

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique
Département de METALLURGIE

Thèse de Doctorat En METALLURGIE

Option : METALLURGIE

Présenté par :

MARICHE (Epouse REHOUMA) Kheira
Magister en METALLURGIE de l'ENP

Intitulé

Comportement structural et mécanique de soudures d'acier inoxydable austénitique du type 316L vieilles

Soutenu publiquement le **4 / 02 /2013** devant le jury composé de :

Président	DJEGHLAL Mohamed Elamine	Professeur	ENP Alger
Directeur	BOUABDALLAH Mabrouk	Professeur	ENP Alger
Co-directeur	IMAD Abdellatif	Professeur	Polytech'Lille
Examineur	CHITROUB Mohamed	Professeur,	ENP Alger
Examineur	AMARA Sif-Eddine	Professeur,	USTHB Alger
Examineur	NECIB Kamel	Professeur	EMP Alger
Examineur	TALA-IGHIL Nacer	Maitre de recherche A	CSC Alger

ENP 2013

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé en partage entre le centre national de recherche scientifique en soudage et contrôle de Chéraga et le laboratoire de mécanique de l'école polytechnique de Lille. Avant toute chose, je tiens à souligner que ce travail personnel a demandé la participation de nombreuses personnes que je tiens à remercier chaleureusement :

Je commencerai naturellement par remercier MM. les professeurs Bouabdallah mabrouk enseignant chercheur à l'ENP d'El-harrach et Imad abdellatif également enseignant chercheur à l'école polytechnique de Lille qui ont eu la lourde charge de diriger cette thèse. Je les remercie pour la grande liberté qu'ils m'ont accordée ainsi que la grande disponibilité dont ils ont fait preuve à mon égard. Je remercie monsieur Imad abdellatif pour avoir mis à ma disposition les moyens nécessaires à l'avancement de la thèse lors de mon passage à Lille.

Mes remerciements vont également à monsieur DJEGHLAL Mohamed Elamine professeur à L' ENP d' Alger pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance. Elles vont à monsieur CHITROUB Mohamed professeur à l'ENP chef de département de métallurgie pour avoir accepté l'examen de mon travail. Monsieur AMARA Sif-Eddine professeur à l'USTHB d'Alger, monsieur NECIB Kamel également professeur à l'EMP d'Alger et monsieur TALA-IGHIL Nacer Maitre de recherche A au CSC d'Alger sont vivement remerciés pour avoir examiné mon travail.

Je voudrais également adresser mes plus vifs remerciements à monsieur Roland Taillard professeur à l'université de Lille et chercheur au laboratoire de physique et génie des matériaux pour l'aide qu'il a bien voulu m'apporter lors de mon passage au niveau de ce laboratoire. Je le remercie spécialement pour sa disponibilité et pour ses précieux conseils. Les expérimentations réalisées dans ce laboratoire n'auraient pas pu être possible sans l'aide de nombreuses personnes. Je tiens à remercier tout particulièrement monsieur Rajashekara Shabadi pour la patience et l'aide qu'il m'a accordé lors de ces travaux.

Mes remerciements vont également à monsieur Thong Dang Hoang docteur au laboratoire de mécanique de l'école polytechnique de Lille pour l'aide qu'il m'a apporté dans la réalisation des tests de traction avec la corrélation d'image.

Je remercie également l'ensemble du personnel du laboratoire de métallurgie physique et génie des matériaux ainsi que ceux du laboratoire de mécanique de l'école polytechnique de Lille qui m'ont apporté une aide directement ou indirectement.

Je remercie le personnel de l'atelier de soudage du centre national de recherche scientifique en soudage et contrôle à Chéraga pour m'avoir réalisé les soudures.

Ce travail de thèse a été rendu possible aussi par de nombreuses collaborations extérieures aux laboratoires directement impliqués dans l'étude. Je suis très reconnaissante envers toutes les personnes ayant contribué à ces collaborations.

Mes remerciements vont également aux oubliés de la liste auxquels je présente mes excuses.

Enfin et avant de terminer, je remercie toute ma famille, tout particulièrement mon mari qui n'a cessé de m'encourager tout le long de cette thèse.

ملخص

قطع حديد مقاوم للأكسدة من طراز 316L بسمك 4 مم أجريت عليها عملية الالتحام عن طريق الشرارة الكهربائية بواسطة خيط حديدي مقاوم للأكسدة و من طراز 308L بقطر يساوي 1.6 مم. سخنت القطع الملحمة على درجة 700 مئوية لفترات زمنية متفاوتة. أجريت على هذه القطع الملحمة فحوصات عن طريق عدة تقنيات. بلورة سيقا غنية بالكروم (Cr) و الملبدان (Mo) ترسبت في الساعات الأولى من عملية التسخين. الملبدان الموجود داخل الحوض الذائب (ZF) تسرب عن طريق الانتشار من جوانب هذا الحوض أثناء عملية الالتحام. من جهة أخرى أظهرت قياسات الصلابة التي أجريت على القطعتين الملحمتين القطعة التي سخنت مدة 1000 ساعة على درجة 700 مئوية و القطعة التي لم تسخن أن هذه الأخيرة اشد صلابة من الملحمتين التي سخنت. وأظهرت قياسات التكسير التي أجريت على القطعتين الملحمتين أن الكسر ظهر في المجال الملحمة في القطعة التي سخنت مدة 1000 ساعة. أما في القطعة الملحمة التي لم تسخن فانطلاق الكسر كان جانب المجال الملحمة. لا فريت أظهرت هشاشة أكثر بالمقارنة مع لوستنتيت أثناء عملية الكسر للقطعة الملحمة الغير المسخنة. **مفاتيح الكلمات** حديد صلب غير قابل للأكسدة 316L، تقنية T.I.G. للالتحام، قطعة ملحمة، تسخين، تحويل، ميكانيكية.

Résumé

Des tôles d'acier inoxydable austénitique du type 316L d'épaisseur 4 mm ont été soudées à l'arc électrique à l'aide d'un fil nu d'acier inoxydable austénitique du type 308L d'un diamètre de 1.6 mm. Les soudures ont été maintenues à 700 °C pendant 140 h, 500 h et 1000 h. Une phase σ riche en Cr et en Mo a précipité dès les premières heures (140 h) de maintien à 700 °C. Le Mo présent dans la ZF provient des bords de la soudure lors du soudage. Par ailleurs, des profils de dureté Vickers montrent un adoucissement au niveau de la soudure vieillie jusqu'à 1000 heures comparé à la soudure de référence (soudure non vieillie). Lors des essais de traction assistés par la corrélation d'image digitale, la rupture s'est produite dans la zone de liaison pour la soudure de référence. Elle s'est produite au centre de la zone fondue dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C. La ferrite présente une fragilisation comparée à l'austénite lors de l'essai de traction pour la soudure de référence (soudure non vieillie). Ceci est confirmé par la littérature.

Mots clés

Aciers inoxydables austénitiques, Procédé TIG, Soudure, Traitements de vieillissement, Transformation de phase, Propriétés mécaniques.

Abstract

This study carried out on the 316L steel plates welded using a 308L filler material with less stable microstructure than the base plate. The phase transformations in these welds aged at 700 °C were investigated. It was found that the σ -phase forms even at isothermal holding time less than 140 h. The weld molybdenum content originated from base metal regions adjacent to the fusion line. In addition, the profiles of Vickers hardness more particularly show a softening on the level of the welding aged to 1000 h compared with the untreated one. The results of the tensile tests as those of the image correlation showed that the rupture was done in the melted zone centre in the aged weldment. In the untreated one the rupture was done in the adjacent zone from the weld. Ferrite was an embrittle phase compared with austenite during the tensile test for the untreated weldment. This is confirmed by the literature.

