Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique *Ecole Nationale Polytechnique*



DEPARTEMENT DE METALLURGIE

Mémoire de Magister :

BERGUIGA Talha

THEME

Caractérisation de l'état de déformation et comportement à la recristallisation des soudures en acier inoxydable 316L.

Soutenu devant les membres de jury :

Pr. S. SALHI Mc. M.L. DJEGHLAL Cc. K.ABADLI Cc. A. Kasser Pr. BOUABDALLAH Mabrouk Mme. REHOUMA Kheira Président Examinateur Examinateur Examinateur Directeur de Mémoire Codirectrice de Mémoire

Juin 2007

E.N.P, B.P 182, 10 Avenue Hassen Badi, El-harrach, Alger

ملخص:

لقد تم إدراج الفواليذ غير القابلة للتأكمد من أجل التغلب على مشاكل الصدأ المطروحة من طرف الخلائط الحديدية. من جهة أخرى، تستعمل هذه الفواليذ بكثرة حتى عند درجات عالية من الحرارة تحت إجهاد، وفي هذه الحالة يمكن لآلية استعادة البلورة أن تنطلق. سنقوم في هذا البحث، بتعيين خصائص حالة التشوه و دراسة ظاهرة استعادة البلورة في تلحيمة من الفولاذ غير القابل للتأكمد من نوع 16L. لقد تقرر في هذه المادة المدروسة، أنه أثناء التشوه بالشد تكون المستويات (111) و (100) هي الفاعلة. كما أظهرت اختبارات الشد استقرار توزع التشوه على طول التلحيمة على مستوى المعدن الأساسي، غير أن قيمة التشوه تنخفض في المنطقة المنصهرة. كما سمحت هذه الدراسة، بإبراز تأثير نسبة التشوه على آلية استعادة البلورة. في الحقيقة، كلما زادت درجة التشوه ، كلما انخفضت درجة الحرارة الضرورية لانطلاق آلية استعادة البلورة. تعيين الخصائص. كلمات مفتاحية فولاذ غير قابل للتأكسد عادل.

ABSTRACT

The stainless steels were developed to solve the problems of wet corrosion raised by ferrous alloys. In addition, they are largely used even at temperatures relatively high under pressure; in this case the mechanism of recrystallization can start. In this work, we propose to characterize the state of deformation and to study the recrystallization of a stainless steel welding of type 316L.

It was established in the studied nuance, that during the deformation by traction, the dense families of plans, in fact the plans (111) and (100) can be activated. The mechanical tests of controlled deformations and deformation until rupture show that the distribution of the deformation along a bead welding is appreciably constant on the base metal, but it drops in the molten zone. This study also allowed, to show the effect of the rate of deformation on the mechanism of recrystallization, indeed, Increasing the degree of deformation decreases the temperature required for recrystallization.

Key words

Stainless steel austenitic 316L, Welding, Deformation, Recrystallization, Characterization

Résumé

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. Par ailleurs, ils sont largement utilisés même à températures relativement élevées sous pression ; cas auquel le mécanisme de recristallisation peut s'amorcer. Dans ce travail, on se propose de caractériser l'état de déformation et étudier la recristallisation d'une soudure en acier inoxydable du type 316L.

Il a été établi dans la nuance étudiée, que lors de la déformation par traction, les familles de plans denses, en l'occurrence les plans (111) et (100) sont activables. Les essais mécaniques de déformations contrôlées et déformation jusqu'à rupture, montrent que la distribution de la déformation le long d'un cordon de soudure est sensiblement constante au niveau du métal de base, mais elle baisse au sein de la zone fondue. Cette étude a permis également, de mettre en relief l'influence du taux de déformation sur le mécanisme de recristallisation, en effet, plus le degré de déformation est important, plus la température exigée pour amorcer la recristallisation est faible.

Mots clefs :

Acier inoxydable austénitique 316L, Soudage, Déformation, Recristallisation, Caractérisation.

A Mes Parents

Remerciements

Je remercie tout d'abord *Allah* le tout puissant, de m'avoir donné le courage et la patience afin de mener à bien mon Mémoire de Magister.

J'exprime ma profonde gratitude à, Mr M. BOUADALLAH et Mme K.REHOMA pour leurs conseils judicieux, et orientations tout au long de ce travail

Je tiens aussi à remercier tous les membres de jury d'avoir accepté d'examiner et de juger mon travail.

Je *tiens à remercier également* tous les responsables et personnels du laboratoire de mécanique du centre de soudage CSC, à CHERAGA pour leur immense dévouement et leur aides techniques et scientifiques.

Je remercie Mr BEZEZI, le responsable du laboratoire de génie des matériaux à l'Université de Boumerdès.

Je remercie Mr BELHADEF le responsable du laboratoire de Métallurgie, du département de Génie Mécanique.

J'aimerai remercier Mr DIB le Chef du service CND au Centre de Recherche de Sonelgaz, d'avoir accepter effectuer des analyses métallographiques.

Mes remerciements à tous ceux qui ont contribué à ma formation depuis mon jeune âge, et aux enseignants du département de métallurgie, qu'ils trouvent dans ce mémoire le bien de ce qu'ils m'ont appris.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE 1 Les aciers inoxydables

1 .Généralités :	3
1.1 Introduction :	3
1.2 L'origine de la résistance à la corrosion dans les aciers inoxydables :	3
1.3 Système Fer Chrome et ses dérivés	4
1. 3.1 Systèmes fer chrome :	4
1.3. 2 Système fer chrome nickel :	5
1.3. 3 Système Fe-Cr-Ni-M :	6
1. 4 Classification des aciers inoxydables :	8
1.5 Les propriétés générales des aciers inoxydables :	8
2. Les aciers inoxydables austénitiques :	10
2.1 Introduction :	10
2. 2 Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques :	10
2.3 Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques :	10
2.3.1 Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique :	11
2.3.2 Les modes de solidification dans les soudures en acier austénitique :	12
2.3.3 Propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique :	13
2. 3 .4 Prévision de la microstructure du métal déposé :	13
2.4 Déstabilisation de l'austénite :	15
2. 4.1 Déstabilisation de l'austénite en martensite :	15
2.4.2 Précipitation des carbures :	16
2.4.3 Formation de la phase intermétallique sigma (σ):	18
Références bibliographiques :	19

CHAPITRE 2 Déformation et Recristallisation dans les métaux c.f.c

1.	Déformation plastique dans les matériaux	20
	1.1 Introduction	20
	1.2 Aspects mécaniques de la déformation	20
	1.3 Aspects métallurgiques de la déformation	21
	1.3.1 Mécanismes de déformation plastique	21
	1.3.2 Rotation du réseau sous l'action d'une contrainte de traction	23
	1.3.3 Loi de Schmid	24

2. Recristallisation et restauration	25
2.1 Introduction (Principe et mécanismes de la recristallisation)	25
2.2 Restauration	25
2.3 Recristallisation	26
2.3.1 Recristallisation primaire :	26
2.3.2 Recristallisation secondaire :	29
2.3.3 Conditions d'équilibre des joints des grains	29
2.4 Effets de l'état structural sur la recristallisation	32
2.4.1 Influence de la taille de grains initiale sur la recristallisation	32
2. 4.2 Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation	32
Références bibliographiques	35

CHAPITRE 3 Techniques expérimentales

1. Présentation du matériau	36
1.1 Analyse chimique et caractéristiques mécaniques	37
1.2 Analyse métallographique	37
a) Aspect micrographique	38
b) Taux de ferrite	38
2. Soudage	38
2.1 Energies mises en jeu lors du soudage:	41
2.2 Mode de solidification :	41
3. Essais mécaniques :	42
3.1 Principe de l'essai de traction	42
3.2 Eprouvette utilisée dans le cas d'essai de traction jusqu'à rupture	45
3.3 Eprouvette utilisée dans le cas d'essais de déformation contrôlée	46
4. Traitements thermiques	48
5. Techniques de caractérisation	49
5.1 L'analyse métallographique :	49
5.2 Essais de dureté	50
Références bibliographiques	52

CHAPITRE 4 Résultats et interprétations

1. Caractérisation de la soudure de référence	53
---	----

1.1 Caractérisation métallographique1.2 Histogramme de dureté	53 55
 2. Etude de la déformation localisée. 2.1 Essais de déformation contrôlée. 1.1 Essai de déformation jusqu'à rupture : 	56 56 61
 3. Caractérisation métallographique de l'état de déformation 3.1 Caractérisation métallographique de l'état faiblement déformé 3.2 Caractérisation métallographique de l'état de rupture 	62 62 65
 4.1 Pour les échantillons faiblement déformés. 4.2 Pour les échantillons fortement déformés . 	70 70 72
Références bibilographiques	77

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 78

ANNEXE 01	79
ANNEXE 02	84

Introduction générale

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une bonne résistance à la corrosion, ainsi que de bonnes propriétés mécaniques depuis la température de l'azote liquide jusqu'à 650°C environ. Ils ont une forte capacité d'écrouissage 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 notamment dans les unités de production électrique et les centrales nucléaires.

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

Une pression de 240 bars et une température de 550°C sont actuellement les conditions de service dans les centrales thermiques classiques. Le développement de nouvelles unités de production dites supercritiques et ultra-supercritiques dont la pression et la température en service visées sont respectivement de 300 bars et 650°C est un objectif ambitieux.

La réalité montre que la combinaison d'une sollicitation mécanique avec une autre thermique (simultanément ou bien séparément) est accompagnée généralement avec le lancement de beaucoup de mécanismes pouvant induire des changements au niveau des propriétés des éléments sollicités. L'un des ces mécanismes est la recristallisation.

Dans la présente étude, nous nous proposons d'étudier les modes de déformation mises en jeu lors d'un essai de traction, et la recristallisation dans un joint soudé en acier inoxydable austénitique du type 316L.

Le présent mémoire est organisé selon le plan suivant :

Dans le premier chapitre, nous donnerons quelques notions de base sur les aciers inoxydables en général, un soin particulier est apporté à la famille des austénitiques, objet de notre étude.

Le deuxième chapitre, est consacré pour décrire quelques éléments de métallurgie concernant la déformation plastique dans les métaux c.f.c et les mécanismes de restauration et de recristallisation.

Dans le troisième chapitre, nous présenterons le matériau sur lequel notre étude a été réalisée ainsi que la description des modes opératoires de toutes les techniques expérimentales utilisées

Enfin nous exposerons les conclusions de l'étude et nous proposerons de nouvelles perspectives de recherche et de développement concernant le comportement à la recristallisation des aciers inoxydables austénitiques.

Une liste des références bibliographiques est insérée à la fin de chaque chapitre.

Les aciers inoxydables

1. Généralités :

1.1 Introduction :

Les aciers inoxydables ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux [1]. Développés industriellement à partir du début du vingtième siècle, la croissance de leur production se poursuit régulièrement vu leur large domaine d'utilisation.

Par définition les aciers inoxydables sont des alliages fer – chrome dont la teneur en chrome est au minimum de 10.5% et qui peuvent contenir :

- Des éléments d'addition nécessaires à leur fabrication : Mn, Si
- Des impuretés S, P et pour certains C, N
- Des éléments d'alliage tels Ni, Mo, Ti, Cu, W, Al et pour certains Mn, Si, C et N.

Ces éléments d'alliage sont ajoutés en quantités variables pour modifier en les améliorant certaines propriétés des aciers inoxydables [2].

1.2 L'origine de la résistance à la corrosion dans les aciers inoxydables :

La résistance à la corrosion dans les aciers inoxydables est due au phénomène de passivité qui se caractérise par la présence d'un film très mince en Cr2O3 (épaisseur de l'ordre de 10 à 20 nm), appelé film passif ou couche passive, à la surface de l'alliage métallique qui rend sa vitesse de corrosion négligeable. Le film passif, fortement solidaire du substrat métallique, empêche ou rend insignifiant le contact entre l'alliage et les agents plus ou moins agressifs du milieu environnant.

Pour que le phénomène de passivité puisse s'établir, et se maintenir, il est nécessaire que l'alliage fer-chrome ait une teneur minimale en chrome de l'ordre de 11 %. De plus, si la couche passive devait être détruite localement par suite d'un endommagement accidentel (rayure par exemple), elle possède la propriété de pouvoir se reconstituer dans un grand nombre de milieux, ce qui traduit la propriété d'autopassivation de l'alliage métallique dans ce milieu.

1.3 Système Fer Chrome et ses dérivés :

1. 3.1 Systèmes fer chrome :

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer - chrome (figure 1.1) montre que l'existence de la phase γ est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle γ » ; cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique (ayant une structure CC), favorise le développement du domaine α .



Figure 1.1 : Diagramme Fe- Cr [4]

Le détail de la boucle γ (figure 1.2), montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe - Cr subit au chauffage une transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ et inversement au refroidissement. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine α existe. L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase α). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases γ et α coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée $\alpha+\gamma$.



Figure 1.2 : Le détail de la boucle γ [4].

1.3. 2 Système fer chrome nickel :

Le nickel, élément gammagène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure 1.3 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle γ vers les teneurs élevées en chrome lorsqu'on augmente la teneur en nickel.

Mais généralement, il est remarquable qu'il faille une teneur beaucoup plus importante en Ni pour élargir la boucle γ qu'il n'en faut avec l'addition de carbone ceci démontre que le carbone à un pouvoir gammagène beaucoup plus prononcé que le nickel [4].



Figure 1.3 : l'influence du Ni sur la boucle γ [4].

Dans la partie basse de diagramme fer chrome, entre 600 et 880 °C (figure 1.4) apparaît une nouvelle phase appelée sigma (σ) fragilisante de composition entre 45 et 50% Cr et de structure quadratique. En dessous de 820°C se produit une démixtion ou encore une décomposition de la phase α (CC) en deux phases α et α ' de même structure mais de teneurs en Cr différentes.



Figure 1.4 : Diagramme d'équilibre des alliages binaires fer-chrome à des températures inférieures à 850 °C [4].

