#### **REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

#### **ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE**

Département de Métallurgie



#### PROJET DE FIN D'ETUDES:

## Caractérisation microstructurale d'une soudure en acier inoxydable austénitique (304L) effet d'une deuxième passe

Proposé par :

C.S.C

**Dirigé par :** Mr M.BOUABDALAH Mme K.REHOUMA **Etudié par :** BERGUIGA Talha

PROMOTION 2003/2004 L'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE 10, AVENUE HASSEN BADI EL HARRACH - ALGER

#### 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 projet de fin d'étude.

J'exprime ma profonde gratitude à, Mr M. BOUADLHA et Mme K.REHOMA pour leur 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.

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.

-



ملخص :

هذه الدراسة تهدف إلى وصف أربع تلحيمات مصنوعة من الحديد الصلب غير القابل للتأكسد الأستينيتي باستعمال تقنية تحليل الصور واختبارات الصلابة. كلمات مفتاحية :

تلحيم، حديد صلب غير قابل للتأكسد، تحليل الصور، اختبارات الصلابة.

#### Resumé :

Cette étude a pour but de caractériser quatre soudures en aciers inoxydables austénitique en utilisant la technique d'analyse d'images et les essais de dureté.

#### Mots clés :

Soudage, acier inoxydable austénitique, analyse d'images, essais de dureté.

#### Abstract :

The prupose of this study is to characterise four stainless steel weldings while using technique of analysis of image and hardness tests.

Key words :

Welding, stainless steel, analysis of image, hardness tests.

### Sommaire

العاربية الوطنية المتبددة الفنيبان
BIALIDIHEQUE
Ecole Mationale Polytechnique
the second se

Introduction générale	01
Chapitre 1 : les aciers inoxydables austénitiques	02
I. Généralités	02
1. Introduction	02
2. Origine de la résistance à la corrosion dans les aciers inoxydables	02
3. système fer chrome et ses dérivés	04
3.1. Système fer chrome	04
3.2 Système fer chrome nickel	05
3.3. Système Fe-Cr-Ni-M	06
4. Classification des aciers inoxydables.	07
5. Les propriétés générales des aciers inoxydables.	08
II. Les aciers inoxydables austénitiques	10
2. Principaux types d'acier inoxydable austenitique	10
3. Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques.	11
3.1. Propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique	12
3.2. Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique.	12
1- Métal fondu	12
2- Zone affectée par la température	12
3.3 Les modes de solidification dans les soudures en	acier
inoxydable austénitique	13
3.4. Prévision de la microstructure du métal déposé	15
A. Notion d'équivalent en chrome et en nickel.	15

B. Diagramme de SCHAEFFLER et de DELONG	15
4. Déstabilisation de l'austénite	17
4.1 Déstabilisation de l'austénite en martensite	17
4.1.1 Transformation par refroidissement à basse température	17
4.1.2 Transformation par écrouissage	. 17
4.2. Précipitation des carbures	. 18
4.2.1 Nuances non stabilisées	. 18
4.2.2 Nuances stabilisées	19
4.3 Formation de la phase intermétallique sigma	20
Chapitre 2: Techniques expérimentales	22
A. Réalisation des soudures	22
1. Choix des conditions de soudage	23
2. Mode opératoire	24
2.1 Procédé TIG	24
2.2 Procédé SMAW	24
3. Evaluation de l'énergie de soudage	30
4. Calcul du rapport Ní <sub>eq</sub> /Cr <sub>eq</sub>	31
B. Caracterisation des soudures	32
<ol> <li>L'examen micrographique</li> </ol>	32
1. Préparation des échantillons pour micrographie	32
2. Polissage des échantillons d'examen	32
3. Rinçage et séchage	32
4. Attaque chimique	33
5. Observation et saisie des micrographies	33
II. Utilisation de la technique d'analyse d'image pour la quantification	
des Taux de phases	.,
1. Rappels relatifs au traitement d'image	35
1.1 Objectif et but de l'analyse d'image	35
1.2. Principe	35
1.21 Formation de l'image numérique	35
1.2.2 Transformation de l'image numérique en image binaire	35
1.2.3 Le seuillage	36

ألتقليسات	المتعددة	لمنية	,1 L	المدر
BIBLIDTH	EQUE		1.	San 1
Ecole Nat	tionale	Pel	viesh	nique

2. Application.	
III. Essai de dureté Vickers	
Chapitre 3 : Résultats et interprétations	
A. Taux de ferrite	
1. Echantillon T1	
2. Echantillon M1	
3. Echantillon T2	
4. Echantillon M2	
B. Dureté	
1. Dureté le long de la zone fondue	56
1.1. Echantillon T1	56
1. 2. Echantillon M1	57
1.3. Echantillon T2	
1.4. Echantillon M2	
2. Dureté sous cordon	59
Conclusion générale	
Bibliographie	

#### Introduction générale :

ب الرطنية النصورة القنيات BIBLIDTHEQUE -Esele Nationale Polytochnique

Un des problèmes majeurs rencontrés dans le soudage des aciers inoxydables austénitiques est le problème de fissuration à chaud dans la zone fondue et la zone affectée thermiquement.

Ce problème est lié directement au taux de ferrite dans ces deux zones, qui peut même atténuer la résistance à la corrosion.

Dans le présent document on se propose d'estimer le taux de ferrite dans la zone fondue de quatre pièces en acier inoxydable austénitique (304L) soudées différemment en utilisant la technique d'analyse d'images.

Le présent travail est structuré en deux parties essentielles ; la première partie concerne l'étude bibliographique dans laquelle nous présenterons des notions générales relatives aux aciers inoxydables et en particulier la métallurgie de soudage des aciers inoxydables austénitiques.

La deuxième partie de notre travail est consacrée à l'étude expérimentale; cette partie comprend deux chapitres : dans le premier chapitre nous présenterons le mode opératoire suivi pour réaliser les quatre soudures, les techniques de caractérisations et la conception du logiciel utilisé pour la quantification du taux de ferrite.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons les résultats obtenus à l'issue des diverses analyses ainsi qu'une interprétation physique et métallurgique des phénomènes mis en jeu.