Key words

Manual gas tungsten arc welding, Austenitic stainless steels, δ -ferrite, Ageing, Phase transformations, Mechanical properties.

LISTE DES ILLUSTRATIONS

Liste des figures

- ❖ Fig. 1 : Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 1000°C et 1300°C
- ❖ Fig. 2 : Coupe du diagramme ternaire Fe- Cr - Ni pour a) 70% de fer et b) 60% de fer
- ❖ Fig. 3 : Différents domaines de températures dans la soudure du 316L
- ❖ Fig.4 : Position du 316L, du 308L et du 310 dans le diagramme pseudo binaire Fe-Cr-Ni
- ❖ Fig. 5 : Positions relatives des modes de solidification sur une coupe du diagramme ternaire à % Fe constant – Morphologies des structures résultantes à température ambiante
- ❖ Fig. 6 : Modes de solidification dans les aciers 308L et 316L selon le diagramme de constitution WRC92
- ❖ Fig. 7 : Influence de la température et du nombre de passe sur le taux de ferrite (FN) dans la soudure
- ❖ Fig. 8 : Influence de la teneur d'azote dans le gaz de protection sur le taux de ferrite δ
- ❖ Fig. 9 : Soudures au Laser réalisées a) A faible vitesse de soudage, b) A grande vitesse de soudage
- ❖ Fig. 10 : Profil de concentration de chrome au niveau du joint de grains à 650 °C d'un acier 316 pendant 3.78×10^6 s dans H₂O, avec $C_{r,crit.} = 13$ wt% et $C_{r,max.} = 16.71$ wt%
- ❖ Fig. 11. : Représentation schématique de la ségrégation et la distribution du chrome et du nickel dans le cœur et les joints de la dendrite dans le mode de solidification AF d'une soudure d'acier inoxydable austénitique
- ❖ Fig. 12 : Initiation de piqures dans l'austénite d'acier 316L déposé dans une solution de chlorure ferrique (FeCl₃) à 65°C
- ❖ Fig. 13 : Fissuration au sein de la zone fondue (ZF)
- ❖ Fig. 14 : Fissuration s'amorçant au sein de la zone de liaison (MB/ZF)
- ❖ Fig. 15 : Bridage provoquant une fissuration à chaud à la racine d'un cordon d'angle de soudure
- ❖ Fig.16 : Taux de précipitation de la phase σ à 700 °C pour différents alliages Tempaloy –Al est un alliage 18-8.
- ❖ Fig. 17 : Nomogramme pour l'estimation de la phase σ dans la soudure du 316L
- ❖ Fig. 18 : Localisation de la précipitation dans un acier 316 à 0.023% de carbone
- ❖ Fig. 19 : Micrographie sur métal de base montrant une matrice austénitique contenant une faible teneur en ferrite
- ❖ Fig. 20 : Dimension du chanfrein de la soudure
- ❖ Fig. 21 : Schéma du cordon de soudure avec chronologie des passes
- ❖ Fig. 22 : Transfert d'énergie en procédé TIG

- ❖ Fig. 23 : Zones constituant l'arc électrique
- ❖ Fig. 24 : Interaction des phénomènes thermiques, mécaniques et métallurgiques au niveau du matériau à souder lors d'une opération de soudage
- ❖ Fig. 25 : Photo macrographique de la soudure de référence (non vieillie)
- ❖ Fig. 26 : Schéma des cycles thermique de vieillissement
- ❖ Fig. 27 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électron et la surface d'un échantillon
- ❖ Fig.28 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage
- ❖ Fig. 29 : Spectre d'énergie dans l'analyse à l'EDX
- ❖ Fig.30 : Interaction faisceau d'électrons incident - surface de l'échantillon dans la microscopie électronique par transmission
- ❖ Fig.31 : Représentation schématique d'un microscope électronique à transmission la microscopie électronique par transmission
- ❖ Fig. 32 : Diffractogramme réel correspondant à la structure de l'austénite (CFC) dans la soudure vieillie durant 1000 h
- ❖ Fig. 33 : Injection de données relevées du diffractogramme réel dans le logiciel pour l'indexation
- ❖ Fig. 34 : Exemple de diffractogramme simulé correspondant à la structure de l'austénite (CFC) dans la soudure vieillie durant 1000 h
- ❖ Fig. 35 : Sphère d'Ewald et plan du réseau réciproque
- ❖ Fig.36 : Sphère d'Ewald et phénomène de diffraction
- ❖ Fig. 37 : Interférence des ondes diffusées (phénomène de diffraction)
- ❖ Fig.38 : Montage (θ/θ) de Bragg-Brentano
- ❖ Fig.39 : Goniomètre Bragg-Brentano
- ❖ Fig.40 : Schéma indiquant le balayage des mesures de micro-dureté
- ❖ Fig. 41 : Courbe typique de traction
- ❖ Fig. 42 : Dimensions et forme des éprouvettes de traction
- ❖ Fig. 43 : Montage du dispositif expérimental lors de l'essai de traction
- ❖ Fig. 44 : a) Champ des vecteurs de déplacement b) Profil du balayage pour le calcul des déformations locales. c) Zone d'étude (Masque)
- ❖ Fig. 45 : a) Image référence (initiale),b) Image déformée (actuelle)
- ❖ Fig. 46 : Champ de déplacement réalisé à l'aide du logiciel « Tecplot » après 90s de traction sur éprouvette vieillie pendant 1000 h à 700 °C
- ❖ Fig. 47 : image numérique et Pixel
- ❖ Fig. 48 : Les zones ROI et ZOI
- ❖ Fig. 49 : Description expérimentale utilisée avec « DaVis »
- ❖ Fig. 50 : Micrographie optique montrant la croissance épitaxiale dans la région de la soudure du 316L séparant la zone fondue du métal de base

- ❖ Fig. 51 : Micrographies prises dans les différentes passes de la zone fondue dans le plan (XY) de la soudure de référence. Les chiffres (1, 2,3) indiquent la chronologie des passes de soudage
- ❖ Fig. 52 : Micrographie prise dans le plan (XZ) sur la dernière passe de la soudure de référence
- ❖ Fig. 53 : Micrographie prise dans le plan (YZ) dans la zone fondue de la soudure de référence
- ❖ Fig. 54 : Micrographie MET en champ sombre montrant la ferrite au sein de la matrice austénitique dans la soudure de référence (non vieillie)
- ❖ Fig. 55 : Image micrographique (MET) de la ferrite squelettique au sein de la matrice austénitique dans la soudure de référence (non vieillie)
- ❖ Fig. 56 : Micrographie (cliché) MET correspondant au diffractogramme pris dans la soudure de référence sur la ferrite indiquée dans la Fig.54
- ❖ Fig.57 : Simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme (cliché) (voir Fig. 56)
- ❖ Fig. 58 : Résultat de la simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme (cliché) (voir fig. 56)
- ❖ Fig. 59 : Micrographie (cliché) MET correspondant au diffractogramme pris dans la soudure de référence sur l'austénite indiquée dans la Fig.54
- ❖ Fig. 60 : Simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme réel (voir Fig. 59)
- ❖ Fig. 61 : Résultat de la simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme (cliché) (voir fig. 59)
- ❖ Fig.62 : Ferrite de forme squelettique très attaquée dans une micrographie prise au MEB
- ❖ Fig. 63 : Distribution du Molybdène dans la zone fondue de la soudure de référence (non vieillie)
- ❖ Fig. 64 : Localisation de piqûres de corrosion au niveau de la zone affectée thermiquement (ZAT) proche de la zone de liaison (ZL) séparant la zone fondue du métal de base
- ❖ Fig. 65 : Micrographie optique prise sur la passe n°2 de la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C. Les flèches rouges et bleues indiquent respectivement la phase σ et la ferrite δ
- ❖ Fig. 66 : Micrographie prise en électron rétrodiffusés (BSE back scattered electron) de la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C
- ❖ Fig. 67 : Micrographie prise en électron rétrodiffusés (BSE back scattered electron) dans la soudure vieillie pendant 500 h à 700 °C montrant les particules de la phase σ occupant le réseau ferritique. La nouvelle austénite (γ_2) se trouve entre la phase σ et l'austénite mère (γ)
- ❖ Fig. 68 : Analyse chimique ponctuelle de la phase σ indiquée dans la Fig. 18. Composition pondérale : Fe = 56 ; Cr = 32,5 ; Ni = 2,2 ; Mo = 6,5 ; Si = 1,0 ; Mn = 1,5