1.3. 3 Système Fe-Cr-Ni-M :

On note par M, les principaux éléments d'alliages fréquemment rencontrés dans les alliages Fe-Cr-Ni, dans ce paragraphe on va présenter brièvement l'influence de ces éléments sur le système Fe-Cr-Ni :

Le manganèse étant un élément gammagène, stabilise l'austénite formée à haute température mais ne contribue pas à sa formation.

La figure 1.5 montre, en fonction des teneurs respectives en chrome et en nickel, les limites entre les aciers inoxydables monophasés et biphasés austénitiques suivant la teneur en manganèse.



Figure 1.5: Structure des alliages Fe Cr Mn en fonction de la teneur en Ni [4].

Le carbone et l'azote : Le carbone et l'azote, deux éléments fortement gammagènes, contribuent à stabiliser l'austénite. Cet effet de stabilisation est montré sur la figure 1.6.

La solubilité de carbone diminue lorsque la température décroît et une certaine proportion de carbone précipite lentement sous forme de carbures riches en chrome $Cr_{23} C_6$ qui sensibilisent l'acier à la corrosion intergranulaire.



Figure 1.6 : L'influence du C et du N sur la boucle γ [4].

L'azote associé à une basse teneur en carbone permet d'atteindre des limites d'élasticité élevées sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.

Le silicium : autre élément alphagène, améliore les propriétés d'emploi à haute température mais diminue la résistance à la fissuration lors du soudage.

Le vanadium : élément alphgéne , il élève la résistance mécanique à chaud.

Le molybdène : élément alphagène, est fréquemment utilisé à la hauteur de 2 à 5 % pour améliorer la corrosion dans presque tous les milieux. Il favorise en outre la formation des phases intermétalliques, notamment la phase sigma σ fragilisante à l'ambiante [5].

Titane et niobium : ce sont deux éléments alphagènes. Ils fixent les éléments gammagènes C et N à l'état de carbures et de nitrures.

Le cuivre : il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid.

En fin, *Le soufre* (qui est une impureté), à des teneurs de l'ordre de 0,2 %, améliore considérablement l'usinabilité (tournage, fraisage, perçage, etc.).

1. 4. Classification des aciers inoxydables :

D'après ce qu'on a vu précédemment, l'étendue du domaine γ est très fortement influencée par les autres éléments d'addition et alliages. Certains auront tendance à favoriser l'existence de la phase α (structure ferritique); ce sont des éléments dits alphagènes. D'autres, à l'opposé, auront tendance à favoriser l'existence de la phase γ (structure austénitique); ce sont les éléments dits gamagènes. Suivant l'équilibre entre ces différents éléments, les aciers inoxydables peuvent avoir les structures suivantes :

Martensitique, dans lesquels la transformation ferrite (α) <==> austénite (γ) se produit comme dans les aciers de construction pour traitement thermique. La présence de chrome confère à ces aciers une forte trempabilité et,de ce fait au refroidissement après austénitisation, la transformation austénite(γ) ==>ferrite (α ') les amènent aisément à l'état martensitique ;

Ferritiques, qui, à la température ambiante ont une structure cubique centrée (α ou δ). dans cette catégorie on trouve des aciers dont l'état ferritique est stable à toute température, et d'autres aciers (dits parfois semi ferritiques) qui, à haute température subissent des transformations plus ou moins totales :

Ferrite (α) <==> austénite (γ) <==> ferrite (δ)

Austénitiques, qui à la température ambiante ont une structure cubique à faces centrées (γ). Cet état est obtenu par addition d'éléments gamagènes (Ni, C, Mn) ;

Auténoferritiques, dont la structure à la température ambiante est mixte ; c'est-à-dire constituée par un mélange de grains de ferrite et de grains d'austénite.

1.5 Les propriétés générales des aciers inoxydables :

Les propriétés générales des aciers inoxydables dépendent fortement de leurs structures. On a récapitulé les principales propriétés dans le tableau suivant :

	Ferritiques	Martensitiques	Austénitiques	Austénoferritiques
Masse volumique (g/cm ³)	7,8	7,8	7,9 à 8	7,87
Coefficient de dilatation à 300°C (10 ⁻⁵ K)	10 à 11,5	10,8 à 11,5	16,5	15
Conductivité thermique à 20° C (Ω .m ⁻¹ .K ⁻¹)	20,98	25,1	14,6	16,7
Capacité thermique (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	460	460	500	500
Résistivité (μ.Ω.cm)	55	55 à 60	72 à 74	70
Magnétisme	Ferromagnétique	Ferromagnétique	Amagnétique	Ferromagnétique
Limite d'élasticité Rp 0.2(N/mm ²)	370	590 (AISI 420)	270	620
Résistance à la rupture Rm(N/mm ²)	500	730-930 (AISI 420)	620	840
Allongement à la rupture A%	26	> 13 (AISI 420)	56	30
Module d'élasticité en traction 10 ³ N/mm ²	220	200 à 220	200	210

|--|

2. Les aciers inoxydables austénitiques :

2.1 Introduction :

Les aciers austénitiques au chrome nickel se caractérisent par leur haute résistance à la corrosion chimique, tant à l'ambiante qu'aux températures élevées. Ils sont les alliages de base pour l'élaboration d'un grand nombre d'aciers réfractaires et d'aciers inoxydables [5].

Leur relative facilitée de fabrication et de mise en œuvre, leur aptitude à la déformation et une grande résistance à la corrosion expliquent leur utilisation dans des domaines d'application très variés. 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.

Les aciers inoxydables austénitiques ne peuvent pas être durcis par trempe à température ordinaire : quelle que soit la vitesse de refroidissement, l'austénite ne se transforme pas en martensite. Par déformation à froid certains aciers inoxydables austénitiques moins stables subissent une transformation martensitique partielle [5].

Le soudage ou le maintien prolongé entre 425 et 800°C peuvent entraîner une sensibilisation à la corrosion intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques à haute teneur en carbone.

Des phases intermétalliques de type sigma (σ) sont susceptible de précipiter dans les aciers inoxydables austénitiques à haute teneur en chrome et contenant du molybdène : il s'en suit une fragilisation à la température ambiante. [5].

2. 2 Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques :

La classification générale suivante des aciers inoxydables austénitiques peut être proposée :[5]

- Les nuances de base du type 18-10 contenant 0,02 à 0,15% de carbone, plus ou moins sujettes à la sensibilisation à la corrosion intergranulaire selon leur teneur en carbone ;
- Les nuances dites stabilisées vis-à-vis de la sensibilité à la corrosion intergranulaire par des additions de titane ou de niobium ;
- Les nuances à basse teneur en nickel pour favoriser le durcissement par écrouissage ;
- Les nuances à haute teneur en nickel pour accroître l'aptitude à l'emboutissage profond et pour les applications cryogéniques ;
- Les nuances à résistance mécanique accrue par addition de l'azote ;
- Les nuances où le manganèse est substitué en partie au nickel ;
- Les nuances à résistance à la corrosion générale améliorée par addition de molybdène et par fois de cuivre ;
- Les nuances plus résistantes à l'oxydation à chaud grâce à une addition de N, Mo, W, V, Ti, Nb et B ;
- Les nuances pour électrodes de soudage ;
- Les nuances à usinabilité améliorée par addition de soufre, de sélénium, de cuivre,.....

2. 3 Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques :

Les aciers austénitiques et austénoferritiques ne présentent pas de zone fragile de soudage. Il n'y a donc pas de risques de fissuration à froid. Ces nuances sont dans l'ensemble considérées

comme facilement soudable [1]. Le risque principal, lors de soudage de ces nuances est le risque de fissuration à chaud.

Une soudure d'acier inoxydable austénitique peut être le siège d'une fissuration à haute température engendrée par le retrait (car les aciers inoxydables austénitiques ont un coefficient de dilation thermique élevé) et se développant à haute température (probablement au dessus de 1200 °C) dans les espaces interdendritiques du métal fondu.

La cause en serait l'existence d'un film liquide continu enrichi par le processus de solidification en certains éléments abaissant sa température de solidification tels que : S, Si, Nb, P, B ; et qui restent dans les espaces interdendritiques. Et donc aux joints de la structure de solidification.

La fissuration se développerait par suite du manque de cohésion dû à la présence du film liquide et / ou par suite de la fragilité à haute température des produits solidifiés à partir de ce film liquide [5].

Le remède le plus efficace contre ce risque de fissuration consiste à faire de sorte que le métal fondu contienne une certaine proportion de ferrite (δ) (de 3% à 8%) [5].

Cette fissuration à chaud peut également s'étendre, pour les mêmes raisons, dans les joints de grains de la ZAT au voisinage immédiat du métal fondu. Les remèdes applicables restent les mêmes.

2.3.1 Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique :

Une soudure d'acier inoxydable austénitique pourra, après son retour à la température ambiante se présenter comme suit : [2]

Métal fondu : il se solidifie à l'état austéno-ferritique ou totalement ferritique et sa transformation :

Ferrite (δ) \rightarrow Austénite (γ)

n'est généralement pas complète par suite de la rapidité du refroidissement. Il subsiste donc à la température ambiante une certaine proportion de ferrite (δ) 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 par la température (ZAT) : dans la zone affectée par la chaleur on peut distinguer :

Au voisinage du métal fondu, une partie dont la température a dépassé 1100°C environ et dont le métal a subi plus ou moins partiellement la transformation :

Austénite (γ) \rightarrow Ferrite (δ)

La rapidité de refroidissement peut faire que subsiste dans cette zone une certaine proportion de ferrite (δ). Il faut noter que l'existence d'une structure biphasée à haute température limite très sensiblement le grossissement des grains ;

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

Une partie enfin dont la température maximale a été comprise entre 500 et 850°C environ et dans laquelle des carbures de chrome se précipitent aux joint des grains d'austénite ;

2.3.2 Les modes de solidification dans les soudures en acier austénitique :

En fonction de la composition du métal d'apport, la solidification peut se produire selon différents modes (Figure 1.7) :

Mode A : solidification en austénite primaire ;

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

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

Mode F : solidification en ferrite primaire avec possibilité de nucléation de grains d'austénite au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstatten) [6].

Les cinétiques de disparition du liquide et de formation des différentes phases solides sont très différentes dans chaque cas. De même que la solubilité des impuretés telles que le S et le P qui peuvent contrôler la criquabilité à chaud du métal solidifié. Il est donc important de connaître avec précision les facteurs qui contrôlent la nature du dépôt primaire [7].

Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté Creq/Nieq. Les relations suivantes ont ainsi été établies [8] :

$$\begin{split} & \operatorname{Cr}_{eq} = \% \operatorname{Cr} + \% \operatorname{Mo} + 1.5 \% \operatorname{Si} + 0.5\% \operatorname{Nb} \\ & \operatorname{Ni}_{eq} = \% \operatorname{Ni} + 30 \% \operatorname{C} + 0.5 \% \operatorname{Mn} \\ & \operatorname{Cr}_{eq}/\operatorname{Ni}_{eq} < 1.25 = \stackrel{>}{_{\sim}} \operatorname{L} \xrightarrow{_{\sim}} \operatorname{L} + \gamma \xrightarrow{_{\sim}} \gamma \pmod{A} \\ & 1.25 < \operatorname{Cr}_{eq}/\operatorname{Ni}_{eq} < 1.48 = > \operatorname{L} \xrightarrow{_{\sim}} \operatorname{L} + \gamma \xrightarrow{_{\sim}} \operatorname{L} + \gamma + \delta \pmod{AF} \\ & 1.48 < \operatorname{Cr}_{eq}/\operatorname{Ni}_{eq} < 1.95 = \stackrel{>}{_{\sim}} \operatorname{L} \xrightarrow{_{\sim}} \operatorname{L} + \delta \xrightarrow{_{\sim}} \operatorname{L} + \delta \xrightarrow{_{\sim}} \gamma \pmod{F} \\ & \operatorname{Cr}_{eq}/\operatorname{Ni}_{eq} > 1.95 = \stackrel{>}{_{\sim}} \operatorname{L} \xrightarrow{_{\sim}} \operatorname{L} + \delta \xrightarrow{_{\sim}} \delta \xrightarrow{_{\sim}} \delta + \gamma \pmod{F} \end{split}$$

De nombreux aciers de la classe AISI 300 contenant 60 à 70 % de fer sont proches de la frontière entre les modes *FA* et *AF* correspondant au rapport $Cr_{eq}/Ni_{eq} = 1.5$. Il est alors difficile d'interpréter les microstructures.

Or il est important de déterminer si la solidification se produit en mode FA présentant la

meilleure résistance à la fissuration à chaud ou en mode AF qui, tout comme le mode A, est

plus sensible à ce type de fissuration [6].



Figure 1.7 : Différents modes de solidification primaire [6].

2.3.3 Propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique :

Les propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique ne posent généralement pas de problème [2]. En effet :

La résistance et la limite d'élasticité du métal fondu sont au moins égales à celles du métal de base (par suite de la présence de la ferrite et de l'effet du retrait qui écrouit le métal) ; la résilience est corrélativement abaissée mais reste à niveau largement acceptable ;

La résistance et la limite d'élasticité du métal à gros grains dans la Z.A.C sont légèrement abaissées mais retrouvent très rapidement le niveau convenable dés qu'une sollicitation provoque un léger écrouissage.

2. 3 .4 Prévision de la microstructure du métal déposé :

A- Notion d'équivalent en chrome et en nickel :

Chaque élément peut être affecté d'un coefficient qui représente son pouvoir alphagène ou gammagène de stabilisation de la ferrite ou de l'austénite. Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel, élément respectivement alphagène et gammagène ;

aux quels sont attribués arbitrairement le coefficient 1.la constitution des acier inoxydables à température élevée peut être prévue, en première approximation, à partir des sections isothermes du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni en y portant le point représentatif des valeurs des équivalents (% massique) en chrome et en nickel calculées, par exemple, à partir des formules suivantes :[5]

- Equivalent Ni = %Ni+%Co + 0,5(%Mn) + 0,3(%Cu) + 30(%C) + 25(%N).