A la fin de cette partie nous présenterons également une conclusion générale et quelques perspectives.

1

#### Les aciers inoxydables :

#### I. Généralités :

#### 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].

#### 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 (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.

Les principaux éléments constituant le film passif sont d'une part les cations de  $Cr^{3+}$  et de  $Fe^{3+}$ , de valence 3 provenant du substrat et ayant une grande affinité pour l'oxygène. D'autre part, aux éléments en provenance du substrat, vont être associées des molécules d'eau

provenant de la solution. Le film passif des aciers inoxydables est de type « bicouche ». La couche interne, en contact direct avec le substrat métallique, est formée d'oxydes de type (Fe,  $Cr)_2O_3$  et la couche externe est essentiellement constituée par des hydroxydes de type  $Cr(OH)_3 n H_2O$  [3].

La figure 1 donne une représentation schématique des courbes anodiques des aciers inoxydables. Elle est constituée par trois domaines : d'activité, passivité, transpassivité. la figure 2 montre l'influence de la teneur en chrome sur ces courbes.



Fig.1-1 : courbe anodique de polarisation d'un acier inoxydable [3]



Fig.1-2 : l'influence du Cr sur la courbe de polarisation [3].

#### 3. Système Fer Chrome et ses dérivés :

#### 3.1 Systèmes fer chrome :

Le diagramme binaire complet à l'équilibre fer - chrome (figure 3)montre que l'existence de la phase  $\gamma$  est limitée à l'intérieur d'un domaine appelé « boucle  $\gamma$  » : cette situation étant due au chrome qui, compte tenu de sa structure cristallographique (ayant une structure CC), favorise le développement du domaine  $\alpha$ .



Fig.1-3 : diagramme Fe- Cr [4]

Le détail de la boucle  $\gamma$  (figure 2), montre que, pour des teneurs en chrome inférieures à 10,5 %, l'alliage Fe - Cr subit au chauffage une transformation  $\alpha \longrightarrow \gamma$  et inversement au refroidissement. Pour des teneurs en chrome supérieures à 11,5 %, seul le domaine  $\alpha$  existe. L'alliage métallique ne subit aucun changement de phase et reste donc ferritique (phase  $\alpha$ ). Entre une teneur en chrome comprise entre 10,5 et 11,5 %, les deux phases  $\gamma$  et  $\alpha$  coexistent sous la forme d'une structure mixte ou biphasée  $\gamma + \alpha$ .



#### 3. 2 Système fer chrome nickel :

Le nickel, élément gammagène, élargit le domaine d'existence de la phase austénitique. La figure 5 qui est une coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni montre le déplacement de la boucle  $\gamma$  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  $\gamma$  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].



Fig.1-5 : l'influence du Ni sur la boucle  $\gamma$ . [4]

Dans la partie basse de diagramme fer chrome, entre 600 et 880 °C (figure 6) apparaît une nouvelle phase appelée sigma ( $\sigma$ ) 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  $\alpha$  (CC) en deux phases  $\alpha$  et  $\alpha$ ' de même structure mais de teneurs en Cr différentes.





#### 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 7 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.



Fig.1-7 : 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 8.

La solubilité de carbone diminue lorsque la température décroit 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.

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.



Fig. 1-8 : l'influence du C et du N sur la boucle  $\gamma$  [4].

*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  $\sigma$  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 culvre* : 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.).

#### 4. Classification des aciers inoxydables :

D'après ce qu'on vu précédemment, l'étendue du domaine  $\mathcal{Y}$  est très fortement influencée par les autres éléments d'addition et alliages. Certains auront tendance à favoriser l'existence de la phase  $\alpha$  (structure ferritique); ce sont des éléments dits alphagènes. D'autres, à l'opposé, auront tendance à favoriser l'existence de la phase  $\mathcal{Y}$  (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 ( $\alpha$ ) <--> austénite ( $\gamma$ ) 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( $\gamma$ ) ==>ferrite ( $\alpha$ ') les amènent aisément à l'état martensitique ;
- Ferritiques, qui, à la température ambiante ont une structure cubique centrée  $(\alpha \text{ ou} \delta)$ , 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 ( $\alpha$ ) < > austénite ( $\gamma$ ) < > ferrite ( $\delta$ )

- 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.

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

-

Tab.1.1 : les propriétés générales des aciers inoxydables d'après la référence [4]

#### II. Les aciers inoxydables austénitiques :

#### 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 facilité 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 ( $\sigma$ ) 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. Principaux types d'aciers inoxydables austénitiques :

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

- Les nuance 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,.....

#### 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 chand*.

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 ( $\delta$ ) (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 remêdes applicables restent les mêmes.

#### 3. 1 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.

#### 3. 2 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]

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

Ferrite (
$$\delta$$
)  $\rightarrow$  austénite ( $\gamma$ )

n'est généralement pas complète par suite de la rapidité du refroidissement. Il subsiste donc à la température ambiante une certaine proportion de ferrite ( $\delta$ ) 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 ( $\delta$ ) est à la fois dans les espaces interdendritiques et dans les axes des dendrites. L'austénite par ailleurs ne subit aucune transformation jusqu'à son retour à la température ambiante ;

2. Zone affectée par la température (ZAT) : dans la zone affectée par la chaleur on peut distinguer :

 a. 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  $(\gamma) \rightarrow \text{Ferrite} (\delta)$ 

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

 $\succ$  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;

#### 3.3 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 8) :

- 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] :

Creq = % Cr + % Mo + 1.5 % Si + 0.5% Nb Nieq = % Ni + 30 % C + 0.5 % Mn  $Creq/Nieq < 1.25 \Rightarrow L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma \pmod{A}$   $1.25 < Creq/Nieq < 1.48 \Rightarrow L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \pmod{AF}$   $1.48 < Creq/Nieq < 1.95 \Rightarrow L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \delta + \gamma \pmod{FA}$   $Creq/Nieq > 1.95 \Rightarrow L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta + \gamma \pmod{F}$ 

De nombreux aciers de la classe AISI 300 contenant 60 à 70 % de fer sont proches de la frontière entre les modes FA et AF correspondant au rapport Creq/Nieq = 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].



Fig. 1-8 : différents modes de solidification primaire [6].