- ❖ Fig. 69 : Profil chimique des éléments Cr, Ni et Mo au voisinage de la phase σ dans la soudure vieillie durant 500 h à 700 °C tout le long du tracé rouge indiqué dans la Fig.67
- ❖ Fig. 70 : Micrographie prise en électron rétrodiffusés (BSE) dans la soudure vieillie pendant 500 h à 700 °C. La phase σ précipite dans le réseau ferritique
- ❖ Fig. 71 : Micrographie (MEB) dans la soudure vieillie pendant 1000 h à 700 °C. Il ya sphéroïdisation de la phase σ
- ❖ Fig. 72 : Diffractogrammes de rayons X pris au sein de la zone fondue de la soudure de référence et de celles vieilles à 700 °C durant 140h, 500h et 1000h
- ❖ Fig. 73 : Micrographie prise au MET montrant la précipitation de la phase σ dans la ferrite avec la présence de l'austénite secondaire (γ_2) dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C
- ❖ Fig. 74 : Image en champ sombre prise au MET de la phase σ dans la soudure vieillie à 700 °C pendant 1000 h
- ❖ Fig. 75 : Diffractogramme obtenu dans la région séparant la phase σ de l'austénite indiquée dans la Fig.74
- ❖ Fig. 76 : Précipitation de phase σ au niveau des joints de grains d'austénite (au sein des régions ferritiques) dans la ZAT de la soudure vieillie durant 500 h à 700 °C
- ❖ Fig. 77 : Précipité riche en chrome dans la ZAT de la soudure vieillie à 700°C pendant 1000h (selon le plan XZ) : a) image du tracé de balayage, b) Profil chimique sur ce tracé indiquant l'évolution des teneurs en Fe, Cr, Ni, Mo et Si
- ❖ Fig. 78 : Courbes d'énergie libre de Gibbs des phases austénite, ferrite α' et phase σ
- ❖ Fig. 79 : Précipitation de phase σ en couleur brun orange au niveau des joints de grains de l'austénite dans le métal de base vieilli durant 1000 h à 700°C
- ❖ Fig. 80 : Précipitation de phase σ en couleur brun orange au niveau des joints de grains de l'austénite dans la zone de liaison séparant le métal de base de la zone fondue dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700°C
- ❖ Fig. 81 : Schéma indiquant le processus de formation de la phase σ et l'austénite secondaire « γ_2 » ($t_2 > t_1 > t_0$)
- ❖ Fig. 82 : Micrographie prise dans la zone fondue de la soudure vieillie durant 140 h à 700 °C. Précipitation de la phase σ dans le réseau ferritique
- ❖ Fig. 83 : Profil de dureté Vickers dans les soudures : SR (Soudure de Référence non vieillie), 140, 500, et 1000 (temps de vieillissement en heure des soudures).
- ❖ Fig. 84 : Module de Young en fonction du temps de vieillissement à 700 °C
- ❖ Fig. 85 : Courbes rationnelles de traction des soudures de référence (SR) et des soudures vieilles à 700 °C
- ❖ Fig. 86 : Effet schématique de la taille des particules sur le mécanisme de durcissement et sur la grandeur du durcissement pour des valeurs croissantes de la fraction volumique de particules
- ❖ Fig. 87 :) Courbe de la loi de comportement de la soudure de référence lors des essais de traction

- ❖ Fig. 88 : Courbe présentant la loi de comportement de la soudure vieillie durant 140 h à 700 °C lors des essais de traction
- ❖ Fig. 89 : Courbe présentant la loi de comportement de la soudure vieillie durant 500 h à 700 °C lors des essais de traction
- ❖ Fig. 90 : Courbe présentant la loi de comportement de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C lors des essais de traction
- ❖ Fig. 91 : Temps des domaines élastique, plastique et durée de rupture dans les deux soudures a) SR, b) 1000 h
- ❖ Fig. 92 : Micrographie BSE présentant la rupture dans les deux soudures : a) Rupture dans la ZL pour la soudure de référence, b) Rupture dans la ZF pour la soudure vieillie 1000 h à 700 °C
- ❖ Fig. 93 : Images micrographiques en MEB prises dans la région de rupture (ZL) dans la soudure de référence : Micrographie A montrant un arrachement de particule avec la présence de stries de fatigue, Micrographie B indiquant une zone de rupture ductile, Micrographie C montrant l'amorçage de fissures, Micrographie D indiquant une zone de rupture fragile (présence de clivage).
- ❖ Fig. 94 : Champs de déplacement à travers les différentes zones de la soudure de référence après 60 secondes du démarrage de l'essai de traction
- ❖ Fig. 95 : Principe du calcul de corrélation directe entre les fenêtres extraites de l'image de la surface de l'échantillon avant et après chargement
- ❖ Fig. 96 : Composante du tenseur de déformation E_{ij} dans le plan (XY) : a) Avant application de charge, b) Après application d'une charge
- ❖ Fig. 97 : Déformations locales dans les différentes zones de la soudure de référence (SR)
- ❖ Fig. 98 : Déformations locales dans les différentes zones de la soudure vieillie pendant 1000 h à 700 °C
- ❖ Fig. 99 : Particules noires (amas de fissures ou cavités) dans les régions ferritiques dans le métal de base déformé proche de la zone de rupture dans la soudure de référence
- ❖ Fig. 100 : Mécanismes d'endommagement et de rupture d'un acier austéno-ferritique en fonction de son degré de vieillissement variant de 0 à 7 et de la température d'essai
- ❖ Fig. 101 : Mécanisme d'endommagement et de rupture des aciers austéno-ferritiques vieillies testés en traction à l'ambiante
- ❖ Fig. 102 : Micrographie MEB indiquant la déformation du métal de base proche de la zone de rupture (ZL) lors de l'essai de traction de la soudure de référence
- ❖ Fig. 103 : Micrographie MEB en BSE montrant l'endommagement dans la ZAT de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C proche de la zone de rupture (centre de la ZF)
- ❖ Fig. 104 : Micrographies MEB montrant les faciès de rupture dans : a) soudure de référence, b) soudure vieillie à 700 °C pendant 1000 h
- ❖ Fig. 105 : Amas de fissures de clivage dans la section d'une éprouvette de traction polie et attaquée au réactif de Murakami

- ❖ Fig. 106 : a) Rupture fragile par clivage dans les zones de précipitation de la phase σ , b) fissuration dans la phase σ
- ❖ Fig. 107 : Orientation marquée du relief des faciès de rupture dans la soudure vieillie comparée à celui de la soudure non vieillie
- ❖ Fig. 108 : Micrographie (MEB) en électrons rétrodiffusés (BSE) indiquant une particule dans le creux d'une cupule dans le faciès de rupture de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C
- ❖ Fig. 109 : Résultats des analyses EDX prises dans le creux (indiqué dans la Fig. 109) du faciès de rupture de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C