-Equivalent Cr = % Cr + 2,0(% Si) + 1,5(% Mo) + 5,5 5(% Al) + 1,75(% Nb) + 1,5(% % Ti) + 0.75(% W).

La tendance relative des éléments à favoriser ou à contrarier la formation de ferrite a été quantifiée par de nombreuses formules de calcul des équivalents en chrome et en nickel [3].

B- Digramme de SCHAEFFLER et de DELONG:

Différents moyens ont été proposés pour permettre d'évaluer ce que sera la structure du métal déposé après son retour à la température ambiante en fonction de sa composition chimique. Les digrammes de Schaeffler et de Delong sont utilisés pour déterminer à titre indicatif la structure du métal déposé par soudage et sa teneur en ferrite.



Figure 1.8: Diagramme Schaeffler [4].



Figure 1.9 : Digramme de Delong [4]

2.4 Déstabilisation de l'austénite :

2. 4.1 Déstabilisation de l'austénite en martensite :

On distingue deux températures de transformation martensitique de l'austénite instable :

- la première, Ms, correspond à l'apparition de martensite d'origine thermique ;

- la seconde ; M_d , caractérise la possibilité de la formation de martensite sous l'effet d'une déformation plastique.

A) Transformation martensitique par refroidissement à basse température :

Par refroidissement rapide depuis 1050 et 1100°C, la transformation de l'austénite (structure CFC) en martensite α ' (structure CC) débute à partir de la température Ms, cette transformation se manifeste par l'apparition brutale de la martensite α ' formée selon un mécanisme de cisaillement qui implique l'existence de relations spécifiques d'orientation entre α ' et γ [3].

En effet :

 $(111)_{A}\,/\!/\,(110)_{\,M}$

Tous les éléments en solution solide dans l'austénite abaissent la température Ms En effet : Ms = 502-810 (C%)-1230(%N) - 13(%Mn) - 30 (%Ni) -12 (%Cr) - 54 (%Cu) - 6 (%Mo)[3].

B) Transformation martensitique par écrouissage :

Sous l'effet de la déformation à froid, l'austénite peut se transformer en martensite au dessus de la température Ms.

La température Md (Md > Ms) a été définie comme la température au dessus de laquelle aucune transformation ne se produit quelle que soit la déformation.

La quantité de martensite formée est en fonction de plusieurs paramètres : composition chimique, mode et taux et vitesse de déformation, et naturellement la température.

L'effet des éléments d'alliage (pourcentage massique) est mis en évidence par la formule :[5]

 $-M_{d_{30}}(^{\circ}C) = 497 - 462(\% C + \% N) - 9,2(\% S) - 8,1(\% Mn) - 13,7(\% Cr) - 20(\% Ni) - 18,5(\% Mo)$ Dans le cas de l'acier inoxydable austénitique 316L sur lequel cette étude a été réalisée M_{d30} = - 153 °C.

 $O\hat{u}$: M_{d30} est la température à laquelle 50% de martensite est formée sous l'effet d'une déformation vraie de 30%.

Des études cristallographiques ont montré l'existence de martensite ε , de structure hexagonale compacte, à côté de la martensite α ' cubique centrée.

Cette martensite ε est non magnétique et difficile à détectée en microscope optique.

La martensite ε est formée dans les aciers inoxydables austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement. La martensite ε est obtenue par :

- Trempe à 196°C
- Trempe ou écrouissage à température ordinaire

si l'énergie de défaut d'empilement est respectivement inférieure à 43 et 30 mJ.m² [5].

2.4.2 Précipitation des carbures :

A) Nuances non stabilisées :

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent contenir jusqu'à 0,15% de carbone. La limite de solubilité du carbone dans une austénite du type 18-8 est indiquée sur le diagramme de la figure 1.10 par la ligne qui sépare le domaine purement austénitique du domaine biphasé (austénite +carbures). Les carbures précipités répondent à la formule $M_{23}C_{6}$. Ils sont principalement constitués de chrome, le chrome étant partiellement substitué par le Fe, le Mo et le Ni d'où la désignation possible (Cr, Fe, Mo, Ni)₂₃C₆.

Le maintient d'un acier inoxydable hypertrempé dans la zone de températures comprises entre 500 et 850°C provoque la précipitation aux joints des grains du carbone en sursaturation à l'état de carbures $M_{23}C_6$ riches en chrome.

Le molybdène et le Nickel diminuent la solubilité du carbone dans l'austénite et accélèrent la précipitation de $M_{23}C_6[5]$.



Figure 1.10: Solubilité du carbone à l'état de carbures $M_{23}C_6$ dans l'acier 18-8 [5].

L'azote à forte teneur réduit la diffusivité du chrome et du carbone dans l'austénite ralentissant ainsi la précipitation et la coalescence des carbures $M_{23}C_6$. le carbone est partiellement substitué par l'azote dans $M_{23}C_6$ pour former $M_{23}(CN)_6$.

L'addition de l'azote peut par contre, accélérer la précipitation des carbures $M_{23}C_6$ quand la teneur en carbone est supérieure ou égale à 0.08%.

La précipitation intragranulaire de $M_{23}C_6$ (de structure CFC) sur les dislocations est caractérisée par l'existence d'une orientation cristallographique entre la seconde phase et la phase solide mère :

$$\{100\} \gamma // \{100\} M_{23}C_6$$

 $<100> \gamma // <100> M_{23}C_6$

La relation d'orientation entre les deux réseaux cristallins est du type « cube sur cube » [5].

B) Nuances stabilisées :

L'addition de Ti ou de Nb ralentit la précipitation et la coalescence des carbures $M_{23}C_6$ riches en chrome. L'appauvrissement en carbone de l'austénite a lieu par formation sélective des carbonitrures Ti(C, N), Nb(C, N) et de Ti4C2S 2.

En présence de titane et de niobium, le calcul de l'équivalent en chrome doit prendre uniquement en compte le titane et le niobium libre, c'est-à-dire non fixés par le carbone et l'azote :

```
%Ti (solution solide) = %Ti (total) – 4[(%C - 0,03) + %N]
%Nb (solution solide) = %Ni (total) - 8[(%C - 0,03) + %N]
```

2.4.3 Formation de la phase intermétallique sigma (σ):

Les alliages à très haute teneur en chrome (Cr > 30 %) sont particulièrement sensibles à ce phénomène. Cependant, son domaine d'existence peut également être rencontré dans des nuances à 17 % de chrome ayant subi un long maintien en température dans l'intervalle 550 à 850 °C. Cette situation est rare et elle ne peut se présenter que, soit lors du refroidissement de pièces moulées présentant une très grande inertie thermique, soit lors du soudage multipasse à l'arc d'assemblages de forte section [10].

La figure 1.11 met en évidence l'influence des éléments d'alliage sur la cinétique de précipitation de la phase σ . Le chrome, le molybdène, le titane et le niobium favorisent la formation de la phase sigma (σ).L'addition de 2à 3% de Si à un acier inoxydable austénitique accélère aussi la précipitation de la phase σ .

La déformation à froid diminue le temps d'incubation qui précède la formation de la phase σ .

L'augmentation de la taille du grain austénitique, consécutive à un traitement d'hypertrempe effectué à plus haute température, retarde la précipitation de la phase σ .

Il est à noter aussi à ce sujet que la formation de la phase sigma (σ) dans une matrice austénitique est beaucoup plus lente que dans la ferrite. Et la présence de ferrite δ , en particulier dans les soudures, peut être à l'origine de la formation de phase sigma dans un acier inoxydable austénitique.[5]



Figure 1.11 : Taux de précipitation de la phase sigma à 700°C[5].

Références bibliographiques :

[1]: L. Colombie, J. Hochmann: Aciers inoxydables – Aciers réfractaires.

[2]: Collection ATS OTUA : Conseils pour le soudage des aciers inoxydables.

[3] : Technique de l'ingénieur : M4451 Les aciers inoxydables : résistance à la corrosion

[4] : Technique de l'ingénieur : Les aciers inoxydables : critère et choix M 4540

[5] : LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G, Les aciers inoxydables, Les éditions de

Physique, 1990

[6] : BERTRAND.CHASSIGNOLE : Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrason / Thèse de doctorat Lyon 2000.

[7] : K REHOMA : Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé. Mémoire de Magistère /ENP2002.

Déformation plastique et recristallisation

1. Déformation plastique dans les matériaux

1.1 Introduction

Etant donné que la matrice de l'acier inoxydable austénitique est constituée essentiellement d'austénite, nous nous limiterons à l'étude de la déformation plastique dans les matériaux métalliques de structure cubique à faces centrées (c.f.c),

L'étude de la déformation plastique a sans doute eu pour origine le souci de maîtriser le comportement mécanique des matériaux, et dans un premier temps, les métaux. De ce fait, elle a été longtemps empirique et ce n'est que depuis quelques dizaines d'années qu'ont été élaborés les concepts nécessaires à la compréhension des phénomènes physiques se produisant lors des écoulements plastiques [1].

1.2 Aspects mécaniques de la déformation

Lorsqu'un solide cristallin est soumis à une contrainte, il se déforme de manière réversible tant que la contrainte est inférieure à une certaine valeur critique, dite limite élastique. Audelà de cette contrainte critique, la déformation cesse d'être réversible. Lorsque la contrainte est supprimée, il subsiste une déformation, dite déformation plastique. Si l'on poursuit la déformation, le solide finit par se rompre.

Restreignons-nous dans ce qui suit à l'essai de traction à vitesse de déformation imposée, à température constante. La déformation plastique se caractérise par les observations suivantes [1]:

- La déformation plastique est thermiquement activée. Classiquement, la limite d'élasticité décroît avec la température.
- La déformation plastique induit, en général, un durcissement du matériau. Pour une déformation à vitesse imposée, le durcissement est défini par la pente θ de la courbe de traction (compression). Dans certains cas de recristallisation dynamique ou de

restauration la pente θ de la courbe de traction est négatif. On parle alors de l'adoucissement.

La limite d'élasticité croît en général avec la vitesse de déformation, il s'agit donc d'une contrainte d'écoulement.

 Les mesures de l'énergie emmagasinée dans l'échantillon au cours de la déformation plastique, montrent que cette déformation entraîne la création de défauts de structure (défauts ponctuels et dislocations). Toutefois, l'énergie emmagasinée n'est qu'une petite fraction (5 à 10%) de l'énergie développée pour déformer l'échantillon.

Une autre conséquence est que, en traction uniaxiale, la section de l'éprouvette décroît avec la déformation. Il en résulte un accroissement, d'origine géométrique, de la contrainte appliquée à l'échantillon.

1.3 Aspects métallurgiques de la déformation

1.3.1 Mécanismes de déformation plastique

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maclage mécanique.

Dans les matériaux de structure c.f.c, la déformation plastique à froid s'effectue essentiellement par glissement des dislocations parfaites sur les plans denses {111} (nombre d'atomes par unité de surface plus élevé) et dans les directions denses <110> (distance interatomique la plus courte) [2]. Ce mécanisme est majoritaire dans les matériaux à forte et moyenne énergie de faute d'empilement (aluminium $\gamma_{SFE} \approx 170 \text{ mJ.m-}^2$, cuivre $\gamma_{SFE} \approx 80 \text{ mJ.m-}^2$).

Cependant, on a observé dans certains cas très rares un glissement parallèlement aux familles de plans du type {001} ou {011} pour des orientations de l'axe de traction dans des directions bien particulières [3].

Un autre mécanisme, le maclage (*twinning*), peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique dans les matériaux de structure c.f.c [2], il provoque principalement un glissement constant sur toute l'épaisseur de la macle (voir la figure 2.1). Ce mécanisme intervient le plus souvent dans les cas suivants [3]:

- Il n'y a pas assez de systèmes de glissement pour satisfaire la condition de Von Mises qui stipule que pour assurer à chaque grain une déformation compatible avec l'ensemble, il faut faire intervenir au moins cinq systèmes de glissement indépendants.
- Le glissement est difficile (métaux c.c. en régime de basse température).

• L'énergie de faute d'empilement est faible (métaux c.f.c.), et c'est le cas des aciers inoxydables austénitiques qui présente une énergie de faute d'empilement γ_{SEF} relativement faible – de l'ordre de 20 mJ/m² à la température ambiante.

Les macles de déformations sont souvent d'épaisseur faible, typiquement en dessous de 1µm.



Figure 2.1: Les deux cristaux A et B sont rn position de macle [3].

De même que pour la déformation par glissement des dislocations, le maclage se fait selon des plans cristallographiques bien déterminés. Par exemple pour le réseau c.f.c le plan de maclage est la famille {111} dans la direction <112>.

En se basant sur des observations de microscopie électronique en transmission, Lacombe et al [4] décrivent les mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques de la façon suivante :

- A très basse température (γ_{SFE} < 20 mJ/m²) : Le glissement de dislocations partielles de type 1/6<112> crée des défauts d'empilement qui forment ensuite des microbandes de phase ε. Enfin, la martensite α' germe et croît aux dépens de la phase ε.
- Au voisinage de la température Md30 ($\gamma_{SFE} \approx 20 \text{ mJ/m}^2$) : Les dislocations sont peu dissociées. On observe la formation de phase ε et/ou du micromaclage
- Au dessus de la température Md30 ($\gamma_{SFE} > 20 \text{ mJ/m2}$) : Le glissement des dislocations non dissociées conduit à la formation de bandes de glissement puis de cellules.

• *Pour des températures proches de Tf/2 :* Les phénomènes liés à la diffusion prennent de l'importance. Les dislocations peuvent désormais monter sous l'effet de la contrainte et de la diffusion des lacunes. Le réseau de dislocations peut donc se restaurer partiellement. De plus, la précipitation se développe.

La capacité d'écrouissage des aciers inoxydables est particulièrement importante à basse température lorsque la déformation conduit à la formation de martensite. Cependant, à plus haute température, même lorsqu'il n'y a pas de formation de martensite, cette capacité d'écrouissage reste relativement élevée.