#### 3.4 Prévision de la microstructure du métal déposé :

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

gammagène de stabilisation de la ferrite ou de l'austenite. Les coefficients d'equivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel, élément respectivement alphagène et gammagène ; aux quels sont attribués arbitrairement le coefficient Lia 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(%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.



Équivalent chrome : % Cr + % Mo + 1,5 (% Si) + 0,5 (% Nb) Equivalent nickel : % Ni + 30 (% C) + 30 (% N) + 0,5 (% Mn)

#### 4. Déstabilisation de l'austénite :

#### 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<sub>d</sub>, caractérise la possibilité de la formation de martensite sous l'effet d'une déformation plastique.

4.1.1 Transformation martensitique par refroidissement à basse température :

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

En effet :

 $(111)_A$  //  $(110)_M$ 

[110]<sub>A</sub> // {111}<sub>M</sub>

Tous les éléments en solution solide dans l'austénite abaissent la température Ms En effet :

```
M_{S} = 502-810 (C\%)-1230(\%N) - 13(\%Mn) - 30 (\%Ni) -12 (\%Cr) - 54 (\%Cu) - 6 (\%Mo) [3].
```

4.1.2 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]

 $-M_{d,30}(^{\circ}C) = 497 - 462(\%C + \%N) + 9,2(\%S) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 20(\%Ni) - 18,5(\%Mo)$ Où : M<sub>d30</sub> 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  $\mathcal{E}$ , de structure hexagonale compacte, à côté de la martensite  $\alpha$  ° cubique centrée.

Cette martensite  $\varepsilon$  est non magnétique et difficile à détectée en microscope optique.

La martensite  $\varepsilon$  est formée dans les aciers inoxydables austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement. La martensite  $\varepsilon$  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 30mJ.m<sup>2</sup>[5].

#### 4.2 précipitation des carbures :

#### 4.2.1 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 11 par la ligne qui sépare le domaine purement austénitique du domaine biphasé (austénite +carbures). Les carbures précipités répondent à la formule M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. 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)<sub>23</sub>C<sub>6</sub>.

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  $M_{23}C_6[5]$ .



Fig.1-11 \_\_\_\_\_ solubilité du carbone à l'état de carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 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]

#### 4.2.2 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 :

%Tr (solution solide) = %Tr (total) 
$$-4[(%C - 0.03) + \%N]$$

%Nb (solution solide) = %Ni (total) - 8[(%C > 0.03) + %N]

4.3 Formation de la phase intermétallique sigma ( $\sigma$ ):

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 figure12 met en évidence l'influence des éléments d'alliage sur la cinétique de précipitation de la phase  $\sigma$ . Le chrome, le molybdène, le titane et le niobium favorisent la formation de la phase sigma ( $\sigma$ ).L'addition de 2à 3% de Si à un acier inoxydable austénitique accélère aussi la précipitation de la phase  $\sigma$ .

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

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  $\sigma$ .

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



Fig.1-12 : Taux de précipitation de la phase sigma à 700°C[5].

#### A. Réalisation des soudures :

Rappelons que notre but est d'étudier l'influence de la deuxième passe de soudage sur les caractéristiques microstructurales d'un joint soudé; pour ce faire on a procédé de la façon suivante :

Souder 4 éprouvettes de même nuance et mêmes dimensions comme suit :

- 1- soudage en une seule passe avec le procédé TIG ; éprouvette notée TF ;
- 2- soudage en une seule passe avec le procédé SMAW ; éprouvette notée M1 ;
- 3- soudage en deux passes avec le procédé TIG ; éprouvette notée T2 ;
- 4- soudage en deux passes avec le procédé SMAW ; éprouvette notée M2.

Les 4 éprouvettes sont des tubes ayant les dimensions suivantes (après soudage) :

 $\phi = 63,5 \text{ mm}$ Lt = (150 + 150) mm



Le joint avant soudage

Fig.2-1 éprouvette avant soudage

Le métal de base est un acier inoxydable austénitique (304L) a pour la composition chimique suivante :

Elément	Cr	l Ni	C	Mo	Si	S	Р	V	Cu	Mn
(%massique)	18.3	114	0.034	0.03	0.44	0.007	0.023	0.1	0.08	1.61
	<u> </u>	i Tab.2.	i 1 : la con	1 npositic	n chim	ique de l	acier 30	4L.	L	1

L'analyse chimique de l'acier en question a été faite dans le laboratoire de la BCL.

#### 1. Choix des conditions de soudage :

Notre choix s'est porté sur le soudage par les procédés TIG et SMAW, car ces derniers sont très utilisés à l'échelle industrielle pour la mise en œuvre des aciers inoxydables, et présentent une bonne soudabilité.

A ces procédés on demandera d'assurer :

- une bonne continuité géométrique sans défauts de surface qui pourraient constituer des amorces de corrosion ;

- une bonne conservation de la résistance à la corrosion de l'assemblage, pour ce faire il est habituel d'utiliser un métal d'apport ayant une teneur en Cr légèrement supérieure à celle du métal de base : pour éviter que le métal fondu ne puisse constituer l'anode d'un couple galvanique ;

- éviter le risque de fissuration à chaud

Pour ces raisons pratiques nous avons choisi les métaux d'apport suivant :

- 308L pour le procédé TIG
- La baguette OK61-30 pour le procédé SMAW. qui présente une excellente résistance à l'oxydation.

La composition chimique de ces métaux d'apport est montrée dans le tableau suivant :

Les éléments	C	Р	Mn	Si	S	Cr	N1
	0.013	0.045	2.00	1.00	0.03	18.28	11
OK61-30	0,03		0,7	0,7		19	10

Tab.2.2 : la composition chimique des métaux d'apport.

Avant l'opération du soudage, les tubes à souder ont été chanfreinés en V avec un angle  $70 \pm 5^{\circ}$  et un talon de  $8 \pm 0.3$ mm ; puis ils ont été nettoyés afin d'éviter toute contamination du bain fondu au cours de l'exécution de l'opération du soudage.

L'usinage des pièces avant et après soudage se fait à froid pour éviter l'échauffement. Des informations utiles concernant les conditions de soudage sont récapitulées dans fiches appelées fiches techniques (F.T.S).

