
- [4] **Jean BARRALIS – Gérard MAEDER – J.P. TROTIGNON**, Précis Métallurgie, élaboration, structures-propriétés, normalisation, **Edition 2004.**
- [5] **Metals handbook** – volume 06 – Welding brazing and soldering – **1993.**
- [6] **Hacène SERRAR** – magister : Essai de traction assisté par corrélation d'images sur joints soudés en acier inoxydables austénitiques – **12 novembre 2009.**
- [7] **P. LACOMBE, b. BAROUX, g, BERANGER** - Les aciers inoxydables - Les éditions de physique - **1990.**
- [8] **Technique d'ingénieur** - Pièce mécanique soudées – matériaux – **bm 5187.**
- [9] **Quentin AUZOUX** – thèse : Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques – influence de l'écroutissage sur l'endommagement intergranulaire – **23 janvier 2004.**
- [10] **H.S. KHATK – Baldev Raj** – Corrosion of austenitic stainless steel – **2002.**
- [11] **Madeleine Durand-Charre** – La microstructure des aciers et des fontes – **2003.**
- [12] **Hania HACHEMI** – Etude de l'influence du milieu sur le comportement électrochimique de l'acier inoxydable AISI 316L – **juin 2009.**
- [12] **Madeleine Durand-Charre** – La microstructure des aciers et des fontes – **2003.**
- [13] **Technique d'ingénieur** – Aciers inoxydables – Propriétés. Résistance à la corrosion – **m 4541.**
- [14] **Technique d'ingénieur** – Usinabilité des aciers inoxydables – **m 726.**
- [15] **Technique d'ingénieur** - Soudage et soudabilité métallurgique des métaux – **m 715.**
- [16] **Technique d'ingénieur** – Chaudronnerie en aciers inoxydables – **bm 6570.**
- [17] **Technique d'ingénieur** – Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages – **m150.**
- [18] **Pierre LAGHOUTARIS** – corrosion sous contrainte de l'alliage 600 – **6 février 2009.**
- [19] **Nestor PEREZ** - Electrochemistry and corrosion science – **2004.**
- [20] **E. MCCAFFERTY** - Introduction to corrosion science – **2010.**

- [21] **Gérard BERANGER** – Corrosion des métaux et alliages – **2002**.
- [22] **Technique d'ingénieur** – Métaux et alliages passivables – **m 153**.
- [23] **Brian Ralph** - Corrosion science and technology – **2000**.
- [24] **Metals handbook volume 13A** – corrosion: fundamentals, testing, and protection – **2003**.
- [25] **Didier CARON** – these : influence de l'hydrogène sur la vitesse de propagation des fissures de corrosion sous contrainte dans l'alliage 600 – **4 octobre 2000**.
- [26] **Science direct** – The stress corrosion cracking behavior of austenitic stainless steels in boiling magnesium chloride solutions – **2007**.
- [27] **Corrosion science** – Effects of prior cold work and sensitization heat treatment on chloride stress corrosion cracking in type 304 stainless steels – **2001**.
- [28] **J.R. Davis** - Corrosion of weldments – **2006**.
- [29] Les différentes formes de corrosion aqueuse – **séminaire (google)**.