Sur le plan micrographique, un échantillon déformé est caractérisé par l'apparition des bandes de glissement, qui sont en fait des empilements de plans cristallographiques (voir la figure cidessous).



Figure 2.2: Schéma de la formation des bandes de glissement.

1.3.2 Rotation du réseau sous l'action d'une contrainte de traction

Considérons maintenant un échantillon monocristallin soumis à un essai de traction (figure 2.3). Le glissement selon des plans parallèles (1 e s p l u s d e n s e s) cause l'allongement de l'échantillon, mais aussi une translation de sa tête perpendiculairement à l'axe de traction (figure 2.3.d).

Les machines de traction ne permettent pas cette translation. Le réseau cristallin de l'échantillon change alors son orientation cristallographique par rapport à l'axe de traction et les têtes subissent une rotation pour pouvoir rester dans l'axe (figure2.3).



Figure 2.3: Rotation du réseau d'un monocristal déformé en traction [3].

On dit alors, que la déformation plastique ou encore le glissement sur les plans cristallographiques a provoqué une désorientation du cristal.

1.3.3 Loi de Schmid

.

La déformation plastique s'effectue donc suivant un nombre discret de modes de déformation. Quand on soumet un échantillon monocristallin à une force F en traction simple, seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. Considérons la composante tangentielle τ au plan de glissement et dans la direction de glissement. Avec les notations de la figure 2.4 ci-dessous, on obtient une expression pour cette scission τ :

$$\tau = \frac{F}{S_0} .\cos(\theta) .\cos(\chi)$$
(2.2)



Figure 2.4: Loi de Schmid.

Le terme ($\cos \theta$. $\cos \chi$) est appelé facteur de Schmid pour le système de glissement considéré. Il permet de calculer la contrainte macroscopique nécessaire à l'activation du système en fonction de la direction d'application.

2. Recristallisation et restauration

2.1 Introduction (Principe et mécanismes de la recristallisation)

Nous avons vu précédemment qu'au cours de l'écrouissage, le métal a emmagasiné de l'énergie (quelques dixièmes à quelques joules par cm³), grâce à l'accroissement de la densité de dislocation par rapport au métal parfait (de référence).

Pour conférer au métal les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit après déformation. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations. Lors du traitement thermique après déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types d'évolution structurale ont la même force motrice c'est-à-dire l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid [1].

2.2 Restauration

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade de "restauration" des propriétés mécaniques et physiques diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique par exemple. A ce stade il n'y a ni apparition de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants [5].

La diminution d'énergie libre est alors due [5]:

- à la réduction de la densité des défauts ponctuels : lacunes et interstitiels qui s'annihilent réciproquement ou s'éliminent sur les puits ou à la surface du métal.
- à l'annihilation des dislocations de signe opposé
- ➢ à la suppression des boucles de dislocations.

La restauration se fait en plusieurs étapes. Dans un premier temps, on assiste à une réorganisation de la sous-structure de dislocations. En favorisant la montée des dislocations par élévation de la température, on diminue la densité totale de dislocations par annihilation. Les dislocations et les parois se structurent pour former des sous-joints, c'est l'étape de polygonisation [6]. Puis, les sous-grains évoluent par mouvements des sous -joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée. Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain. Cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de faute d'empilement, éléments en solution solide et précipités). La restauration est d'autant plus

rapide et se fait à température d'autant plus basse que l'énergie stockée est plus élevée. La texture développée pendant la déformation ne change pas de manière appréciable pendant la restauration.

2.3 Recristallisation

La recristallisation correspond à la formation de nouveaux grains dans un matériau déformé et à la migration de joints de grains de forte désorientation dont la force motrice est principalement l'énergie de déformation stockée [7]. En observant la structure granulaire au cours d'un traitement de recristallisation on distingue deux processus successifs:

- Une recristallisation primaire;
- Une recristallisation secondaire.

2.3.1 Recristallisation primaire :

La recristallisation primaire est habituellement divisée en deux stades : la germination et la croissance des germes dans la matrice écrouie.



Figure 2.5: Les stades de la recristallisation primaire [8].

Cette recristallisation primaire est régie par six (6) lois, en effet un très grand nombre d'informations expérimentales au sujet de la recristallisation primaire, était le résultat de plus de soixante-dix ans, peuvent être récapitulées par les six lois suivantes [8]:

1) Une certaine déformation (critique) minimum est nécessaire pour lancer la recristallisation.

2) Plus le degré de déformation est petit, plus la température exigée pour initier la recristallisation est plus élevée également.

3) L'augmentation du temps de recuit diminue la température exigée pour amorcer la recristallisation.

4) La taille de grain finale dépend principalement du degré de déformation et d'une façon moins importante de la température de recuit. En effet on aura une taille de grain minimale dans la mesure où le degré de déformation est maximum et la température de recuit est minimale.

5) Plus la taille de grain initiale est grande, plus la déformation requise pour lancer la recristallisation est grande.

Une dernière loi, pas strictement concernant la recristallisation primaire, est:

6) Le chauffage continu, après que la recristallisation primaire soit terminée, favorise la croissance de la taille de grain.

a)Germination

La germination coïncide avec la formation de régions de faible taille exemptes de défauts, susceptibles de croître rapidement dans la matrice écrouie. La croissance des germes est d'autant plus rapide que la désorientation avec la matrice environnante est importante. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. L'orientation des germes est un élément important, puisqu'elle détermine en partie la texture de recristallisation. Chaque germe conserve le plus souvent l'orientation de la cellule dont il est issu. La distribution des orientations des germes est donc comprise dans la distribution des orientations dans l'état déformé [1].

De multiples observations expérimentales ont montré que la germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elle sont observée dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de forte déformation plastique [1,5,8] (telles que les bandes de cisaillement) ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de germination [1,8].

Plusieurs modèles de germination ont été élaborés :

 Germination de nouveaux grains par croissance de sous- grains (modèle de Cahn-Cottrell)

Ce modèle a été suggéré par Cahn et par Beck. Il a été étudié par la suite par Cottrell [5].

Pendant la croissance des cellules de polygonisation, les dislocations s'accumulent aux sousjoints et accroissent la désorientation de ces derniers. Les sous-joints se transforment alors en joints fortement désorientés et mobiles. Ainsi apparaissent des zones de faible densité de dislocations limitées par des joints thermodynamiquement aptes à migrer.

➢ Germination par coalescence des sous-grains

La coalescence de deux ou plusieurs sous-grains a été observée par Fujita [5]. Les mécanismes de cette coalescence ont été étudiés par Hu [9] et par Li [10,11]. Ils ont établi qu'il peut y avoir coalescence de deux sous-grains voisins par rotation de l'un des deux. Cette rotation place leurs réseaux parallèlement l'un à l'autre. Il y a alors transfert des dislocations du sous-joint qui disparaît au joint délimitant la nouvelle cellule formée. Cette nouvelle

cellule est plus grande que les anciennes et certains de ses joints peuvent présenter une forte désorientation et devenir mobiles. Il a été établi par Ryum [12] que les sous-joints ont tendance à se dissoudre lorsqu'ils sont adjacents à des joints de forte désorientation.

Germination des nouveaux grains par migration d'un joint préexistant à la déformation plastique.

Ce mécanisme apparaît lorsque le matériau est moyennement déformé. Un ou plusieurs sousgrains adjacents à un joint préexistant à la déformation vont croître par migration de cet ancien joint. Ce processus a été observé en microscopie optique par Beck et Sperry [11], et en microscopie électronique par Bailey et Hirsch [14, 15,16] qui ont donné une explication du mécanisme. Lors de la déformation plastique, deux grains d'orientations différentes se déforment différentes. Il arrive alors qu'après déformation plastique, les densités de dislocations soient très différentes des deux côtés d'un joint. Ce dernier peut alors migrer sous l'effet de la force chimique due à cette différence des densités de dislocations.

b) Cinétique de croissance

Lorsqu'un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître dans la matrice sous l'action de l'énergie de déformation stockée.

La vitesse de migration du joint qui sépare le germe potentiel en cours de croissance de la matrice écrouie dépend fortement :

- De la température,
- De la désorientation du grain en croissance avec la matrice,
- De la pureté du métal.

Beaucoup de travaux de recherche au sujet de l'analyse de la cinétique isotherme de recristallisation ont été lancés afin de pouvoir dériver des valeurs séparées pour le taux de

germination N, et le taux de croissance G [8]. Puisque ces quantités elles-mêmes sont souvent fonction du temps et G (vitesse de croissance) peut être anisotrope.

La plupart des investigateurs conviennent sur une équation résultante de forme :

$$\frac{dXv}{dt} = N \times G \qquad (2.5)$$

Avec :

$$Xv = 1 - \exp(-Bt^k)$$

Où Xv est la fraction de volume recristallisée, t est le temps, B et k sont des constantes.

Les valeurs de k sont généralement comprises entre 1 et 2; la valeur exacte change avec le type du matériau et les circonstances expérimentales.

La figure ci-dessous expose un exemple de la cinétique typique de recristallisation isotherme, obtenue ici par l'utilisation de la métallographie quantitative.



Figure 2.6 : cinétique de recristallisation pour l'Al déformé à 50% et recuit 350 °C (d'après

ANDERSON et MEHL 1954) [8].

2.3.2 Recristallisation secondaire :

Quand la recristallisation primaire est terminée, la structure de grain n'est pas encore stable. La force motrice principale, associée à l'énergie de déformation stockée, est dépensée, mais le matériau contient toujours les joints de grain qui ont une énergie inter-faciale.

La stabilité thermodynamique idéale est seulement atteinte quand l'échantillon s'est converti en un monocristal [8].

La vitesse de migration des joints de grains sera donc beaucoup plus faible que pendant la recristallisation primaire. Cette vitesse peut être différente dans les directions parallèles et perpendiculaires à la direction de déformation. Deux types de croissance peuvent avoir lieu.

Tout d'abord, peut se développer une croissance normale où la microstructure change de manière uniforme. Dans ce cas, il y a une faible gamme de tailles et de formes de grains.

Il existe néanmoins des circonstances pour lesquelles la microstructure devient instable et quelques grains grossissent exagérément; il s'agit de la "croissance anormale" ou discontinue de grains. Elle diffère de la croissance normale ou continue ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains [5].

2.3.3 Conditions d'équilibre des joints des grains

Dans ce qui suit, nous nous limitons à présenter l'équilibre des joints de grains dans deux configurations importantes : les joints triples et les joints courbés.

Equilibre d'un joint triple

Considérons l'intersection de 3 joints de grains formant un joint triple comme indiqué sur la figure 2.7. Le point d'intersection des joints est soumis aux forces de tension d'interface F_1 , F_2 et F_3 telles que:

$$F_1 = \gamma_1; F_2 = \gamma_2; F_3 = \gamma_3$$


Figure 2.7 : Représentation schématique d'un joint triple [17].

Il a été établi, dans le cas où les différentes tensions d'interfaces sont identiques, que la structure d'équilibre des grains est de forme cellulaire hexagonale (figure 2.8). Cette structure autorise un équilibre optimal entre les tensions de surface dans l'ensemble des interfaces planes [17].





Equilibre d'un joint courbé

Pour ce faire considérons le modèle atomique schématisé par la figure 2.9 ci-dessous, la différence de tension causée par la courbure de l'interface crée une différence d'énergie libre ΔG ou un potentiel chimique $\Delta \mu$ responsables de la migration d'atomes entre deux grains adjacents à travers le joint. Cette différence d'énergie constitue alors la force motrice au mouvement du joint.



Figure 2.9: Vue schématique de la migration d'un atome à travers un joint de grain [17].

Dans cette situation, l'équation de Thomson est applicable.

$$Log \frac{P}{P_0} = \frac{\gamma . V}{k . T} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)$$
 (2.6)

Sachant que :

 $P=P_0+\Delta P$; ΔP étant la variation de pression vapeur aux extrémités du joint.

Et r_1 et r_2 représentent les rayons de courbure des deux grains adjacents. Dans le cas présent, les deux rayons de courbure sont concrètement identiques. k est la constante de Boltzmann, Vle volume atomique, T la température absolue, et γ l'énergie d'interface.

Après une série de simplification (voir [17]), cette expression peut être réduite sous la forme suivante :

$$\Delta P = 2.\gamma / r \Longrightarrow \Delta G = \frac{2.\gamma . V}{r} \quad (2.7)$$

On constate, de cette expression, que la variation de pression de vapeur est inversement proportionnelle au rayon de courbure du joint. Donc la force motrice augmente lorsque le rayon de courbure du joint diminue.

C'est pourquoi, les atomes se déplacent surtout de (1) vers (2), conduisant à un déplacement du joint dans le sens (2) vers (1). A cet effet, les grains dont les joints sont convexes ont tendance à s'éliminer en faveur des grains dont les joints sont concaves, qui, elles au contraire, on tendance à grossir (figure 2.10). Ceci conduit généralement à la disparition des grains de petites tailles cerclées par un nombre limité de joints convexes, en faveurs des grains de plus grandes tailles [17].



Figure 2.10 : Formes de grains ayant des joints instables

(A) et (B) grains en décroissance.

(C) grain en croissance.

2.4 Effets de l'état structural sur la recristallisation

2.4.1 Influence de la taille de grains initiale sur la recristallisation

La texture et la taille de grains après recuit dépendent de la taille de grains initiale du matériau. Cela résulte d'abord de la différence de comportement à la déformation.

Concernant la recristallisation, plus le grain est fin avant déformation à froid, plus la composante {111} <uvw> de texture est élevée après recuit.

2. 4.2 Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation

Les éléments en solution solide et les précipités jouent un rôle important sur les cinétiques de recristallisation, les tailles de grains et les textures finales. Concernant les précipités, un certain nombre de paramètres interviennent : leur stabilité, leur mode de déformation (déformable ou non), leur taille et la distance entre eux.