#### 2. Mode opératoire :

#### 2.1.Procédé TIG :

Le soudage TIG est un procédé d'assemblage à l'arc sous protection de gaz inerte avec une électrode infusible (Tungstène).

La torche de soudage est reliée sur la borne électrique de sortie négative du générateur de soudage à courant continu. La masse est reliée au générateur sur la borne positive et est placée sur la pièce à souder. Une alimentation en gaz est branchée sur le poste par l'intermédiaire d'une bouteille et d'un détendeur / débitmètre ; l'arc jaillit lorsque le soudeur actionne la gâchette électrique de la torche et que la pointe de l'électrode infusible touche superficiellement la pièce à souder en créant un court circuit (Fig.2)

#### 2.2 Procédé SMAW :

Le soudage à l'arc à l'électrode enrobée (SMAW) est réalisé à partir d'un arc électrique créé et entretenu entre l'âme métallique de l'électrode et la pièce à souder.

L'électrode enrobée est placée et serrée sur la pince porte - électrode reliée sur l'une des bornes électriques de sortie du poste de soudage. Le connecteur de pièce est relié au générateur et est placé sur la pièce à souder. L'amorçage de l'arc est réalisée en frottant l'extrémité généralement graphitée de l'électrode sur la pièce et en écartant de quelques millimètres le bout de l'électrode lorsque l'arc jaillit. Ensuite il faut entretenir cet arc électrique afin d'éviter la rupture d'arc en veillant à maintenir une distance constante la plus faible possible entre le bout de l'électrode et la pièce à souder.

L'énergie calorifique de l'arc fait fondre simultanément et très localement la pièce à assembler, l'âme métallique de l'électrode et l'enrobage pour constituer le bain de fusion et

après refroidissement le cordon de soudure recouvert d'un laitier protecteur qui se détache plus ou moins facilement. L'enrobage de l'électrode fond avec un léger retard par rapport à l'âme métallique Fig.3.



Fig.2-2 : soudage TIG [8].



Fig.2-3 : soudage SMAW [8].

POSTE DE SOUDAGE :S.A.F

#### FICHE TECHNIQUE DE SOUDAGE

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

#### ATELIER : soudo-mécanique C.S.C Chéraga

#### METAL D'APPORT METAL DE BASE Nuance : en acier inoxydable Nuance: 304 L (selon AISI) Baguette : 308 L (Z2CN 19-10) Fournisseur : raffinerie de Skikda **POSITIION**: JOINT Tube fixe en horizontal, soudage vertical $70^\circ \pm 5$ montant. Courant continu et polarisation positive. $0.8 \pm 0.3$

**Chanfrein :** en V à  $70^\circ \mp 5$ .

Dimensions des tubes à assembler : deux tubes de mêmes dimension : diamètre 55.5mm épaisseur 4mm et de longueur 150mm

#### Traitement avant soudage

Préchauffage (métal de base) : sans. Température d'utilisation (métal d'apport) : sans

#### Paramètres de soudage

Procédé	Intensité (A)	Tension (V)	Temps de soudage (mn)	Diamètre de la baguette (mm)	Protection
T.I.G	56	35	6'49''	1	L'argon avec protection à l'envers( écoulement de gaz à l'intérieur du tube)

#### FICHE TECHNIQUE DE SOUDAGE

#### PROCEDE DE SOUDAGE : T .I. G F.T.S N°2

ATELIER : soudo-mécanique C.S.C Chéraga METAL DE BASE

Fournisseur : raffinerie de Skikda

#### POSTE DE SOUDAGE :S.A.F

METAL D'APPORT



Chanfrein : en V à  $70^\circ \mp 5$ .

Dimensions des tubes à assembler : deux tubes de mêmes dimension : diamètre 55.5mm épaisseur 4mm et de longueur 150mm

#### Traitement avant soudage

Préchauffage (métal de base) : sans. Température d'utilisation (métal d'apport) : sans

Diamenie uc remps de Protection la baguette Passe | Intensité (A) Tension (V) soudage Procédé (mm)(mn) L'argon avec protection à 8'49'' 1 Nº 1 50 35 l'envers (écoulement T.I.G de gaz à l'intérieur 1 8'3'' N°2 35 50 du tube)

#### FICHE TECHNIQUE DE SOUDAGE

**PROCEDE DE SOUDAGE : Arc manuel à électrode enrobée (SMAW)** F.T.S N°3

ATELIER : soudo-mécanique C.S.C Chéraga

#### METAL DE BASE

Nuance : 304 L (selon AlSI) Fournisseur : raffinerie de Skikda

JOINT

 $70^\circ \mp 5$ 

### $\overbrace{0.8 \mp 0.3} \overbrace{ 3}$

#### POSTE DE SOUDAGE :S.A.F

#### METAL D'APPORT

**Baguette :** OK-61-30 **Nuance :** acier inoxydable

**POSITIION :** Tube fixe en horizontal, soudage vertical montant

**Chanfrein :** en V à  $70^\circ \mp 5$ .

**Dimensions des tubes à assembler :** deux tubes de mêmes dimension : diamètre 55.5mm épaisseur 4mm et de longueur 150mm

#### Traitement avant soudage

**Préchauffage (métal de base) :** sans. **Température d'utilisation (métal d'apport) :** entre 90° et 150°C

#### Paramètres de soudage

Procédé	Intensité (A)	Tension (V)	Temps de soudage (mn)	Diamètre de la baguette	Protection
SMAW	55	220	2'16''	2	de gaz a l'intérieur du tube)

#### FICHE TECHNIQUE DE SOUDAGE

PROCEDE DE SOUDAGE : Arc manuel à électrode enrobée (SMAW) F.T.S N°4

ATELIER : soudo-mécanique POSTE DE SOUDAGE :S.A.F C.S.C Chéraga METAL DE BASE **METAL D'APPORT** Nuance : 304 L (selon AISI) Baguette :OK-61-30 Fournisseur : raffinerie de Skikda Nuance : acier inoxydable JOINT **POSITIION:** Tube fixe en horizontal, soudage vertical  $70^\circ \pm 5$ montant. Deux passes. Courant continu et polarisation positive. U.8 - U.S