Liste des tableaux

- ❖ Tab. 1 : Composition chimique des matériaux en pourcentage massique
- ❖ Tab. 2 : Caractéristiques mécaniques des matériaux utilisés
- ❖ Tab. 3 : Solutions d'attaque utilisées pour révéler les différentes phases dans la zone fondue de la soudure
- ❖ Tab. 4 : Taux de ferrite δ dans les différentes passes de la soudure de référence (non vieillie)
- ❖ Tab. 5 : Composition chimique de l'austénite et de la ferrite en pourcentage massique (wt. %) dans la zone fondue de la soudure de référence (soudure non vieillie)
- ❖ Tab. 6 : Résultats de l'analyse à l'EDX de la phase δ , σ et la phase γ contenues dans la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C. Les points numérotés indiquent la localisation de la microanalyse chimique dans la Fig. 66
- ❖ Tab. 7 : Composition chimique de la ferrite dans la soudure de référence et celle vieillie durant 500 h à 700 °C
- ❖ Tab. 8 : Microanalyse chimique à l'EDX de la phase δ , σ , γ_2 et la phase γ contenues dans la ZAT de la soudure vieillie pendant 500 h à 700 °C. Les points numérotés indiquent la localisation de la microanalyse chimique dans la Fig. 76.
- ❖ Tab. 9 : Composition chimique de la phase σ issue des traitements de vieillissement
- ❖ Tab. 10 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction du temps de vieillissement
- ❖ Tab. 11 : Composition chimique de la particule se trouvant dans le creux d'une cupule dans la Fig. 108

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I METALLURGIE DE SOUDAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES	6
INTRODUCTION A L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	7
1. LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES	7
1.1. Nuances et propriétés	7
1.2. Applications	8
2. SOUDAGE DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES.....	9
2.1 Aptitude au soudage	9
2.2 Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique (316L)	10
2.3 Mode de solidification dans la zone fondue	12
2.4 Influence des paramètres de soudage sur le taux de ferrite δ	19
2.5 Conséquences métallurgiques des cycles thermiques du soudage des aciers inoxydables austénitiques	23
2.5.1. Précipitation de carbures	23
2.5.2. Fissuration à chaud dans la zone fondue	26
2.5.3. Précipitation de composés intermétalliques lors du vieillissement d'aciers inoxydables austénitiques soudés	29
3. EFFETS DES VIEILLISSEMENTS THERMIQUES ET MECANIQUES	35
3.1 Vieillissement thermique (Précipitation)	35
3.2 Vieillissement mécanique (fluage)	36
CHAPITRE II MATERIAUX ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	39
1. IDENTIFICATION DES MATERIAUX	40
1.1. Composition chimique	40
1.2. Caractéristiques mécaniques	41
2. REALISATION DES SOUDURES.....	42

3. CONTROLE RADIOLOGIQUE AUX RAYONS X (RX) DES SOUDURES	46
4. MACROGRAPHIE DE LA SOUDURE	46
5. TRAITEMENTS DE VIEILLISSEMENT	47
6. OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE (MO)	48
7. OBSERVATIONS AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)	49
8. MICROANALYSE CHIMIQUE AUX RAYONS X A DISPERSION D'ENERGIE (EDX)	50
9. OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION (MET)	52
9.1. Indexation des clichés de microdiffraction	53
9.2. Calcul des paramètres cristallins	58
10. DIFFRACTION DES RAYONS X (DRX).....	59
.....	59
11. MICRODURETE VICKERS (HV)	61
12. ESSAIS DE TRACTION ASSISTES PAR LA CORRELATION D'IMAGE DIGITALE (CID)	62
12.1. Essais de traction	62
12.2. Technique de corrélation d'image digitale (CID)	64
12.3. Images numériques ROI et ZOI	67
12.4. Logiciel de corrélation d'images « DaVis »	69
13. OBSERVATION DES FACIES DE RUPTURE AU MEB	70
CHAPITRE III CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DES SOUDURES	71
INTRODUCTION	72

1. CARACTERISATION DE LA SOUDURE DE REFERENCE (SR)	73
1.1. Phénomène d'épitaixie	73
1.2. Structure et distribution de la ferrite dans le cordon de soudure	74
1.3. Présence du Molybdène (Mo) dans la zone fondue	84
2. CARACTERISATION DES SOUDURES VIEILLIES A 700°C.....	86
2.1. Précipitation dans la zone fondue (ZF)	86
2.2. Précipitation dans la zone affectée thermiquement (ZAT)	95
2.3. Précipitation dans le métal de base	99
3. MECANISME DE FORMATION DE LA PHASE σ.....	101
4. MECANISME DE FORMATION DES CARBURES.....	103
CHAPITRE IV CARACTERISATION MECANIQUE DES SOUDURES	105
INTRODUCTION	105
1. EFFET DU VIEILLISSEMENT SUR LA DURETE VICKERS.....	106
2. COMPORTEMENT A LA TRACTION DES SOUDURES	106
2.1. Effet du vieillissement sur les propriétés globales	106
2.2. Effet du vieillissement sur les déformations locales dans les soudures	120
2.2. 1. Calcul du champ de déplacement	120
2.2. 2. Calcul du champ de déformation	122
2.3. Endommagement et faciès de rupture	125
2.3.1. Endommagement dans la région adjacente de la zone fondue	125
2.3.2. Analyse des faciès de rupture	129
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	135
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	139
ANNEXES	152

ANNEXE 1 : PARAMETRES DE CALCUL DU CHAMP DE DEPLACEMENT.....	153
ANNEXE 2 : MOTIFS DE DIFFRACTION.....	164
ANNEXE 3 : ETAPES D'INDEXATION D'UN CLICHE DE MICRODIFFRACTION.....	171
ANNEXE 4 : LES MODULES DU LOGICIEL « DAVIS »	180

INTRODUCTION GENERALE

Les aciers inoxydables austénitiques en l'occurrence la nuance 316L sont largement utilisés dans l'industrie chimique, pétrochimique, pharmaceutique, dans l'industrie de l'énergie et dans la cryogénie. Leur bonne résistance à la corrosion et leurs bonnes propriétés mécaniques leur attribuent une place privilégiée dans ces secteurs industriels. Ils sont ductiles et possèdent une forte capacité d'écrouissage. Ils sont généralement considérés comme soudables, si des précautions appropriées sont suivies. Ils constituent des matériaux de structure particulièrement intéressants. Leur utilisation comme tels sur les installations industrielles requiert l'assemblage de composants de grande taille. Cependant ils posent un certain nombre de problèmes pendant et après soudage. Ces problèmes se situent principalement au niveau de (03) risques majeurs, il s'agit de:

- ✓ La fissuration à chaud lors du soudage,
- ✓ La corrosion intergranulaire lors d'un maintien prolongé dans un intervalle de température allant de 500 °C à 800 °C .
- ✓ Le phénomène de précipitation de phase fragilisante telle que la phase sigma (σ) lors d'un maintien prolongé dans un domaine de température allant de 450 °C à 900 °C.