Les éléments en solution solide et les précipités ont trois effets importants sur la recristallisation :

- Ils peuvent augmenter l'énergie stockée et, de ce fait, augmenter la force motrice pour la recristallisation (cas des éléments en solution solide et des précipités non déformables),
- Ils peuvent agir comme des sites de germination de la recristallisation (cas des gros précipités déformables ou non),
- Ils peuvent exercer une force d'ancrage sur les joints de grains (cas des éléments en solution solide et des précipités déformables ou non).

Les deux premiers effets favorisent la recristallisation, tandis que le troisième la gêne.

a) Cas des précipités préexistants

Les précipités peuvent être des sites de germination lors de la recristallisation. C'est ce que l'on appelle le mécanisme PSN (Particles Stimulated Nucleation). Dans ce cas, les hétérogénéités microscopiques de déformation liées aux particules, telles que les zones de déformation, les bandes de déformation, de transition ou de cisaillement, vont jouer le rôle de sites de germination. Ce mécanisme ne se produit que pour des précipités de diamètre supérieur à 1 µm et entraîne une distribution aléatoire des germes de recristallisation[1].

Un autre effet dû aux précipités est l'effet d'ancrage (que l'on retrouve aussi avec les éléments en solution solide). Il s'agit de l'effet Zener ou pression Zener qui joue un rôle majeur dans le retard à la recristallisation. En empêchant un joint d'atteindre une désorientation suffisante, il affecte la germination, mais aussi la croissance de grains [1].

Nous voyons que les deux mécanismes évoqués ont des effets antagonistes sur la recristallisation. En effet, ils sont tous les deux fonctions de la taille des précipités et de leur espacement [1]:

- Les particules avec un diamètre < 25 nm et un espace entre particules < 8 nm : dans ce cas, la recristallisation est retardée, car les particules piègent les "joints" des sousgrains qui jouent le rôle de germes pour la recristallisation.
- Les particules avec un diamètre > 1µm et un espace entre particules > 0,3 µm : au contraire, une accélération de la recristallisation est observée du fait dune germination stimulée par les particules (PSN). La germination sur ces particules affine la taille de grains et atténue la texture cristallographique.
- Les particules avec un diamètre compris entre 25 nm et 1 µm : les deux cas de figures peuvent se présenter, c'est dire soit une accélération de la recristallisation, soit un ralentissement.

b) Les éléments restant en solution solide pendant la recristallisation

Les éléments en solution solide entraînent une augmentation de la densité de dislocations après la déformation à froid.

De manière générale, les éléments en solution solide doivent, d'une part, retarder la recristallisation lors du recuit par le ralentissement du réarrangement des dislocations et de la croissance des cellules. D'autre part, ils doivent diminuer la vitesse de recristallisation par la réduction de la vitesse de migration des joints de grains, et ceci, d'autant plus que ces éléments tendent à ségréger à ces joints. Mais la présence des solutés augmente aussi la densité de dislocations lors de la déformation à froid, c'est à dire la force motrice de la recristallisation. En fait, il est admis que l'accroissement de la force motrice est relativement faible et incapable de compenser les forces de freinage induites par ces éléments (interaction entre solutés et dislocations et entre solutés et joints de grains).

c) Les éléments précipitent pendant la recristallisation

Pour certains éléments en solution solide en sursaturation, le domaine de température de précipitation est le même que celui de la recristallisation. Dans ce cas, la précipitation et la recristallisation exercent des influences mutuelles l'une envers l'autre.

En effet, dans certaines conditions, la précipitation et la recristallisation interagissent selon différentes possibilités schématisées sur la Figure 2.11.





Il apparaît sur cette figure trois domaines de température :

- $T > T_1$ recristallisation normale, pas de précipitation
- *T*₁>*T*>*T*₂ recristallisation normale, précipitation dans une matrice complètement recristallisée
- *T*<*T*₂ interaction entre précipitation et recristallisation, continue ou discontinue

Les interactions entre la recristallisation et la précipitation sont également influencées par la vitesse de montée en température, la température et le temps de recuit, la concentration d'éléments en solution solide et la densité de dislocations.

Références bibliographiques :

[1] : SAAD Jakani : Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, thèse de Doctorat 2004, Université PARIS SUD.

[2] : JAOUL B (1965), Etude de la plasticité et application aux métaux. Dunod, Paris.

[3]: Jean-Pierre Michel, Tomáš Kruml, Jean-Philippe Chateau: Mécanismes de la déformation plastique 2005, Ecole de Mines de Nancy.

[4]: LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G., Les aciers inoxydables, Les éditions de Physique, 1990.

[5] : CHERIF Diallo, Etude des interactions précipitation – recristallisation dans les alliages d'aluminium- manganèse par mesure de frottement intérieur, Thèse d'état 1983, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne

[6]: F. Haessner, Recrystallization of Metallic materials, editor F. Haessner, second edition, Riederer Verlag, Stuttgart, p. 1 (1978).

[7] : H. Hu, Proceedings of The Seventh Riso International Symposium, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 75 (1986).

[8] : R. W. CAHN, RECOVERY AND RECRYSTALLIZATION, *Elsevier Science BY 1996*. J.C.M. Li J. Appl. Phys. 33 (1962), 2958

[9]: H. Hu in "Recovery and Recrystallization of Metals" ed. L. Himmel, John Wileyand Sons, New York, 1964, p.311

J.C.M. Li in "Recrystallization, Grain Growth and Textures" ed. H. Margolin, ASM, Metals Park, Ohio, 1966, p. 45

[10]: R. W. CAHN, RECOVERY AND RECRYSTALLIZATION, Elsevier Science BY 1996.

[11] : H. Hu in "Recovery and Recrystallization of Metals" ed. L. Himmel, John Wileyand Sons, New York, 1964, p.311

[12]: N. Ryum Acta Met. 17 (1969), 831

[13] : P.A. Beck and P.R. Sperry J. Appl. Phys. 21 (1950), 150

[14]: J.E. Bailey and P.B. Hirsch Proc. Roy. Soc. 267 A (1962), 11

[15] : J.E. Bailey in "Electron Microscopy and Strength of Crystals" eds. G. Thomas and J. Washburn Interscience, New York, 1963, p. 535

[16]: J.E. Bailey and P.B. Hirsch Phil. Mag. 5 (1960), 485

[17]: M.BOUABDALLAH Cours de PG : Propriétés aux interfaces, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Techniques expérimentales

1. Présentation du matériau

Dans le cadre de cette étude notre choix s'est porté sur un acier inoxydable austénitique du type 316 L, sous forme d'une tôle laminée ayant les dimensions schématisées dans la figure qui suit :



Figure 3.1: Dimensions de la tôle.

Cette tôle a subi une série des coupes par la guillotine afin de pouvoir prélever une pièce pour être soudée ultérieurement. La pièce en question a les dimensions suivantes :



125 mm Figure 3.2: Dimensions de la tôle à souder.

1.1 Analyse chimique et caractéristiques mécaniques

D'après le certificat de conformité, les éléments chimiques présents dans cet acier sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 3.1 : Composition chimique du 316L.

L'élément	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Mo	Ni	N
(%)	0,022	0,46	0,87	0,031	0,001	16,67	2	10,22	0,053

Ainsi, les caractéristiques mécaniques de l'acier en question sont récapitulées dans le tableau 3.2 ci-dessous:

Tableau 3.2 : Caractéristiques mécaniques du 316L.

Rp(0,2)	Rp(1%)	Rm	A5%	HRB
(N/mm^2)	(N/mm^2)	(N/mm^2)		
373 à 375	408 à 410	636 à 638	52 à 57	84 à 85

1.2 Analyse métallographique

Afin de connaître l'état structural de notre matériau, nous avons procédé à un examen métallographique sur des échantillons prélevés ayant une dimension de 2x2 cm². La procédure expérimentale de cette analyse sera décrite par la suite.

a) Aspect micrographique

La figure 3.3 ci-dessous donne la micrographie du métal de base à l'état de réception. Il s'agit donc d'une matrice austénitique granulaire qui contient une certaine quantité de ferrite (qui va être estimée par la suite) au niveau des joints des grains. La taille moyenne des grains est estimée à 183,5µm .On note aussi l'absence des précipités (phase sigma, carbures...), ceci vient du fait que cet acier est initialement hypertrempé.



Figure 3.3 : Micrographie du métal de base à l'état de réception.

b) Taux de ferrite

Pour étudier les problèmes liés à la soudabilité des aciers austénitiques il apparaît indispensable d'avoir une idée sur la valeur approximative du taux de ferrite présent dans le métal de base. Dans ce contexte, plusieurs formules empiriques ont été établies pour estimer ce taux de ferrite, dans cette étude nous avons utilisé celle qui a été adoptée par le département de recherche en matériaux à l'EDF (Electricité de France) [1,2]:

$$\delta(\%) = 21,8 \cdot R^2 - 5,96.R + 3,39$$

Avec:
$$R = \frac{(Cr + Mo + 0,65.Si - 17,6)}{(Ni + 20.C + 8,3.N + 0,08.Mn - 5,18)}$$
(3.1)

D'où : $\delta(\%) = 7,01$.

2. Soudage

Pour la réalisation de la soudure notre choix s'est porté sur le procédé TIG (Tungstène Inert Gas), car celui-ci présente une très bonne soudabilité pour ces types d'acier ainsi qu'un large domaine d'utilisation aussi bien qu'à l'échelle du laboratoire qu'à l'échelle industrielle. Ce qui permet d'élargir le domaine de validité de nos résultats.

La composition chimique du métal d'apport choisi est résumée dans le tableau suivant :

Les éléments	С	Р	Mn	Si	S	Cr	Ni
Métal d'apport (308L)	0.013	0.045	2.00	1.00	0.03	18.28	11

Tableau 3.2 : Composition chimique du métal d'apport (308 L).

Il s'agit donc d'une nuance austénitique. Ce choix est justifié pour les raisons suivantes :

- Assurer la continuité métallique ;
- Eviter que le métal fondu ne puisse constituer l'anode d'un couple galvanique.

Les autres paramètres de soudage sont résumés dans la fiche technique de soudage (F.T.S) suivante :

FICHE TECHNIQUE DE SOUDAGE

PROCEDE DE SOUDAGE : T .I. G F.T.S N°1

ATELIER : soudo-mécanique POSTE DE SOUDAGE :S.A.F C.S.C Chéraga

METAL DE BASE	METAL D'APPORT
Nuance : 316 L (selon AISI)	Nuance : en acier inoxydable
Fournisseur :	Baguette : 308 L (Z2CN 19 -10)
JOINT	POSITIION :
$70^{\circ} \mp 5$	Soudage horizontal
0.8 ∓ 0.3 4	Courant continu et polarisation positive.

Chanfrein : en V à $70^{\circ} \pm 5$.

Dimensions des tôles à assembler : deux tôles de mêmes dimensions : largeur 250 mm épaisseur 4 mm et de longueur 500 mm

Traitement avant soudage

Préchauffage	(métal	de	base)	:	sans.
--------------	--------	----	-------	---	-------

Paramètres de soudage

Procédé	Intensité (A)	Tension (V)	Temps de soudage (mn)	Diamètre de la baguette (mm)	Protection
T.I.G	56	35	24'	1	argon

2.1 Energies mises en jeu lors du soudage:

On définit les trois quantités E_n , E_d et E_q qui représentent respectivement l'énergie électrique fournie au niveau de l'arc pour exécuter la soudure, l'énergie dissipée et l'énergie équivalente. Elles sont données par les expressions suivantes :

$$E_n = U \cdot \frac{I}{V} ; \quad (3.2)$$
$$E_d = E_n \cdot \eta ; \quad (3.3)$$
$$E_q = E_d \cdot k \cdot (3.4)$$

Où :

U : La tension en volts;

I : L'intensité du courant en Ampère.

V : La vitesse de déplacement de la source de chaleur en cm/s.

 η : Le rendement de l'arc qui dépend du procédé de soudage. Pour les aciers soudés par le procédé TIG $\eta = 0.22$ à 0.48 [3].

k: est un coefficient qui tient compte la géométrie du joint à souder. Pour un chanfrein en V avec un angle $\alpha = 75^{\circ}$ on a k = 0.63 [3].

Les résultats obtenus après le calcul sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 3.4 : énergies électriques mises en jeu.

$E_n (kJ/cm)$	E_d (kJ/cm)	E_q (kJ/cm)
196	78,4	49,39

2.2 Mode de solidification :

Pour ce faire calculons d'abord le rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} . Sachant que [4] :

$$Cr_{eq} = \% Cr + \% Mo + 1.5 \% Si + 0.5\% Nb$$
 (3.5)

$$Ni_{eq} = \% Ni + 30 \% C + 0.5 \% Mn$$
(3.6)

Une fois le calcul est fait, on trouve que :

Cr_{eq}=19.78

Ni_{eq}=12.39

Donc : $Cr_{eq}/Ni_{eq} = 1.59$

Ce rapport correspond au mode de *solidification FA* c'est-à-dire que la solidification du métal d'apport va commencer par un dépôt de ferrite (δ) suivi d'un dépôt d'austénite (γ).

3. Essais mécaniques :

Le présent travail a pour objet d'étudier les modes de déformation ainsi que la recristallisation d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique 316 L. Pour atteindre un tel objectif, nous avons soumis nos échantillons soudés à deux types d'essai mécanique :

- Essais de traction jusqu'à rupture : les objectifs de ces essais sont doubles : fournir aux échantillons étudiés le taux d'écrouissage nécessaire pour lancer le processus de la recristallisation primaire à la température de recuit, mais aussi pour l'identification des systèmes de glissement activables, notamment proche de la zone de rupture. Le lancement du processus sera relativement très vite car la déformation développée est maximale.
- Essais de déformation contrôlée (sans rupture): ça permet d'étudier la déformation le long du joint soudé d'une façon quantitative en adoptant une procédure de calcul adéquate.