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

Dimensions des tubes à assembler : deux tubes de mêmes dimension : diamètre 55.5mm épaisseur 4mm et de longueur 150mm

#### Traitement avant soudage

Préchauffage (métal de base) : sans. Température d'utilisation (métal d'apport) : entre 90° et 150°C

#### Paramètres de soudage

Procédé	Passe	Intensité (A)	Tension (V)	Temps de soudage	Diamètre de la baguette	Protection
	·		) 	(mn)	<u>(</u> mm)	

SMAW					1	l'intérieur
	N°2	50	220	3'	2	du tube)
L i	i				<u> </u>	<u> </u>

#### 3. Evaluation de l'énergie de soudage :

En soudage à l'arc, l'énergie électrique mise en jeu peut être évaluée, en calculant la valeur de l'expression :

$$E_n = U \cdot \frac{I}{V}$$
; Où :

En: l'énergie fournie au niveau de l'arc pour exécuter une soudure

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.

5 IS

En réalité cette énergie n'est pas entièrement transmise aux pièces soudées en raison des pertes ; pour cela on définit l'énergie dissipée  $(E_d)$  :

 $E_d = E_n$ .  $\eta$ ; Où

 $\eta$ : étant le rendement de l'arc qui dépend du procédé de soudage. Pour les aciers soudés à électrodes enrobées le rendement du poste de soudage est compris entre 0,7 et 0,85 [6], et nous avons pris  $\eta = 0,75$ ; et pour le procédé TIG  $\eta = 0,22$  à 0,48 [9],et nous avons pris  $\eta = 0,4$ . On définit aussi l'énergie équivalente (Eq):

 $Eq = E_d$ ,  $k \in Ou$ : 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 [9].

Echantillon	$E_n(kJ/cm)$	E <sub>d</sub> (kJ/cm)	E <sub>q</sub> (kJ/cm)
T1	40,83	16,33	10,9
M1	82.8	62,1	41,6
T2	88,26	35,3	23,6
M2	144,7	108.5	68,4

#### 4. Le calcul du rapport Ni<sub>eq</sub>/Cr<sub>eq</sub> :

Etant donné que :

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

 $N_{ieg} = \% N_i + 30 \% C + 0.5 \% Mn$ 

Après les calculs et en se basant sur les données mentionnées dans les tableaux précédents, on trouve que :

- Pour le procédé de soudage SMAW :

 $Cr_{eq} = 20.05$  $Ni_{eq} = 11.25$ 

Donc  $Cr_{eq}/Ni_{eq} = 1.78$ 

Pour le procédé de soudage TIG
 Cr<sub>eq</sub>=19.75
 Ni<sub>eq</sub>=12.39

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

Ces deux rapports correspondent au mode de *solidification FA* c'est-à-dire que dans les deux cas la solidification du métal d'apport va commencer par un dépôt de ferrite ( $\delta$ ) suivi d'un dépôt d'austénite ( $\gamma$ ).

#### **<u>B</u>**.Caractérisation des soudures :

#### I. L'examen micrographique :

L'examen micrographique (examen avec un optique comme une binoculaire ou un microscope optique) permet de révéler la structure métallographique de l'échantillon examiné et les inclusions non métalliques [8].

#### 1. Préparation des échantillons pour la métallographie :

Après la réalisation des soudures, nous avons prélevé des échantillons exempts des défauts afin de réaliser notre étude micrographique. Deux précautions sont à considérer lors de la découpe des échantillons :

- La coupe de l'échantillon est réalisée, généralement dans le sens travers de la soudure, avec une meule sous eau pour éviter les échauffements.
- Eviter l'écrouissage.

Afin de faciliter la manipulation de ces échantillons prélevés, nous avons procédé à un enrobage à chaud avec une température maximale de 180°C.

#### 2. Polissage des échantillons d'examen :

Les échantillons prélevés ont subi une préparation mécanique soignée avec une polisseuse fonctionnant sous eau pour réduire les frottements et éviter les échauffements. Les étapes de cette préparation sont les suivantes :

- un polissage grossier jusqu'au papier abrasif 600 pour éliminer les couches d'attaque.
- Un polissage fin (P 800 P 1000 P1200).
- Une finition à l'alumine (0.03µm ou 0.5µm).

La vitesse de rotation est comprise entre 150 et 300 tours/minutes environ. L'échantillon subit une rotation de 90° à chaque changement de granulométrie pour effacer les raies précédentes de polissage. La durée de polissage est d'environ 2 minutes par granulométrie

#### 3. Rinçage et séchage :

En passant d'un papier à un autre l'échantillon est rincé soigneusement en utilisant le bac à ultrasons pour assurer un nettoyage en profondeur puis séchés sous un courant d'air sec et chaud.

#### 4. Attaque chimique :

Deux solutions d'attaque ont été choisies :

Solution VELLEUA : 1g d'acide pierique

100ml d'alcool (méthanol ou éthanol)

5ml HCl

L'eau régale : 10 ml d'acide nitrique (HNO<sub>3)</sub>

30 ml acide chlorhydrique (HCl)

Ces solutions sont utilisées pour la mise en évidence de la structure austénite ferrite dans la zone fondue ; en effet après l'attaque chimique, la phase ferrite se colore en noire et la phase austénite en blanc. La durée de l'attaque est variable d'un échantillon à un autre, mais elle est généralement comprise entre 6 et 12 minutes pour la première solution, et entre 20 et 60 secondes pour la deuxième.

Après l'attaque chimique les échantillons doivent être nettoyés soigneusement en utilisant le bac à ultrasons

#### 5. Observation et Saisie des micrographies :

Pour l'observation et la saisie des micrographies nous avons utilisé un microscope optique de marque (ZEISS) muni d'une caméra numérique reliée a un ordinateur pour l'acquisition des micrographies.

Les micrographies sont stockées dans l'ordinateur sous forme numérique en noir et blanc pour leur traitement ultérieur en utilisant les logiciels du traitement d'images.