La méthode de soudage la plus couramment utilisée est le soudage à l'arc électrique largement utilisé dans le domaine pétrochimique et celui de l'énergie. Dans ces secteurs, les températures de fonctionnement peuvent être relativement hautes. Souvent, le joint de soudage devra résister à la combinaison de trois mécanismes : fluage, fatigue, parfois fluage -fatigue combinés aux effets d'environnement. La fatigue étant à la fois de nature thermique et mécanique. Sachant que l'opération de soudage conduit à des modifications microstructurales locales qui peuvent avoir une influence très importante sur les propriétés mécaniques et plus particulièrement sur la tenue en fluage, le choix des paramètres et conditions de soudage est capital. Jusqu'à présent, la maîtrise de ce choix a permis d'obtenir des soudures de qualité normative tout en évitant les problèmes de la fissuration à chaud. Par ailleurs, l'utilisation de ces aciers soudés, dans un environnement corrosif s'est faite grâce à l'élaboration de nouvelles nuances plus résistantes à la corrosion. Nous citons les nuances à bas carbone tels que le 304L et le 316L. Il y a aussi les nuances stabilisés au titane tel que le 321, et au niobium tel que le 347. L'ajout du Mo a permis d'obtenir des aciers présentant une très bonne résistance à la corrosion par piqûres (nuances 316 et 316L). Dans ces alliages, c'est le chrome (Cr) qui confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion, le nickel (Ni) permet une

configuration cristallographique austénitique, et le molybdène (Mo) (2%) est responsable de la bonne résistance au fluage.

Lors de la solidification du bain de soudage, la microstructure du métal fondu dépend du mode de solidification et des transformations de phases se produisant à l'état solide. Ces transformations sont dépendantes principalement de la composition chimique du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement. Le dépôt résiduel (appelé cordon de soudure) dans ces alliages possède une structure austénoferritique. Les facteurs métallurgiques essentiels qui gouvernent la fragilisation de ces dépôts sont la teneur en ferrite et la teneur en carbone du métal déposé. La ferrite, minimale pour la fragilisation, est nécessaire pour se préserver de la fissuration à chaud. Le carbone, minimal pour la fragilisation, est suffisant pour assurer la résistance mécanique et plus particulièrement la résistance au fluage. Notons que lors du soudage, la phase austénitique et plus particulièrement la ferrite sont instables. Cette instabilité est liée à l'état hors équilibre dans lequel se trouvent ces phases. La teneur en ferrite dépend principalement de la nature du métal d'apport. C'est pour cette raison, que le choix des métaux d'apport a toujours été un élément important dans la fabrication d'ouvrages en aciers inoxydables austénitiques et de leur fiabilité en service. Par ailleurs, la relation entre la composition chimique des métaux d'apport et le taux de la ferrite résiduelle dans les cordons de soudure peut être bien complexe.

Des diagrammes standards sont traditionnellement utilisés dans le but de prédire les microstructures du joint réalisé dans les conditions conventionnelles de soudage. Nous citons celui de Schaeffler, Delong ou bien les récentes révisions (WRC92). Ces diagrammes tiennent compte uniquement de la composition chimique, alors que les conditions de solidification peuvent complètement changer d'une technique de soudage à une autre. La différence d'énergie et plus précisément la densité d'énergie de soudage mène souvent à des différences de microstructure non prévues par ces diagrammes. Par ailleurs, pour un même procédé de soudage, la vitesse de soudage joue un rôle important sur la nature de la microstructure du métal de la soudure.

Dans cette thèse, nous avons étudié les transformations microstructurales et les comportements mécaniques de soudures de tôles en acier inoxydable austénitique du type AISI 316L à l'aide d'un métal d'apport du type 308L lors de traitements de vieillissement à 700 °C pour des durées allant de 140 h à 1000 h. Le 308L possédant plus d'éléments alphas que le 316L, dépose plus de ferrite. Par ailleurs, le 316L contient du Mo qui est absent dans le 308L, cet élément favorise la précipitation de

phases intermétalliques fragilisantes à haute température. La question qui nous interpellait tout le long de cette thèse est la suivante : Qui des deux, le taux de ferrite relativement élevé déposé par le 308L en tant que métal d'apport, ou bien le Mo venant des bords de la soudure c.-à-d. du 316L est responsable de la fragilisation de la soudure à haute température ? Ceci rend l'étude intéressante.

Le travail a été partagé en quatre grands chapitres :

- ✓ Le premier chapitre concerne l'état de l'art sur la métallurgie de soudage des aciers inoxydables austénitiques plus particulièrement le 316L et les problèmes posés lors du soudage et ceux lorsqu'ils sont maintenus à hautes températures. Un intérêt particulier est porté sur le rôle de la ferrite résiduelle dans la zone fondue de ces aciers soudés et par conséquent sur le rôle du métal d'apport.
- ✓ Le second chapitre est consacré à la caractérisation des matériaux ainsi que les procédures expérimentales utilisés.
- ✓ Le troisième et le quatrième chapitre concernent l'analyse des résultats suivie d'une conclusion générale. Dans le troisième chapitre, nous avons estimé le taux de ferrite dans les différentes passes de la soudure. Nous avons également analysé la composition chimique des phases existantes dans les soudures de référence (soudure non vieillie) et celles traitées à différents temps de maintien à 700 °C. Le partage du Cr ainsi que du Ni en tant qu'élément alphasène et gammagène respectivement dans la ferrite pour le premier et dans l'austénite pour le deuxième a été bien observé. Par ailleurs, le profil chimique du Mo de part et d'autre de l'interface zone fondue/métal de base, nous confirme la nature chimique de la phase σ qui a précipité au sein de la zone fondue dans les premières heures du traitement. Différentes techniques ont été exploitées afin d'atteindre ces objectifs (Microscopie optique (MO), microscopie électronique à balayage (MEB) avec la microanalyse chimique (EDX), microscopie électronique à transmission (MET) et enfin la diffraction des rayons X (DRX). Dans le quatrième et dernier chapitre, les caractérisations mécaniques (essais de traction assistés par la corrélation d'image digitale et microdureté Vickers) ont confirmé les résultats sur la microstructure. Les soudures vieilles montrent des propriétés mécaniques meilleures comparées à la soudure de référence (soudure non vieillie).

Une conclusion générale regroupant l'essentiel des résultats obtenus, termine notre manuscrit et dégage des perspectives de travail. Une liste de références bibliographiques suivie d'annexes figure à la fin de ce document de thèse.

CHAPITRE I
Métallurgie de soudage des
aciers inoxydables austénitiques

Introduction à l'étude bibliographique

Les aciers inoxydables plus particulièrement les austénitiques sont largement utilisés dans l'industrie. Ils sont utilisés dans la cryogénie à basse température ($T < 200^{\circ}\text{C}$) comme ils le sont dans les réacteurs et les échangeurs de chaleur à haute température ($T < 600^{\circ}\text{C}$). Ces alliages sont facilement soudables si des précautions particulières sont prises. La structure de ces aciers soudés est ferrito-austénitique complexe dont la ferrite instable occupe une faible place. La teneur de cette phase doit être limitée entre environ 5% et 15% [1-7]. Cette limite est minimale pour éviter la fissuration à chaud lors du soudage de ces aciers [8-18]. Elle est maximale pour empêcher la ferrite instable de se décomposer lors d'un maintien à haute température. La décomposition de la ferrite à ces températures provoque la précipitation de carbures et la précipitation de phases intermétalliques fragiles tel que la phase σ , η , χ , ...etc [19-23]. Les conditions et paramètres de soudage influent sur la teneur et la morphologie de cette phase [24-30]. La composition chimique du métal d'apport joue un rôle important sur la détermination de cette teneur [31-38].