Dans les deux cas, les essais sont réalisés à l'aide de la machine de traction. Il apparaît donc, indispensable de décrire le principe de cet essai.

3.1 Principe de l'essai de traction

L'essai de traction est, le procédé expérimental le plus largement utilisé dans l'étude du comportement mécanique des métaux et alliages, il permet de donner des valeurs exactes qui sont utilisables comme base de calcul. Il consiste à appliquer à une éprouvette, un effort de traction et à mesurer l'allongement correspondant, ou bien à imposer un allongement et à mesurer l'effort de traction.

Dans une machine d'essai de traction, les éprouvettes sont solidement maintenues par leur tête entre les mâchoires de la machine. Ces mâchoires, en s'écartant l'une de l'autre, exercent une force de traction suivant l'axe géométrique de l'éprouvette de telle manière que la sollicitation soit répartie uniformément sur toute la largeur des extrémités.

La vitesse de traction doit être bien déterminée au préalable, pour cela il faut consulter les normes relatives à l'exécution de l'essai de traction.



Figure 3.4: Schéma du principe de fonctionnement d'une machine de traction.

Des appareils adaptés à la machine, permettent de mesurer à chaque instant l'effort de traction ou la charge et l'allongement correspondant de l'éprouvette.

Généralement une courbe de traction dans un acier inoxydable a l'aspect montré dans la figure ci-dessous :



Figure 3.6 : Aspect général de la courbe de traction.

Suivant le diagramme de l'essai de traction nous remarquons trois parties :

• Une partie rectiligne correspondante à la zone d'élasticité du métal.

- Une deuxième partie suit la partie rectiligne qui correspond à la zone de plasticité du métal.
- Une troisième zone qui correspond à la rupture du métal.

Les principales valeurs caractéristiques de traction que nous pouvons en déduire sont donc :

1. Limite élastique R_e

C'est l'effort de la limite élastique F_e divisé par la section initial S_0 de l'éprouvette

$$R_e = \frac{F_e}{S_0} \quad (3.7)$$

2. *Résistance* à la *rupture*

C'est le quotient de l'effort de rupture F_r divisé par la section initiale S_0 de l'éprouvette.

$$R_r = \frac{F_r}{S_0} \quad (3.8)$$

3. Allongement à la rupture A%

L'allongement maximum de rupture L_r est égal à la différence des longueurs de l'éprouvette après rupture L_u et avant l'essai L_0 .

$$L_r = L_u - L_0$$

D'où

$$A\% = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100$$
 (3.9)

4. Module d'élasticité ou module de Young

L'allongement relatif élastique, c'est le quotient de l'allongement de la limite élastique « *a »* par la longueur initiale de l'éprouvette

$$\varepsilon = \frac{a}{L_0}$$

Le module de Young E est donné par la relation suivante

$$E = \frac{R_e}{\varepsilon}$$

D'où

$$E = \frac{F_e \cdot L_0}{S_0 \cdot a} \tag{3.9}$$

5. La striction

La striction est la réduction localisée des dimensions transversales de l'éprouvette se produisant au cours de l'essai sous l'influence de la charge.

Le coefficient de striction Z est le rapport de la variation ultime de la section transversale S_0 - S_u à la section initiale S_0 .

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0}$$
(3.10)

L'allongement de striction Z_u est le rapport de variation ultime de section transversal produite par l'essai S_0 - S_u à la section après rupture S_u .

$$Z_{u} = \frac{S_{0} - S_{u}}{S_{u}} \qquad (3.11)$$

 S_{θ} est la section initiale de l'éprouvette avant déformation.

 S_u est la section de l'éprouvette après la rupture.

Dans les machines de traction modernes pilotées automatiquement par ordinateurs, ces grandeurs sont facilement acquises.

3.2 Eprouvette utilisée dans le cas d'essai de traction jusqu'à rupture

Dans notre cas, il s'agit d'une éprouvette en tôle, les dimensions de cette éprouvette ont été choisies conformément à la norme française relative aux essais de traction des pièces soudées. Elles sont schématisées dans la figure ci-dessous :



Figure 3.5: Dimensions de l'éprouvette soudée pour essai de traction [5]. Où :

 L_c : Longueur de la zone calibrée = 75 mm

 L_t : Longueur totale de l'éprouvette = 265 mm

 b_2 : Largeur maximale = 32 mm

 b_1 : Largeur de la zone calibrée = 20 mm

 ε : Épaisseur de l'éprouvette = 4 mm

3.3 Eprouvette utilisée dans le cas d'essais de déformation contrôlée

Il est coutumier que les ruptures produisant dans le cas d'essai de traction des éprouvettes soudées conformément aux conditions de soudage fixées par les normes, se localisent loin de la soudure. En réalité, sous une charge statique, la répartition du taux de déformation n'est pas homogène en tout point dans une telle éprouvette.

Au cours de ce travail, plusieurs tentatives ont été réalisées dans le but de pouvoir confirmer ce constat par quantification. Des grilles de tailles et de formes bien déterminées ont été tracées sur la surface des éprouvettes à examiner. Pour cela, les éprouvettes en question ont subi en premier temps, une opération de surfaçage, afin d'uniformiser leur épaisseur le long de la zone calibrée. Ensuite, ces éprouvettes ont été polies et nettoyées soigneusement, et enfin les grilles sont tracées sur une couche de peinture déposée sur la surface de chaque éprouvette.



Longueur d'une maille élémentaire 2 à 4 mm.

Figure 3.8 : Forme des grilles.

Ces éprouvettes ont par la suite subi des déformations (inférieures à la déformation correspondant à la rupture finale) avec vitesse de charge constante.

Afin d'évaluer l'écartement des mailles élémentaires, les grilles ont été photographies numériquement (par scanneur) avant et après essai, ensuite mémorisées pour son traitement ultérieur par des logiciels appropriés (WINDIG, AUTOCAD,...).

Procédure de calcul

Nous pouvons considérer le schéma de la figure suivante.



Figure 3. 9: Schéma montrant la procédure de calcul des déformations individuelles.

Chaque maille élémentaire « i » est attribuée d'une longueur initiale (l_0^i) et une longueur finale après déformation (l^i) . Nous entendons par déformation individuelle la quantité ε_i qui correspond à la variation de longueur $(l^i - l_0^i)$ rapportée à la longueur initiale (l_0) , soit :

$$\varepsilon_i = \frac{l^i - l_0^i}{l_0^i} \tag{3.12}$$

La déformation totale ε_{Tot} est obtenue donc par la relation suivante :

$$\varepsilon_{Tot} = \frac{1}{n} \sum_{1}^{n} \varepsilon_{i} \qquad (3.13)$$

n : étant le nombre de mailles élémentaires.

4. Traitements thermiques

Les traitements thermiques que nous avons réalisés dans ce travail ont pour but de lancer le processus de recristallisation. Habituellement, dans des telles études la température du traitement est choisie de telle sorte que la cinétique de recristallisation ne soit pas gênée par les mécanismes de précipitation ou transformation de phases (i.e. à une température bien supérieure à celle de transformation de phases ou/ et précipitation). Or, que dans notre cas ces deux mécanismes ne sont pas présents sauf dans les cas des maintiens suffisamment très longs [8,10], puisqu'il s'agit d'une nuance austénitique à faible taux de carbone (voir la partie bibliographique).

Il consiste en un maintien à haute température (800 à 820°C) suivi d'un refroidissement rapide à l'eau pour figer l'évolution de la microstructure (figure 3.10). Ce traitement est effectué pour des différents échantillons à des différents temps de maintien, dans le but de voir l'évolution de la microstructure en fonction du temps.



Figure 3.10: Schéma des programmes des traitements thermiques appliqués.

5. Techniques de caractérisation

Deux techniques de caractérisations essentielles ont été utilisées au cours de ce travail afin d'étudier l'influence de la déformation plastique et du maintien à haute température (\approx 800C°) sur les propriétés microstructurales et mécaniques, et ce par rapport aux échantillons de référence. Ces techniques sont :

- o La métallographie
- o Les essais de dureté

5.1 L'analyse métallographique :

Les tests métallographiques principaux sont la mesure de la taille de grain, l'identification de la ferrite delta et de la phase sigma, l'évaluation et la répartition des carbures. De plus, la métallographie est utilisée dans l'analyse des défauts pour l'examen des mécanismes de corrosion/oxydation.

Pour ce faire, des échantillons de taille : $2x2 \text{ cm}^2$ ont été prélevés, la découpe se fait à l'aide d'une microtronçonneuse sous un jet d'un liquide lubrifiant pour éviter tout écrouissage pouvant fausser les résultats. Ensuite les échantillons ont été enrobés et polis jusqu'à la phase finition, notons pour ce type d'acier : il est fortement recommandé, d'éviter l'usage des papiers de prépolissage à grains très grossiers et de pressions élevées, car cela pourrait avoir pour conséquence une profonde déformation.

L'attaque des aciers inoxydables requiert une certaine expérience, même les réactifs listés dans les ouvrages par fois ne sont pas efficaces, pour cela il est recommandé d'en essayer toute une variété afin de pouvoir établir un stock individuel de solutions appropriées.

Dans cette étude, nous avons procédé à une attaque électrolytique à l'acide oxalique aqueux. Les paramètres d'essai sont :

- Solution : acide oxalique aqueux à 10 % en poids,
- Tension : 5 V,
- Electrodes : acier inoxydable,
- Durée d'attaque : à partir de 15 secondes.

La cellule électrolytique a été simplement montée dans le laboratoire de Sciences et Génie des Matériaux du Département de Métallurgie. Son schéma principal est donné par la figure suivante :



Figure 3.11 : Schéma principal de la cellule électrolytique.

Une fois que l'attaque est réussie, les micrographies sont saisies puis stockées numériquement à l'aide d'un microscope optique muni d'un caméra et micro-ordinateur.

Evaluation du taux de ferrite par analyse d'image :

Un logiciel du traitement d'image pour le calcul du taux de ferrite au sein de la zone fondue de la soudure a été élaboré en utilisant le MATLAB [9].

La procédure du calcul passe par les étapes suivantes :

- Lecture des micrographies pour un même échantillon ;
- Binarisation des micrographies (Seuillage);
- Obtention des images seuillées ;
- Calcul de la surface totale de l'image (*S*) : en calculant la valeur de l'expression :

 $S = N \times M$

 Calcul du taux de ferrite (T_s).étant donné que la ferrite se colore en noir et l'austénite en blanc; T_s serait donc :

$$T_{\delta} = (1 - \frac{\sum_{i=j}^{N} \sum_{j=1}^{M} I'(i, j)}{S}) \times 100$$
 (3.14)

5.2 Essais de dureté

Les changements microstructurales à l'issu de la recristallisation ont un impact direct sur les valeurs de dureté, de ce fait nous avons procédé à des mesure de dureté Vickers afin de pouvoir confirmer les observations métallographiques.

Principe de l'essai dureté Vickers – HV :

L'essai consiste en l'application d'un pénétrateur sous une charge d'appui F sur une pièce donnée.

Le pénétrateur est une pyramide droite à base carrée et d'angle au sommet de 136°. On mesure les diagonales "d" de l'empreinte.



Figure 3.12 : Principe de l'essai dureté.

La charge d'essai appliquée est de 200g N, elle est appliquée progressivement et de façon constante jusqu'à ce que la charge choisie soit atteinte. Le temps de maintien de la charge est de 10 à 15 secondes.

Références Bibliographiques

[1] : N.HADDAR, Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique 304 L : simulation de l'amorçage et de la croissance des fissures courtes en fatigue isotherme et anisotherme, Thèse Doctorat 2003, Ecole de Mines de Paris.

[2] : Massoud J.P., Berhmont M., Champredonde J. (1991), Long term aging of cast duplex stainless steels between 300 and 400°C – relationship between toughness properties and metallurgical parameters, Duplex stainless steels, 1991, vol. 1, p. 93.

[3]: R. Varisellaz : Soudage éléments de conception et de réalisation. Dunod.

[4] : Collection ATS OTUA : Conseils pour le soudage des aciers inoxydables.

[5] : AFNOR, Recueil de normes françaises, Tome 3, Méthode d'essais, AFNOR, 1978.

[6] : J.P. Henry, Cours d'élasticité, DUNOD, 1982.

[7] : A.BOUNAADJA, Conception d'une machine de traction, mémoire de fin d'études,2005 ENP.

[8] : E. Folkhard, Welding Metallurgy of Stainless Steels, Springer, Wien, New York, 1986, pp. 103_/143 (Chapter 4).

[9] : T. BERGUIGA : Caractérisation microstructurale et mécanique d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique (304L), effet d'une deuxième passe, Mémoire fin d'études 2004, ENP.

[10]: CIHAL, Intergranular corrosion of steels and alloys (Elsiver) 1984.

IV

Résultats et interprétations

1. Caractérisation de la soudure de référence

Les microstructures obtenues à l'issu des études de déformation et recristallisation sont comparées à celles de l'état de référence d'une soudure brut, n'ayant subi aucune sollicitation mécanique ou thermique après soudage.

1.1 Caractérisation métallographique

Pour le cordon de la soudure de référence, nous avons effectué différentes observations micrographiques dans des différents endroits (ZF, ZAT, MB) dans le but d'identifier l'état structural.

La micrographie de *la zon*e fondue est donnée par la figure 4.1 ci-dessous. Elle a un aspect conventionnellement appelé ' microstructure dendritique de solidification'. La ferrite δ (en noir) est à la fois dans les espaces interdendritiques et dans les axes dendritiques à cause des ségrégations, et le reste de la matrice (ce qui est en blanc) c'est l'austénite.



Figure 4.1 : Microstructure de la zone fondue.

En utilisant le logiciel décrit précédemment, le taux de ferrite δ dans la zone fondue peut être estimé sur la base d'une image seuillée (comme celle de la figure 4.2) obtenue après une série de traitements. Nous trouvons alors que :

$$T_{\delta} \approx 12\%$$
;

Cette proportion de ferrite relativement élevée peut être expliquée par le fait que la réaction de décomposition de la ferrite δ issue de l'état liquide ($\delta \rightarrow \gamma$) n'est pas complète. En fait, le refroidissement lors de la solidification du métal fondu est tellement rapide que cette ferrite δ n'a pas eu le temps suffisant pour se transformer entièrement en austénite.