Fig.2-4 : Microscope muni d'une caméra et ordinateur [8]

La saisie des micrographies a été effectuée selon un mode de balayage concernant la zone fondue en vue d'étudier l'évolution du taux de ferrite dans cette zone (en partant de la zone de liaison (ZL) jusqu'au milieu de la zone fondue ZF ) et aussi pour estimer la valeur moyenne du taux de ferrite  $(T_{\delta})_{\rm m}$ , pour ce faire on a suivi le schéma de balayage suivant (avec un pas de 500 à 1000µm):



Fig.2-5 : schéma de balayage.

La valeur moyenne du taux de ferrite est obtenue en calculant la valeur de l'expression :

$$(T_{\delta})_{\mathfrak{m}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n-n} T_{\delta i}$$

L'écart type :  $\sigma = -\frac{1}{n} (\sum_{i=1}^{n} (T_{\delta m} - T_i)^2)^{1/2}$ ; n : étant le nombre total de micrographies

## II. . Utilisation de la technique d'analyse d'images pour la quantification des taux de phases :

1. Rappels relatifs aux notions de traitement d'images :

#### 1.1 Objectif et but de l'analyse d'image :

Le but de l'analyse d'image est de fournir une description quantitative de l'image (nombre de cellules d'une certaine taille, taux de phase...) ou une reconnaissance de forme (utile si les

des applications dans de nombreux domaines : sciences des materiaux, sciences de la vie, géologie, robotique...

Les analyseurs d'images quantitatifs se composent d'une caméra de télévision qui peut être combinée à un microscope optique, un appareil de projection ou un microscope électronique.

#### 1.2. Principe :

#### 1.2.1. Formation de l'image numérique :

Une image «réelle » est transformée en une image numérique par une caméra de haute résolution couplée au microscope et reliée avec l'ordinateur en port USB.

Cette image numérique est constituée de pixels contenant chacun différentes informations (intensité lumineuse, couleur...). Ces informations seront codées dans une grille échelonnée, le niveau de gris, de 0 à 63.

L'image obtenue après acquisition contient un nombre très élevé d'informations (512\*512\*64). Ces informations sont de plus imparfaites, car les conditions d'acquisitions ne sont jamais idéales (par exemple, défocalisation de la surface, défauts de symétrie d'éclairement, contraste insuffisant)... De plus, la richesse des informations est par fois néfaste car souvent les informations apportées ne sont pas pertinentes : de nombreux détails de l'image concernent des objets que l'on ne veut pas prendre en considération.

Il faudra donc simplifier l'image pour essayer de ne garder que certaines informations utiles à l'analyse. L'utilisation de filtres permet d'éliminer les effets indésirables et de «purifier » l'image [10].

#### 1.2.2. Transformation de l'image numérique en image binaire :

En fonction des formes recherchées (grains de telles tailles, zones de couleurs particulières), on va séparer les structures intéressantes des autres par l'opération de seuillage. Elle consiste à donner la valeur 1 aux structures qui vérifient les critères sélectionnés et 0 aux autres. On obtient donc une matrice binaire [10].

#### 1.2.3 Le seuillage :

Une image numérique, pour pouvoir être exploitée a généralement besoin d'être simplifiée, c'est le but du seuillage. Ce dernier consiste à transformer l'image codée sur 6, 8 ou 16 bits, en une image binaire ou les pixels à 1 correspondent aux objets et les pixels à 0 au fond de l'image.

obligatoire pour toute analyse morphologique ultérieure. Le seuillage permet de sélectionner les parties de l'image qui intéressent l'opérateur, par exemple 2 types de grains (blancs et sombres) dans un mélange. On peut donc, par exemple, attribuer à tous les pixels de l'image numérique qui ont un niveau de gris compris entre deux valeurs it et iz choisies par l'opérateur, la valeur 1; à tous les autres pixels est attribué la valeur 0. Après seuillage, les parties de l'image sélectionnées seront traduites en noir et blanc L'image, digitalisée par l'ordinateur (0 et 1), est appelée image binaire.

#### 2. Application:

Dans le langage MATALB, une image est considérée comme une matrice de points. Chaque point est représenté par un entier correspond à sa couleur que MATLAB va chercher dans la table de couleurs courante lors de l'affichage [12]. En plus cette matrice peut être binarisée par

correspond a une image seuffiee (dinaire) en noire et blanc. Dans ce sens on a elabore un programme en MATLAB qui a pour but de calculer le taux de ferrite dans chaque échantillon en suivant la procédure suivante :

- Lecture des micrographies pour un même échantillon
- Binarisation des micrographies (Seuillage).
- Obtention des images seuillées (voir le schéma)



- 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 ( $T_{\delta}$ ).étant donné que la ferrite se colore en noir et l'austénite en blanc ;  $T_{\delta}$  serait donc :

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



ixcluarques.

- l'application de cette technique nécessite des bonnes images, représentatives et révélant la structure d'une façon homogène. Ce dernier point n'est pas toujours obtenu malgré les soins apportés à la représentation des échantillons et nécessite le traitement des images avant le seuillage par des filtrages morphologiques. Ces traitements permettent d'homogénéiser la luminance, de minimiser l'influence du bruit de fond, d'accroître les contrastes des images et donc de faciliter leur binarisation [11].
- On garde un même seuillage pour les mêmes images d'un même échantillon pendant la manipulation

#### III. Essai dureté Vickers :

Afin de comparer les résultats trouvés ; les échantillons ont subit des testes de dureté Vickers.

#### Principe de l'essai dureté Vickers – HV :

L'essai consiste à appliquer sur une pièce à mesurer, un pénétrateur sous une charge d'appui F donnée.

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



Fig.2-6 : Principe de l'essai dureté

Généralement, L'essai est réalisé à température ambiante sur un échantillon préalablement poli et prélevé perpendiculairement à l'axe du cordon de soudure. La soudure, la zone de

# La charge d'essai appliquée est de 49,2 N soit 5 kgf (symbole de dureté HV5). La charge 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.

Pratiquement nous avons suivi les mêmes profiles de balayage adoptés dans l'analyse micrographique.