1. Les aciers inoxydables austénitiques

1.1. Nuances et propriétés

Les aciers inoxydables sont des alliages à base de fer (Fe) dont la composition et la structure confèrent des propriétés physiques et mécaniques très variées. Cette grande variabilité a amené l'A.I.S.I. (American Institute of Steel and Iron) à définir des standards (nuances) qui facilitent la sélection des alliages d'aciers inoxydables en fonction des contraintes mécaniques, chimiques et thermiques propres à chaque condition spécifique d'utilisation. Les aciers inoxydables de structure austénitiques regroupant les nuances A.I.S.I.300, sont de loin les plus nombreux, en raison de leur résistance chimique très élevée, de leur ductilité comparable à celle du cuivre, et leurs caractéristiques mécaniques élevées. Les teneurs en éléments d'addition sont d'environ 18 % de chrome (Cr) et 10 % de nickel (Ni). La teneur en carbone (C) est très basse et leur stabilité peut être améliorée par des éléments tels que le titane (Ti) ou le niobium (Nb). L'addition de carbone augmente la résistance à la traction ainsi que la dureté de l'acier, le manganèse (Mn) prévient la fragilité à chaud et augmente également la dureté. C'est le chrome qui confère à l'acier sa résistance à la corrosion, à l'oxydation ainsi qu'à l'abrasion des surfaces alors que le nickel augmente la résistance et le

durcissement des aciers. C'est en fait la présence du nickel qui sert à distinguer les aciers inoxydables austénitiques des autres groupes d'aciers inoxydables. Ces aciers, sont obtenus par hypertrempe depuis le domaine de température entre 1000 °C et 1300 °C, c'est pour cette raison qu'à l'équilibre thermodynamique, ces alliages se trouvent au voisinage du domaine biphasé austénite-ferrite (voir Figs 1,2). Ils contiennent souvent un faible pourcentage de ferrite. On peut évaluer ce pourcentage à partir de la composition chimique en utilisant des diagrammes empiriques appropriés. Les matériaux que nous avons étudiés sont du type A.I.S.I. 316L comme métal de base et A.I.S.I. 308L comme métal d'apport. La nuance 316L se différencie de la nuance 308L par la présence du molybdène (Mo). Cet ajout permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la résistance à la corrosion. Par contre, la nuance 308L contient plus d'éléments alphas. Le sous type L signifie « low carbon » et indique que l'acier contient moins de 0.03% de carbone.

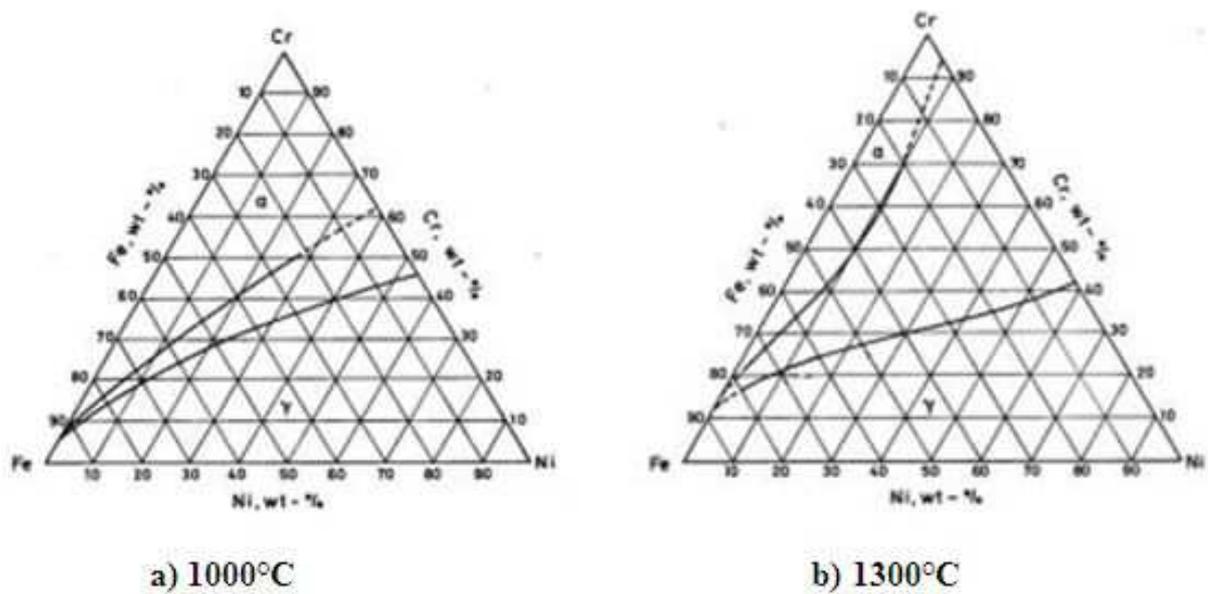


Fig. 1 : Diagramme ternaire Fe-Cr-Ni à 1000 °C et 1300 °C [39]

1.2. Applications

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 réacteurs. Ils sont largement utilisés dans l'industrie chimique, pétrochimique, pharmaceutique, dans l'industrie de

l'énergie et dans la cryogénie. Leur bonne résistance à la corrosion et leurs bonnes propriétés mécaniques leur attribue une place privilégiée dans ces secteurs industriels. Par ailleurs, leur caractère amagnétique leur attribue la première place dans certains secteurs spécifiques. Les aciers inoxydables austénitiques, plus particulièrement l'acier 308L, sont largement utilisés comme métaux d'apport dans le soudage d'équipement industriels : chimique, pétrochimique et dans l'industrie du gaz. Par ailleurs, leur plus proche voisin, l'acier inoxydable austénitique 316L est souvent utilisé dans des assemblages travaillant à des températures relativement élevées.

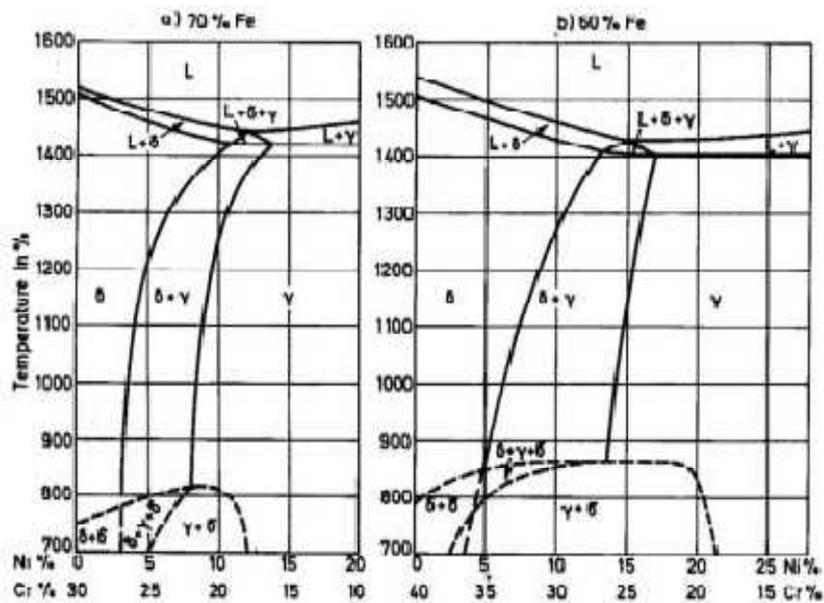


Fig. 2 : Coupe du diagramme ternaire Fe- Cr - Ni pour a) 70% de fer et b) 60% de fer [40]

2. Soudage des aciers inoxydables austénitiques

2.1 Aptitude au soudage

Les aciers inoxydables austénitiques sont généralement soudables. Néanmoins, ils posent un certain nombre de problèmes pendant et après soudage. Ces problèmes se situent principalement au niveau de (03) risques majeurs, il s'agit de:

- ✓ La fissuration à chaud lors du soudage,
- ✓ La corrosion intergranulaire lors d'un maintien prolongé dans un intervalle de température allant de 500 °C à 800 °C et

- ✓ Le phénomène de précipitation de phase fragilisante telle que la phase sigma (σ) lors d'un maintien prolongé dans un domaine de température allant de 450 °C à 900 °C.