Figure 4.2 : Image seuillée montrant la microstructure de la zone fondue G= 200.

A proximité de la zone fondue (*la zone affectée par la température*), la microstructure se révèle comme celle du métal de base à l'état de réception, néanmoins la taille des grains a connu un grossissement très significatif sous l'influence l'élévation de la température apportée par la source de chaleur lors de l'opération du soudage. Cette observation est bien mise en relief dans la figure 4.3 ci-dessous. On note aussi l'absence des carbures ainsi que la phase sigma (σ).En réalité le processus de précipitation de ces phases exige un maintien en température suffisamment long [1], ce qui n'est pas le cas lors de soudage des aciers de type 316L.



Figure 4.3 : Comparaison métal de base – zone affectée thermiquement,

A Microstructure de la zone affectée thermiquement,

B Microstructure du métal de base à l'état de réception.

La microstructure du *métal de base* est restée inchangée (comme celle décrite dans le premier paragraphe du 3^{ième} chapitre de ce document).

1.2 Histogramme de dureté

Les essais de dureté effectués sur la soudure de référence ont donné les résultats reportés dans le tableau 4.1 ci-dessous.

Zone	Zone fondue	Zone affectée thermique	Métal de base
Dureté (HV) moyenne	178	192	157

Tableau 4.1: La dureté moyenne dans la soudure de référence.

Les valeurs précédentes peuvent être représentées par l'histogramme de dureté de la figure 4.4 :





Nous constatons que la dureté au sein de la ZF est supérieure à celle du métal de base, mais légèrement plus faible que celle de la ZAT. Ces constats peuvent être expliqués en se basant sur les deux considérations suivantes :

Une concentration très élevée de contraintes résiduelles localisée au niveau de la ZAT engendrée principalement par la haute dilation thermique de l'acier 316L (proche de 16,5. 10⁻⁵K⁻¹), ceci peut être explicité par la formule mathématique suivante qui donne la

contrainte thermique σ_{th} :

$$\sigma_{th} = E.\varepsilon = E.\alpha.\Delta T \qquad (1) [2]$$

Où: α étant le coefficient de délation thermique du matériau considéré, ΔT et étant le gradient de température et E le module de YOUNG.

- Un taux de ferrite relativement important au niveau de la ZF ($T_{\delta} \approx 25\%$), sachant que les nuances austénoferritiques sont plus dures que les nuances austénitiques [3].

2. Etude de la déformation localisée

2.1 Essais de déformation contrôlée

Des essais mécaniques de déformation selon le mode de chargement décrit précédemment ont été réalisés sur 3 éprouvettes de formes rectangulaires soudées ont donnés les résultats présentés dans les tableaux et les graphes suivants :

• Déformation à 12% :



Figure 4.5: Eprouvette déformée à 12%.

a) Etat non déformé

b) Etat déformé

Le tableau 4.2 donne les valeurs de la déformation élémentaire en fonction de la position x pour la première éprouvette. Ainsi, ces valeurs peuvent être illustrées dans le graphe de la figure 4.6.

Position	Taille de (m	Déformation Elémentaire	
X (MM)	Avant déformation	Après déformation	(%)
-30	9,76	11,1	13,70
-20	10,40	11,6	11,54
-10	9,90	10,9	10,10
0	10,30	11,1	7,77
10	9,60	10,9	13,54
20	10,40	11,6	11,54
30	9,80	11,4	16,33

Tableau 4.2 : Les valeurs de déformation relatives à l'éprouvette déformée jusqu'à

12%.



Figure 4.6: Variation de la déformation élémentaire le long de l'axe *x*.

La déformation globale est donnée par l'expression suivante :

$$\varepsilon_{Tot} = \frac{1}{n} \sum_{1}^{n} \varepsilon_{i}$$

Soit : $\mathcal{E}_{Tot} = 12,07\%$

• Déformation à 17% :



Figure 4.7 : Eprouvette déformée à 17%.a) Etat avant déformationb) Etat de déformation

Les résultats relatifs cette éprouvette sont présentés dans le tableau 4.3 et le graphe de la figure 4.8.

Position X (mm)	Taille de (m	Déformation Elémentaire	
	Avant déformation	Après déformation	(%)
-36	3,9	4,7	19,20
-20	4,2	4,9	16,50
-4	3,9	4,7	19,20
0	3,9	4,2	6,52
8	3,9	4,7	19,20
16	3,7	4,4	19,57
24	4,2	4,9	16,50
40	3,9	4,7	19,20

Tableau 4.3 : Valeurs de déformation relatives à l'éprouvette déformée jusqu'à17%.

De la même manière que précédemment on obtient la déformation globale qui correspond à cette éprouvette, c'est-à-dire :

 $\mathcal{E}_{Tot} = 16,98\%$



Figure 4.8: Variation de la déformation en fonction de la position *x*.

• Déformation à 19%:

Dans ce dernier essai, pour mieux visualiser les mailles élémentaires afin de minimiser les incertitudes, la grille a subi une série de traitements ayant donné l'aspect suivant :



De même que précédemment les résultats sont présentés dans le tableau 4.4 et le graphe de la figure 4.10.

Position X (mm)	Taille de (m	Déformation Elémentaire	
	Avant déformation	Après déformation	(%)
-48,00	3,90	4,70	20,51
-44,00	4,15	5,00	20,48
-40,00	3,90	4,70	20,51
-36,00	4,08	4,90	20,10
-32,00	3,95	4,80	21,52
-28,00	3,93	4,76	21,12
-24,00	4,11	4,96	20,68
-20,00	3,97	4,75	19,65
-16,00	4,03	4,80	19,11
-12,00	3,96	4,78	20,71
-8,00	4,03	4,75	17,87
-4,00	4,06	4,80	18,23
0,00	4,10	4,60	12,20
4,00	4,02	4,75	18,16
8,00	4,03	4,80	19,11
12,00	3,96	4,70	18,69
16,00	3,76	4,54	20,74
20,00	4,20	5,00	19,05
24,00	3,84	4,64	20,83
28,00	3,92	4,71	20,15
32,00	4,16	4,99	19,95
36,00	3,80	4,60	21,05
40,00	3,93	4,70	19,59
44,00	4,15	5,01	20,72
48,00	3,14	3,80	21,02

Tableau 4.4 : Valeurs de déformation relatives à l'éprouvette déformée jusqu'à 19%.

De même que précédemment on trouve :

 $\mathcal{E}_{Tot} = 19,67\%.$



Figure 4.10 : Variation de la déformation en fonction de la position *x*.

D'après ce qui précède, on déduit que le taux de déformation le long d'une éprouvette soudée est sensiblement constant au niveau du métal de base, néanmoins la zone fondue présente une déformation moins importante ; ceci vient du fait de la différence des modes de déformation dans les deux zones, qui est fonction de la microstructure de chaque zone.

En effet, la zone fondue possède une microstructure de solidification dendritique avec un taux de ferrite proche de 25%, alors que le métal de base est une matrice austénitique granulaire contenant une quantité de ferrite bien inférieure à celle de la ZF.

1.1 Essai de déformation jusqu'à rupture :

Dans ce cas, l'essai consiste en l'application d'une charge variable sur des éprouvettes normalisées jusqu'à l'obtention de la rupture. Le nombre d'éprouvettes testées est de 3. Le résultat de la moyenne de ces testes est présenté dans la courbe de la figure 4.11 (les 3 courbes de traction relatives aux éprouvettes examinées sont exposées dans la partie annexe 02 de ce document):



Figure 4.11 : Courbe moyenne de traction obtenue lors d'essais sur éprouvettes normalisées à la vitesse de déformation de 20 mm/min.

Après la réalisation de ces essais, nous avons constaté que la rupture des éprouvettes s'est produite au niveau de la zone calibrée du métal de base et non pas au sein de la zone fondue (environ 2cm loin de la ZF), ce qui implique la conformité de la soudure par rapport aux normes d'une part, et d'autre part consolide les résultats relatifs aux essais de déformation obtenus précédemment.

3. Caractérisation métallographique de l'état de déformation

3.1 Caractérisation métallographique de l'état faiblement déformé

Métal de base

En premier temps, nous avons procédé, à une analyse métallographique pour visualiser les zones de déformation à l'échelle micrographique. Des échantillons dans des différents endroits du métal de base de la pièce déformée ont été prélevés pour cette fin (figure 4.12).



Figure 4.12: Schéma montrant les zones observées par microscope optique.

A titre indicatif, nous avons cité 2 micrographies ayant été saisies à partir de deux zones différentes (figure 4.13), pour mettre en évidence la ressemblance marquée entre celles-ci, ce qui consolide le résultat précédent sur le plan micrographique : c'est-à-dire que la déformation étant sensiblement constante dans toute l'étendue de la pièce soudée sauf la zone fondue.



Figure 4.13 : Métallographie de l'échantillon faiblement déformé.

En revanche, par rapport à l'échantillon de référence (avant déformation), on n'observe pas une différence très marquée, vu le faible taux de déformation (12%). Cependant, l'effet de cette déformation est traduit par les bandes de glissement existant dans certains grains, d'autres grains n'ont pas subi une déformation apparente (voir la figure 4.14).



Figure 4.14 : Métallographie de l'échantillon faiblement déformé.

- A. Grain stable (non déformé).
- B. Grain ayant subi une certaine déformation.
- C. Bandes de glissement.

Le grain (A) de la figure ci-dessus se présente dans une configuration presque stable, c'est-àdire qu'il n'aura pas tendance à croitre dans le cas où l'échantillon en question est soumis à un traitement thermique de recristallisation, ceci vient du fait que les joints des grains constituent une structure cellulaire hexagonale (cette situation est bien expliquée dans le 2^{ième} chapitre de ce document).

Les mesures de dureté au niveau du métal de base ont donné une valeur moyenne de 223 HV environ qui est supérieure à celle de la soudure de référence, tout simplement à cause de l'écrouissage développé suite à l'essai de déformation.

Zone fondue

Nous avons également tenté de chercher l'effet de la déformation sur la zone fondue de cette éprouvette à l'échelle micrographique, et ce par l'identification des lignes de glissements s'il y a lieu et le calcul du taux de ferrite.



Figure 4.15 : Zone fondue de l'échantillon faiblement déformé.

On n'observe pratiquement aucune différence par rapport à l'état de référence, il n'y a ni apparition des bandes de glissement ni changement de phase (le taux de ferrite reste proche de 25 %). En fait, la transformation de la ferrite instable vers l'austénite ne se produit que par un processus thermiquement activé.

3.2 Caractérisation métallographique de l'état de rupture

Dans les figures suivantes, Nous avons montré l'aspect micrographique des différentes zones sur lesquelles notre étude était focalisée : zone à proximité de la rupture, métal de base, zone affectée thermiquement et la zone fondue.

1. Zone de rupture

L'effet de l'écrouissage est bien mis en relief, il se traduit par une densité très importante des macles et bandes de glissement. Par ailleurs, on observe qu'il y a une variété de systèmes de glissement qui sont actifs vis-à-vis cette sollicitation mécanique (voir la figure 4.16). Il existe des endroits où les deux systèmes sont en intersection.


Figure 4.16 : Micrographie de l'échantillon fortement déformé, à proximité de la zone de rupture.

Dans le chapitre 2 de ce document, nous avons mis en évidence que l'activation des systèmes de glissement par rapport à la sollicitation mécanique ne se fait pas d'une manière aléatoire, en effet, ces bandes sont orientées dans des directions bien déterminées (ce qui est observé effectivement dans cette micrographie). De plus, d'un grain à un autre elles changent de direction, cela est parce que chaque grain (monocristal) possède sa propre orientation cristallographique (par exemple G_1 et G_2 dans la figure ci-dessus), ce qui nous amène à chercher ces directions pour identifier les modes de déformation d'un coté, et aussi calculer le facteur de Schmid : propriété intrinsèque du matériau. Pour ce faire, considérons le schéma suivant, illustrant les axes de glissement dans le grain G_1 :



Figure 4.17 : Schéma montrant les différents angles caractéristiques.

Où :

 θ : Etant l'angle entre le plan de glissement x_I et l'axe de traction \vec{T} .

 φ : Etant l'angle entre le système de glissement x_2 et l'axe de traction \vec{T} .

On trouve que :

 $\theta = 32^{\circ}$ $\phi = 20^{\circ}$.

On en déduit que l'angle entre les deux systèmes de glissement est de 52°, ce qui correspond aux plans (111) et (100) (voir l'annexe 1).

L'angle entre la normale au plan de glissement de x_1 avec l'axe \vec{T} est $\chi_1 = \pi/2 - \theta$.

L'angle entre la normale au plan de glissement x_2 et l'axe \vec{T} est $\chi_2 = \pi/2 - \phi$

Donc les deux facteurs de Schmid « m_1, m_2 » relatifs au grain G_1 sont :

$$m_1 = \cos(\chi_1).\cos(\theta)$$

$$m_2 = \cos(\chi_2).\cos(\phi) ;$$

$$\Rightarrow m_1 = 0.45$$

$$m_2 = 0.32$$

Ces valeurs ainsi calculées, sont en accord avec la littérature :

- On peut vérifier aisément que la valeur maximale qui peut acquérir un plan lors de son glissement ne peut excéder 0,5;
- Les systèmes de glissement activables, sont ceux qui possèdent un facteur de Schmid le plus grand [4], autrement dit, que les autres plans n'ayant pas glissé ont un facteur de Schmid inférieur à 0,32.

Il est à noter à ce sujet, que ce facteur de Schmid dépend du système de glissement actif et de l'orientation du monocristal (grain) vis-à-vis l'axe de traction : c'est-à-dire les angles $\theta \, \text{et} \, \phi$.