#### Résultats et interprétations :

#### A- Taux de ferrite :

En se basant sur les micrographies saisies selon le mode de balayage adopté, et en exploitant le programme que nous avons décri précédemment pour l'estimation de taux de ferrite, nous avons obtenu les résultats suivants :

#### 1. Echantillon T1 :

Distance (en µm) à partir de		Taux de ferrite (T $\delta$ ) dans la	La moyenne (T $\delta$ ) <sub>m</sub>
14 L.L.		werden gerreeten vang	
250	Mesure 1	24.9	26.2
	Mesure 2	25.8	
	Mesure 3	27.8	
750	Mesure I	194	20.3
	Mesure 2	21.1	
	Mesure 3	20.4	
1000	Mesure 1	24.8	20.2
	Mesure 2	20.8	
	Mesure 3	15.1	
1250	Mesure 1	21.7	19.7
	Mesure 2	17.1	_
   	Mesure 3	20.3	
1750 (centre	Mesure 1	20.5	17.9
du cordon)	Mesure 2	19.3	
ĺ	Mesure 3	14	<u> </u>

Tab.3.1 : les valeurs de taux de ferrite dans l'échantillon T1.

Soit : (7 S) 
$$m$$
 Total =  $\frac{1}{5} \sum_{Smi} T_{Smi} = 20.8 \%$ 

L'écart type:  $\sigma = \frac{1}{5} \left( \sum_{i=1}^{\infty} (\overline{T} - T_i)^2 \right)^{1/2} = 3.9 \implies$  la distribution du taux de ferrite le

long de la zone fondue n'est pas homogène.

Les résultats du tableau précédent sont représentés en fonction de la distance 'X' dans le graphe suivant :



Fig.3-1 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la distance 'x'

En s'éloignant de la zone de liaison et en s'approchant du centre de cordon de soudure le taux de ferrite diminue considérablement.

Ce phénomène peut être expliqué on se basant sur le diagramme pseudo binaire Fe Ni Cr ; en effet :

Le métal fondu après son retour à l'état solidifié peut être le siège de la réaction suivante :

Ferrite ( $\delta$ )  $\rightarrow$  Austénite ( $\gamma$ ) entre  $T = 1250 \text{ et } 1000^{\circ}C$ 

Toutefois il faut souligner que cette réaction n'est complète. En fait ; la décomposition de la ferrite ( $\delta$ ) en austénite ( $\gamma$ ) dépend fortement du gradient thermique ou encore la vitesse de refroidissement :

Si le gradient thermique  $(G = \frac{\partial T}{\partial X})$  est fort, nous aurons donc une vitesse de refroidissement rapide, ce qui permet de garder une quantité de ferrite( $\delta$ ) résiduelle importante, ce qui est le cas à proximité de la zone de liaison (ZL), car cette dernière peut considérée comme étant une interface entre une zone froide ( le métal de base) et une zone chaude ( zone fondue).

.

 $\partial T$  ,  $\partial T$  ,  $\partial T$  ,  $\partial T$  ,  $\partial T$ 

quantité de territé ( $\phi$ ) residuelle relativement faible au cas precedent, ce qui est le cas au sein de centre du cordon de soudure.





Fig.3-2 : diagramme pseudo binaire Fe -Ni -Cr

.



Fig.3-3 : Micrographies de la zone fondue (échantillon T1)

2. Echantilion ML.

Distance (en µm) à partir de la ZL		Taux de ferrite (T $\delta$ ) dans la zone fondue (M1)	La moyenne (Tδ) m
250	Mesure 1	17.5	17.5
•••	Mesure 2	16.4	
	Mesure 3	18.5	
750 N	Mesure 1	15.2	17.9
	Mesure 2	18.2	
	Mesure 3	20.3	
1250(centre	Mesure 1	18.5	16.3
du cordon)	Mesure 2	15.5	
	Mesure 3	14.8	

Tab.3.2 : les valeurs de taux de ferrite dans l'échantillon M1.

Soit : (
$$T \delta$$
) m Total =  $-\frac{1}{3} \sum_{\delta m} T_{\delta m} = 17, 2\%$ 

Les résultats du tableau précédent sont représentés en fonction de la distance 'X' dans le graphe suivant :



Fig.3-4 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la distance 'x'



3.

46

#### 3.Echantillon T2:

.

Distance (en µm) à partir de la ZL		Taux de ferrite (T $\delta$ ) dans la zone fondue (T2)	La moyenne (T S) m	
250	Mesure 1	8.1		
	Mesure 2	10.2	10.1	
	Mesure 3	12.2	4	
	Mesure 4	10		
750	Mesure 1	16.5	4	
	Mesure 2	11.9	11	
	Mesure 3	9.5		
	Mesure 4	6		
1250(centre	Mesure 1	8.3		
du cordon)	Mesure 2	13	10.5	
	Mesure 3	9.7		
	Mesure 4	10.9		
1750	Mesure 1	13.2	_	
	Mesure 2	11	9.5	
	Mesure 3	7.8	_	
	Mesure 4	5.8		

 Mesure 4
 5.8

 Tab.3.3 : les valeurs de taux de ferrite dans l'échantillon T2

L'écart type : 
$$\boldsymbol{\sigma} = \frac{1}{4} \left( \sum_{i=1}^{\infty} (\overline{T} - T_{i})^{2} \right)^{1/2} = 0.2$$
  
Les résultats du tableau précédent sont représentés en

1

Les résultats du tableau précédent sont représentés en fonction de la distance 'X' dans les 2 graphes suivants :







Fig.3-7 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la distance 'x'



Fig.3-8 : Micrographies de la zone fondue(échantillon T2)



Fig.3-9 : Inter passe (échantillon T2)

4. Echantillon M2 :

Distance (en $\mu$ m) à partir de la ZL		Taux de ferrite (T $\delta$ ) dans la zone fondue (M2)	La moyenne (T $\delta$ ) m	
250	Mesure 1	13.6	13.6	
	Mesure 2	13.8		
	Mesure 3	13.4		
750 Mesure	Mesure 1	12.9	13	
	Mesure 2	11.8		
	Mesure 3	14.4		
1250	Mesure 1	10.9	11.6	
	Mesure 2	12.4		
	Mesure 3	11.5		
2250	Mesure 1	9.5	9.3	
	Mesure 2	8.8		
	Mesure 3	9.5		