La méthode de soudage la plus couramment utilisée pour ces aciers, est le soudage à l'arc électrique largement utilisé dans le domaine pétrochimique et celui de l'énergie. Dans ces secteurs, les températures de fonctionnement peuvent être relativement hautes. Souvent, le joint de soudage devra résister à la combinaison de trois mécanismes : fluage, fatigue et parfois fluage-fatigue combinés aux effets d'environnement. La fatigue est la conséquence de sollicitations à la fois de nature thermique et mécanique. Sachant que l'opération de soudage conduit à des modifications microstructurales locales qui peuvent avoir une influence très importante sur les propriétés mécaniques et plus particulièrement sur la tenue en fluage, le choix des paramètres et conditions de soudage est capital. Jusqu'à présent, la maîtrise de ce choix a permis d'obtenir des soudures de qualité normative tout en évitant les problèmes de la fissuration à chaud. Notons que lors du soudage, la phase austénitique et plus particulièrement la ferrite sont instables. Cette instabilité est liée à l'état hors équilibre dans lequel se trouvent ces phases. La teneur en ferrite dans le cordon de soudure dépend principalement de la nature du métal d'apport [31-38]. C'est pour cette raison que le choix des métaux d'apport a toujours été un élément important dans la fabrication d'ouvrage en aciers inoxydables austénitiques et de leur fiabilité en service. Par ailleurs, la relation entre la composition chimique des métaux d'apport et le taux de la ferrite résiduelle dans les cordons de soudure peut être bien complexe.

2.2 Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique (316L)

Le soudage par fusion locale provoque en général une discontinuité chimique. Trois zones distinctes constituent alors le joint soudé (voir Fig. 3) [41]. Il s'agit de la zone fondue (ZF), de la Zone affectée thermiquement (ZAT) et du métal de base (MB) non affecté. Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, la ZAT se compose à son tour de deux (02) zones distinctes : l'une affectée par la chaleur métallurgiquement, l'autre mécaniquement.

➤ *La zone fondue* : Cette zone se caractérise par une structure métallurgique de solidification qui est généralement anisotrope. Elle se solidifie à l'état austéno-ferritique ou totalement ferritique et la 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 ($T > 1250^\circ\text{C}$ dans le cas du 316L) a été plus rapide (voir Fig. 4). A la suite des ségrégations issues de la solidification, cette ferrite (δ) est à la fois dans les espaces inter dendritiques et dans les axes des dendrites. L'austénite par ailleurs ne subit aucune transformation jusqu'à son retour à la température ambiante.

➤ *La zone affectée par la chaleur*: Elle est approximativement entre 2 mm et 5 mm de la ligne de fusion dans le cas du 316L [41]. Elle se compose de :

- Une zone A au voisinage du métal fondu, dont la température dépasse 1050°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 dans cette micro-zone. Il peut y avoir remise en solution des précipités (carbures ou autres) et des composés intermétalliques.
- Une zone B qui suit la précédente et dont la température atteinte au cours du cycle se situe entre 1050°C et 750°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. Il peut y avoir recristallisation partielle mais sans remise en solution des composés intermétalliques.
- Une zone C dont la température maximale est comprise entre 600 et 750°C environ. C'est une zone non recristallisée et dans laquelle des carbures de chrome ou autres peuvent précipiter.

➤ *Enfin le métal de base (zone D)* : La température ne dépasserait pas 600°C une micro-zone existe appelée zone affectée mécaniquement par la chaleur (ZAM). Dans cette zone le métal de base (MB) est pré-écroui par l'opération de soudage avant même

d'être sollicité en service. Ceci est dû aux contraintes thermiques élevées lors du soudage dans le cas de cet acier à cause de ses caractéristiques physiques à savoir un coefficient de dilatation élevé avec une conductivité thermique très faible.

L'étendue des différentes zones représentée sur la Fig. 3 dépend fortement des paramètres de soudage et du procédé utilisé. Dans cette thèse nous allons nous intéresser plus particulièrement à la zone fondue de cet acier soudé (316L/308L).

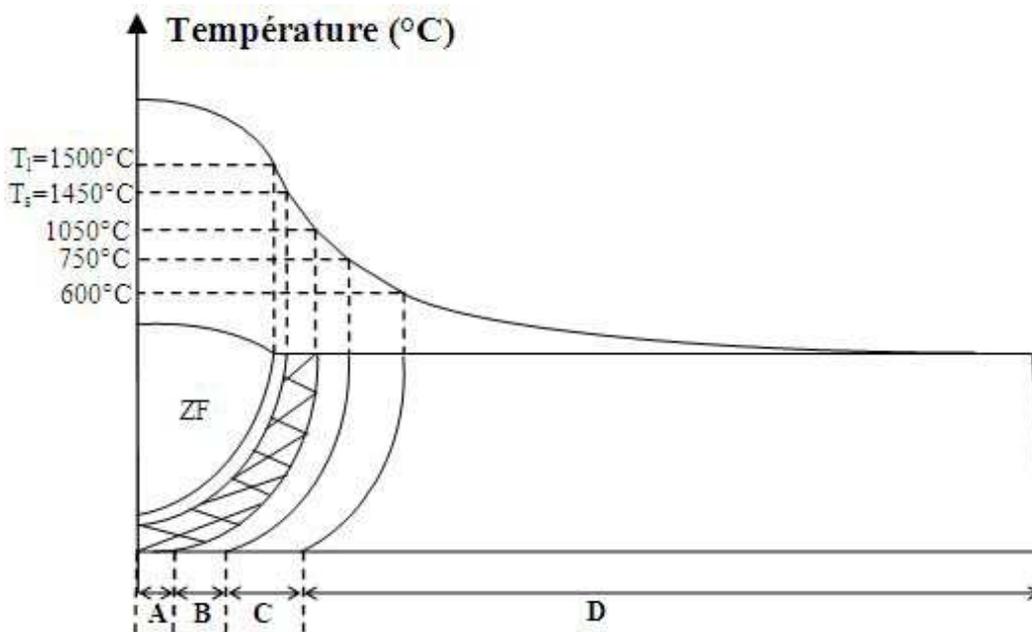


Fig. 3 : Différents domaines de températures dans la soudure du 316L [41]

2.3 Mode de solidification dans la zone fondue

Lors de la solidification du bain de soudage, la microstructure du métal fondu dépend du mode de solidification et des transformations de phases se produisant à l'état solide. Ces transformations sont dépendantes principalement de la composition chimique du métal d'apport et de la vitesse de refroidissement. Le dépôt résiduel (appelé cordon de soudure) dans ces alliages possède une structure austénoferritique. La phase primaire lors de la solidification de la zone fondue pour ce type d'aciers, peut être de l'austénite ou de la ferrite.

La nature de cette phase, dépend essentiellement de la composition chimique du métal d'apport [10, 43, 44]. Différents travaux ont été réalisés afin d'étudier l'influence des paramètres de soudage et de la composition chimique sur la microstructure de ces aciers soudés [24-30]. Cependant, l'acier 308L, possédant relativement une forte teneur en élément alphagènes comme le chrome n'a pas été assez étudié.