2. Métal de base :



Figure 4.18 : Micrographie du métal de base (loin de la zone de rupture), échantillon fortement déformé.

Les mêmes légendes relatives à la zone de rupture peuvent être considérées ici pour le métal de base, sauf que la densité des bandes de glissement est moins importante.

3. Zone fondue :

Nous avons observé quelques lignes parallèles bien orientées dans certains endroits et qui semblent être des bandes de glissement (figure 16). L'identification de ces lignes nécessite une analyse plus poussée.

Concernant la ferrite dendritique delta (δ) , sa quantité reste inchangée relativement à l'état non déformé (environ 25%), on en déduit que la réaction de la décomposition de la ferrite en austénite n'est pas motivée par l'écrouissage à la température ambiante.



Figure 4.19 : Zone fondue de l'échantillon fortement déformé.

<u>Profil de dureté</u>

Les résultats des tests de dureté effectués sur cet échantillon sont reportés dans le tableau 4.5 et la figure 4.20.

Zone	ZF	ZAT	MB	Zone de rupture
Dureté (HV)	259	285	288	346

Tableau 4.5 : Dureté moyenne dans l'échantillon fortement déformé.



Figure 4.20 : Profil de dureté dans l'échantillon fortement déformé.

En s'éloignant de la zone fondue et en se rapprochant de la zone de rupture la dureté augmente considérablement sous l'effet de l'écrouissage développé par l'essai de traction qui varie à son tour de la même manière.

4. Traitements de recristallisation :

4.1 Pour les échantillons faiblement déformés

Pour ces échantillons, deux traitements à 800 °C environ ont été réalisés, le premier pendant 5 minutes et le dernier pendant 30 minutes.

a)Premier traitement (5min) :

En consultant la micrographie relative à l'échantillon issu de ce traitement (figure 4.21), nous constatons la présence des macles ayant été introduites par la déformation, il semble que le traitement thermique effectué n'a pas pu éliminer l'effet de l'écrouissage.



Figure 4.21 : Micrographie de l'échantillon faiblement déformé, puis traité pour 5 minutes.

Sur le plan approche thermodynamique, ça implique que l'énergie plastique stockée (emmagasinée) dans le matériau déformé n'a pas été évacuée par ce traitement, on en déduit aussi, que le mouvement des joint des grains (recristallisation primaire) n'a pas eu lieu, ou encore ce processus n'est pas détectable par les moyens qu'on dispose. Cela nécessite peut être des équipements d'analyse très poussés (MET, MEB,....)

b) Deuxième traitement (30 minutes) :



Figure 4.22 : Micrographie de l'échantillon faiblement déformé, puis traité pour 30 minutes.

De même que précédemment, l'aspect caractérisant la déformation (macles et bandes de glissement) est toujours présent.

4.2 Pour les échantillons fortement déformés (une déformation proche de 40%)

Nous avons choisi une variété de temps de traitement dans le but d'avoir une idée globale sur la cinétique de recristallisation (i.e. : début de la recristallisation primaire, déclenchement de la recristallisation secondaire), mais nous nous limitons ici à présenté ceux qui sont représentatifs.

4.2.1 Echantillons fortement déformé traité à 800°C pour 55 minutes

Observée au microscope optique (figure 4.23), il semble qu'il n'y a pas une différence apparente dans les zones : de rupture, métal de base et la zone affectée par la température. Néanmoins, d'après la micrographie de la figure 4.24, prise au niveau de la zone fondue, il apparaît que la zone entourée d'un cercle est l'objet d'une recristallisation primaire.



Figure 4.23 : Echantillon fortement déformé, puis traité à 800°C pour 55 minutes. (proche de la zone de rupture)



Figure 4.24 : Zone fondue, échantillon fortement déformé, puis traité à 800°C pour 55minutes.

4.2.3 Echantillon fortement déformé traité à 800°C pour 360 minutes

L'aspect micrographique du métal de base, et de la zone à proximité de la zone de rupture est donné par la figure 4. 29 ci-dessous.



Figure 4.29: Micrographie de l'échantillon fortement déformé, traité à 800°C pour 360 minutes.

A priori cet échantillon est le siège d'un processus de recristallisation, en effet : nous constatons que les joints de grain forment une structure cellulaire hexagonale autorisant un équilibre optimal entre les tensions de surface dans l'ensemble des interfaces planes [5].

Sur le plan approche énergétique, nous pouvons également dire, que le traitement réalisé a permis l'évacuation de l'énergie plastique stockée au sein de l'échantillon en question, d'ailleurs la densité des bandes de glissement qui caractérisent l'état de déformation plastique est moins importante comparativement à l'échantillon fortement déformé n'ayant subi aucun traitement de recristallisation (voir la figure 4.16).

Dans ce dernier traitement, le mécanisme de recristallisation a été déclenché au niveau de la zone de rupture vu les raisons suivantes :

- La déformation atteinte (40% environ) est maximale, donc certainement elle est supérieure à la valeur critique permettant le lancement de la recristallisation;
- La durée du traitement de 6h à 800°C est suffisante (360 minutes) pour initier la recristallisation.

Cependant, étant donné que la zone affectée par la chaleur est suffisamment éloignée dans le cas de l'éprouvette testée, la déformation dans cette zone est nécessairement inférieure à celle de la zone de rupture. Pour cette raison, la recristallisation dans la ZAT n'a pas été décelée. En se basant sur la figure 4.30 nous constatons que l'aspect caractérisant la déformation (plans de glissement) est toujours présent dans cette zone.

En réalité, le temps d'incubation de la recristallisation dans les aciers 316 est relativement long. Ceci se justifie par le fait que ces aciers ont une énergie de faute d'empilement γ_{SEF} relativement faible ($\gamma_{SEF} = 20 \text{ mJ/m}^2$). A titre de comparaison, dans l'Al elle est de l'ordre de 170 mJ/m², et dans le cuivre elle est de l'ordre de 80 mJ/.m².

Par ailleurs, des études récentes sur un acier du type 316 montrent que l'état écroui de 20% n'a pas commencé à recristalliser avant 3250 heures à 710°C [6]. En revanche, la recristallisation de l'acier à l'état pré-vieilli puis écroui 20% débute dès 168 heures à 710°C. Le prévieillissement cause la précipitation des carbures avant écrouissage, il n'y a donc plus beaucoup de carbone disponible pour précipiter sur la structure de dislocations créée par l'écrouissage. D'après les auteurs, ce résultat indique que la précipitation en cours de vieillissement après écrouissage retarde la cinétique de restauration et de recristallisation [6].



Figure 4.30 : Micrographie de la ZAT de l'échantillon fortement déformé, traité à 800°C pour 360 minutes.

Les mesures de dureté dans cet échantillon ont donné les résultats résumés dans le tableau 4.6 :

Tableau 4.6 : Valeurs de la dureté (HV) moyenne dans les différentes zones de
l'échantillon fortement déformé, traitée à 800°C pour 360 minutes.

Zone	ZF	ZAT	MB	Zone de rupture
Dureté	185	214	270	277



Figure 4.31 : Variation de la dureté (HV) moyenne le long de l'échantillon fortement déformé, traitée à 800°C pour 360 minutes.

Comparativement au profil de dureté de l'échantillon fortement déformé avant traitement, le traitement de recristallisation réalisé a pour effet la diminution de la dureté moyenne ou encore la densité d'écrouissage de l'échantillon examiné. D'après l'histogramme de dureté dans les différentes zones de la soudure (voir figure 4.31) on peut dire que la dureté est partiellement restaurée sous l'effet du mouvement des joints des grains.

Bibliographie

[1]: CIHAL, Intergranulaire corrosion of steels and alloys (Elsevier) 1984.

[2]: I.Virkkunen thermal fatigue of austenitic and duplex stainless steel, these of doctor, Helsinki University of technology 2001.

[3]: Pierre-Jean CUNAT, Aciers inoxydables, critère de choix et structure, Technique de l'ingénieur M 4540.

[4]: Jean-Pierre Michel, Tomáš Kruml, Jean-Philippe Chateau: Mécanismes de la déformation plastique 2005, Ecole de Mines de Nancy.

[5]: M.BOUABDALLAH, Propriétés aux interfaces, Cours de Post-Graduation, l'Ecole Nationale Polytechnique.

[6] : Quentin AUZOUX, Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austenitiques influence de l'ecrouissage sur l'endommagement intergranulaire, Thése de Doctorat 2004, Ecole Nationale Supérieure de Mines de Paris.

Conclusion générale

La présente étude a permis de retenir les résultats suivants :

- Les essais mécaniques de déformations contrôlées et déformation jusqu'à rupture, réalisés à la température ambiante sur l'acier étudié, menés sur éprouvettes rectangulaires et normalisées, montrent que la distribution de la déformation le long d'un cordon de soudure est sensiblement constante au niveau du métal de base, mais elle baisse au sein de la zone fondue, et c'est la raison pour laquelle la rupture se localise loin de cette zone.
- L'utilisation de la grille permet d'estimer avec précision le taux de déformation in situ dans les différentes zones de la soudure.
- L'attaque électrolytique utilisée a permis de mettre en évidence la microstructure de l'acier et les bandes de glissement dans les échantillons déformés et notamment dans la zone de rupture. Les familles de plans denses, en l'occurrence les plans (111) et (100) sont activables lors de la déformation par traction dans la nuance étudiée.
- La cinétique de recristallisation est fortement liée au taux de déformation. Plus le degré de déformation est important, plus la recristallisation est plus facile à amorcer. D'ailleurs c'est l'une des raisons pour lesquelles la recristallisation est difficile à amorcer dans la cas d'une déformation par traction, car dans ce cas le taux de déformation est limité par la rupture.
- Vu que le taux de déformation par traction à la température ambiante ne dépassera jamais la valeur de 42% environ (valeur limite correspondant à la rupture), l'amorçage de la recristallisation primaire est conditionnée, soit par un temps de recuit considérable, soit par une température de traitement élevée.

En perspectives, nous proposons :

- Un soudage automatique ou semi automatique, ce qui permet de mieux contrôler les paramètres de soudage, et éviter tout écrouissage pouvant fausser les résultats.
- Utilisation de microgrilles sur les échantillons testés, afin d'identifier les modes de déformation dans les différentes phases de la structure.
- Utilisation des techniques d'analyse plus poussées, notamment le MET et le MEB, pour étudier les bandes de glissement au sein de la zone fondue s'il y a lieu, et déceler précisément le début de la recristallisation primaire.

Reprendre cette étude sur des nuances différentes, pour pouvoir identifier l'influence du changement de la microstructure sur le comportement thermomécanique.

<u>Annexe 1:</u> Calcul des angles entre les plans les plus denses de glissement dans le réseau cfc

Plan (hkl)	Les combinaisons possibles			L'angle correspondant
	h'	h'	k'	(°)
111	-1	1	1	70,56
	1	-1	1	70,56
	1	1	-1	70,56
	-1	-1	1	19,52
	-1	1	-1	19,52
-111	1	-1	1	19,52
	1	1	-1	19,52
	-1	-1	1	70,56
	-1	1	-1	70,56
1-11	1	1	-1	19,52
	-1	-1	1	70,56
	-1	1	-1	0
111	-1	-1	1	0
	-1	1	-1	70,56
-1 -1 1	-1	1	-1	19,52

1) <u>Calcul des angles d'intersection entre les familles des plans (111)</u>

Plan (<i>hkl</i>)	Les combinaisons possibles			L'angle correspondant	
	h'	h'	k'	(°)	
110	1	-1	0	90	0
	1	0	1	60	0
	-1	0	1	30	0
	0	1	1	60	0
	0	-1	1	30	0
1 - 10	1	0	1	60	0
	-1	0	1	30	0
	0	1	1	30	0
	0	-1	1	60	0
101	-1	0	1	90	0
	0	1	1	60	0
	0	-1	1	60	0
-101	0	1	1	60	0
	0	-1	1	60	0
011	0	-1	1	90	0

Pour les plans (100), ils font un angle de 90° entre eux.

Plan (hkl)	Les combinaisons possibles			L'angle correspondant
	h'	h'	k'	(°)
100	1	1	1	54,76
	-1	1	1	35,32
	1	-1	1	54,76
	1	1	-1	54,76
	-1	-1	1	35,32
	-1	1	-1	35,32
010	1	1	1	54,76
	-1	1	1	54,76
	1	-1	1	35,32
	1	1	-1	54,76
	-1	-1	1	35,32
	-1	1	-1	54,76
001	1	1	1	54,76
	-1	1	1	54,76
	1	-1	1	54,76
	1	1	-1	35,32
	-1	-1	1	54,76
	-1	1	-1	35,32

Plan (<i>hkl</i>)	Les combinaisons possibles			L'angle correspondant
	h'	h'	<i>k'</i>	(°)
110	1	1	1	35,28
	-1	1	1	90
	1	-1	1	90
	1	1	-1	35,28
	-1	-1	1	54,80
	-1	1	-1	90
1 -1 0	1	1	1	90
	-1	1	1	54,80
	1	-1	1	35,28
	1	1	-1	90
	-1	-1	1	90
	-1	1	-1	54,80
101	1	1	1	35,28
	-1	1	1	90
	1	-1	1	35,28
	1	1	-1	90
	-1	-1	1	90
	-1	1	-1	54,80
-101	1	1	1	90
	-1	1	1	35,28
	1	-1	1	90
	1	1	-1	544,80
	-1	-1	1	35,28
	-1	1	-1	90
011	1	1	1	35,28
	-1	1	1	35,28
	1	-1	1	90
	1	1	-1	90

	-1	-1	1	90
	-1	1	-1	90
0-11	1	1	1	90
	-1	1	1	90
	1	-1	1	35,28
	1	1	-1	54,80
	-1	-1	1	35,28
	-1	1	-1	54,80

<u>Annexe 02</u>: Courbes de traction sur éprouvettes normalisées à la vitesse de déformation de 20 mm/min.



Première éprouvette :

Deuxième éprouvette :



Troisième éprouvette :