Tab.3.4 : les valeurs de taux de ferrite dans l'échantillon M2 ;

Soit :  $(T \delta)_{m Total} = -\frac{1}{4} \sum_{\delta m} T_{\delta m} = 11.9 \%$ L'écart type :  $\sigma = \frac{1}{4} (\sum_{\delta} (\overline{T} - T_{\delta})^{2})^{1/2} = 1.4$ 







Fig.3-11 : Evolution du taux de ferrite en fonction de la distance 'x'

D'après les courbes précédentes nous constatons que :

- le taux de ferrite est sensiblement constant, ce qui implique que la distribution du Cr et du Ni dans l'étendue de la zone fondue est pratiquement homogène.
- 2.  $(\overline{T_{\delta}})_{T1} > (\overline{T_{\delta}})_{T2}$  et  $(\overline{T_{\delta}})_{M1} > (\overline{T_{\delta}})_{M2}$  ou encore d'une manière générale : le taux de ferrite dans une soudure réalisée en une seule passe est supérieur à celui d'une soudure réalisée en deux passes ; en effet :

L'exécution de la première passe se traduit par une première montée en température jusqu'à la température  $T_m$ , suivie d'un refroidissement caractérisé par la vitesse  $V_1$ . la  $2^{eme}$  passe intervient avant que la température au point A n'ait rejoint la température initiale  $T_0$ ; elle est encore à  $T_1 > T_0$  lorsqu'un nouveau cycle thermique intervient.

Du fait de cette  $2^{\text{éme}}$  passe le temps de maintien entre deux températures  $T_{r1}$  et  $T_{r2}$  ( intervalle de température dans lequel se produit la décomposition de la ferrite en austénite) est prolongé (voir la figure ) on aura donc

 $\mathbf{I}_2 = \Delta \mathbf{t}_2 + \Delta \mathbf{t}_1$ .

Du fait de cette  $2^{ene}$  passe le temps de maintien entre deux températures  $T_{r1}$  et  $T_{r2}$  ( intervalle de température dans lequel se produit la décomposition de la ferrite en austénite) est prolongé (voir la figure ) on aura donc :

$$\boldsymbol{t}_2 = \Delta \mathbf{t}_2 + \Delta \mathbf{t}_1.$$



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

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



Fig.3-12 : Micrographies de la zone fondue (échantillon M2)



Fig.3-13 : Inter passe (l'échantillon M2)

#### B. Dureté :

1. Dureté le long de la zone fondue :



Fig.3-14 : schéma de balayage (essai dureté)

#### 1. l'échantillon T1 :

Distance à partir de la ZL (mm)	0 (ZL)	0.5	1	1.5	2	2.5	3 (ZL)
Dureté (HV)	197	188	181	176	183	180	177

Tab.3.5 : les valeurs de la dureté le long de la zone fondue (T1).



Fig.3-15 : variation de la dureté le long de la zone fondue.



#### 2. <u>l'échantillon M1 :</u>

Fig.3-16 variation de la dureté le long de la zone fondue.

#### 3. <u>l'échantillon T2 :</u>

Distance à partir de la ZL (mm)	0 (ZL)	0.5	1	1.5	2 (ZL)
Dureté (HV)	162	167	168	168	163

Tab.3.7 : les valeurs de la dureté le long de la zone fondue (T2).



Fig.3-17 : variation de la dureté le long de la zone fondue.

#### 4. <u>l'échantillon M2 :</u>

Distance à partir de la ZL (mm)	0 (ZL)	0.5	1	1.5	2	2.5	3 (ZL)
Dureté (HV)	176	174	187	185	181	171	178

Tab3.8 : Les valeurs de la dureté le long de la zone fondue (M2).



Fig.3-18 : variation de la dureté le long de la zone fondue.

Les valeurs de dureté obtenues sont aléatoires, mais nous pouvons toujours les approcher à des droites par la méthode de moindre carré ; ce qui confirme l'homogénéité de la distribution du Ni et Cr dans les soudures en question.

Les valeurs moyennes de la dureté sous cordon sont portées dans le tableau suivant :

······································	Dureté moyenne (HV) <sub>m</sub>				
Echantillon	Zone fondue	Zone affectée thermiquement	Métal de base		
	183	165	140		
<u> </u>	165	146	140		
<u> </u>	168	168	140		
MO	179	158	140		

Tab.3.9 : les valeurs de la dureté moyenne sous cordon.







Fig.3-20 : variation de la dureté sous cordon.



Fig.3-21 : variation de la dureté sous cordon.



Fig.3-22 : variation de la dureté sous cordon.

Les courbes précédentes ont montré que dans toutes les soudures étudiées la dureté décroît en

.

#### Conclusion générale

Dans cette étude, nous avons utilisé la technique d'analyse d'images pour quantifier le taux de ferrite et nous avons trouvé que ce taux est pratiquement constant le long de la zone fondue et nous avons vérifié ça par des testes de dureté, ce qui implique la fiabilité de cette technique et le logiciel utilisé.

Cette étude a montré également que le taux de ferrite est fortement lié aux conditions de soudage :

- En augmentant le nombre de passes le taux de ferrite diminue.
- \* En augmentant l'énergie de soudage le taux de ferrite diminue également.

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

- Une attaque électrochimique pour révéler la ferrite au sein de la zone affectée thermiquement
- Utilisation d'un thermo couple pour mesurer les températures maximales atteintes et le temps de séjour.
- Une analyse microscopique électronique et une analyse magnétique pour vérifier les résultats obtenus.

#### La liste bibliographique :

[1] : Colombie : les matériaux métalliques.

[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]: P.LACOMBE, B.BAROUX, G.BERANGER: les aciers inoxydables / les éditions de physique

[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. Thèse de magistère /ENP2002

[8] : site Internet : www. Soudeur .com

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

[10] : Cours d'analyse d'image / Ecole des Mines de Saint-Étienne

[11]: N. HAMEDI : contribution à l'étude de la nitruration des aciers faiblement alliés au
 Cr-Mo-V comportement – microstructure – propriétés mécaniques. Thèse de magister /ENP
 2002

[12] : B.MESBAHI. : Apprendre et maîtriser MATLAB.