La solidification de plusieurs nuances de métal d'apport inoxydable a été étudiée. Certains auteurs [38], ont étudié la solidification des métaux d'apport d'acier 310 et 308 notamment par analyse thermique différentielle. Les compositions de ces nuances les situent sur le diagramme d'équilibre (Voir Fig. 4) respectivement à gauche et à droite du triangle triphasé liquide + ferrite + austénite. Le cas est bien tranché pour les compositions d'acier 308 (ferrite primaire) et d'acier 310 (austénite primaire) situées de part et d'autre du triangle du péritectique (Voir Fig.4). On voit bien dans cette figure que la composition de l'acier 316 et 316L se trouve dans le triangle péritectique d'indétermination. Le mode de solidification est mitigé car on se trouve entre le mode en ferrite primaire et celui en austénite primaire. Par contre, pour le 308L, il est bien situé à droite du triangle péritectique où c'est la ferrite qui germe en premier. Ils ont montré que pour cet acier, la solidification s'effectuait essentiellement en ferrite primaire avec en toute fin la formation d'austénite qui, avec l'abaissement de la température vient enrober puis consommer la ferrite formée initialement. Au final, la ferrite observée est ainsi le produit de la transformation incomplète de la ferrite primaire en austénite, et se situe au cœur des grains ferritiques primaires. Suutala [33], utilise la trempe pour étudier ces deux modes de solidification en s'appuyant sur les théories diffusionnelles. Ils interprètent la solidification pour les nuances 304,304L, 308 et 309, mais ils restent très prudents pour le 316 selon Bouche [42]. Ils observent une structure cellulaire dendritique austénitique et de la ferrite intercellulaire. Ils expliquent ceci par l'enrichissement du liquide en Cr suite à la formation de l'austénite. La trempe empêche les phénomènes de diffusion de se produire et la composition du liquide riche en Cr entraîne la formation de ferrite à l'ambiante. Pour décrire la solidification sous forme cellulaire-dendritique, ces auteurs, proposent de considérer que la dendrite cellulaire est constituée d'une série de petits volumes élémentaires dont la croissance dans le liquide, chacun selon une surface plane, entraîne le développement du cristal. Par ailleurs, pour expliquer la transformation de la ferrite en austénite dans le cas de la solidification des aciers de type 308, ils font appel à un mécanisme de transformation massive puisque selon eux, le refroidissement est si rapide que la diffusion du chrome et du nickel est

comme interrompue. La transformation massive serait pilotée par des différences d'énergie libre des deux structures qui se succèdent, et prendrait naissance lors de la formation de germe d'austénite dans le liquide intercellulaire.

Suutala [33] considèrent que pour une croissance dendritique, le rôle essentiel est à la composition chimique du métal d'apport et que les paramètres de soudage n'occupent qu'un rôle secondaire. En effet, ferrite et austénite sont des phases métalliques très voisines et ont des propriétés très proches. Dès lors leur comportement en état de surfusion constitutionnelle est identique (faible croissance), alors qu'on observerait des différences plus importantes induites par les conditions de soudage pour une croissance planaire ou cellulaire [33].

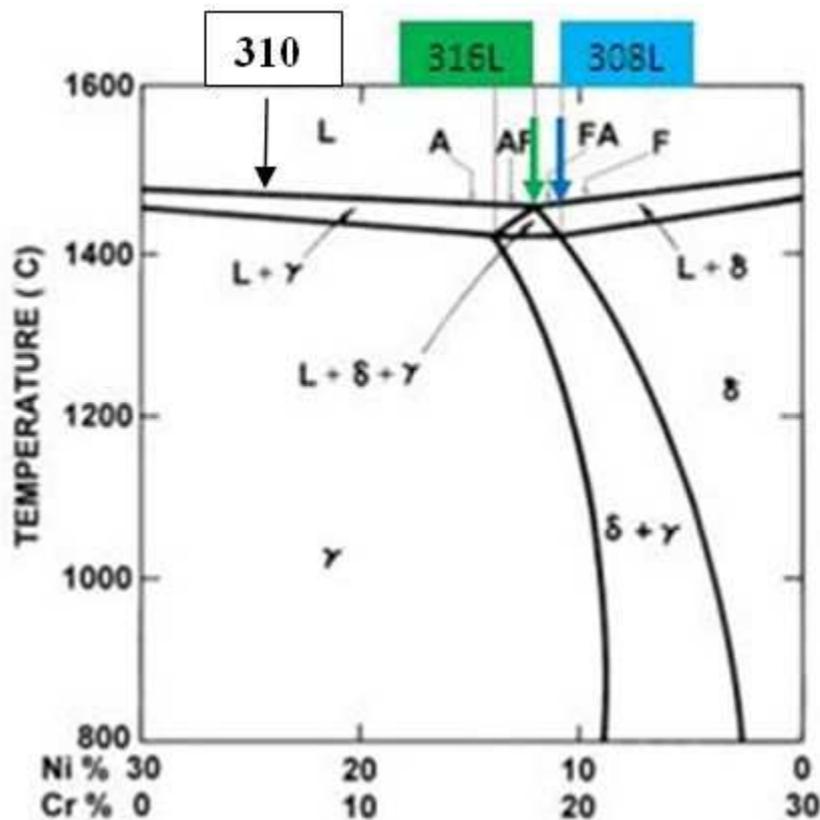
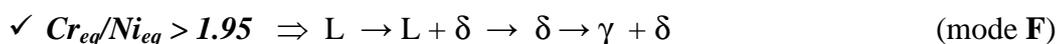
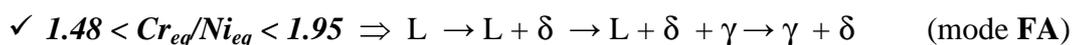
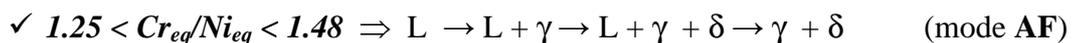


Fig.4 : Position du 316L, du 308L et du 310 dans le diagramme pseudo binaire Fe-Cr-Ni

David S.A. [43] a repris la question de la solidification du métal d'apport d'acier 308, dans l'objectif d'effectuer une classification des morphologies types de ferrite. Il observe de la ferrite qu'il qualifie de vermiculaire, et dans une moindre proportion de la ferrite en lattes. Pour lui ces deux formes de ferrite peuvent former un réseau continu, par opposition aux morphologies de ferrite de Widmanstatten ou globulaire. Il propose un

mécanisme de formation cellulaire dendritique de ferrite dans le liquide, suivi d'une transformation de la ferrite en austénite. On doit souligner qu'avec de très légères variations de composition de l'électrode, différents auteurs ont pu se trouver confrontés à des matériaux différents dans leur microstructure puisque la plage de coexistence des trois phases $L + \delta + \gamma$ est très restreinte. Il est également difficile d'apprécier l'influence éventuelle des paramètres de soudage (vitesse, intensité . . . etc). On voit bien donc qu'en fonction de la composition chimique du métal d'apport, la solidification peut se produire selon différents modes (voir Fig. 5). Une étude d'ensemble sur les processus de solidification dans les métaux austénitiques soudés a été établie [10]. Elle met en relief l'impact de la solidification primaire sur la microstructure résultante. Ils décrivent (04) modes de solidification: *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 cœurs des dendrites. Il apparaît alors dans ces zones de la ferrite résiduelle dite "squelettique" ou "vermiculaire"; et enfin *Mode F* : solidification en ferrite primaire avec possibilité de nucléation de grains d'austénite au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstätten). 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. Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté Cr_{eq}/Ni_{eq} [10] :



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. Dans le diagramme de constitution WRC92 [44] (voir Fig. 6) l'acier 308L se trouve dans la zone où le mode de solidification est ferritique (F) et ferrito-austénitique (FA) c-à-d il ne peut germer en premier lieu lors de la solidification que de la ferrite. Par contre, selon le même diagramme, l'acier 316L se trouve dans les zones où le mode de solidification peut être ferrito-austénitique (FA), ou bien austéno-ferritique (AF) ou bien austénitique (A). Les conditions de soudage (énergie et vitesse de refroidissement) ainsi que la composition chimique du bain de soudage décideront du mode de solidification dans le cas de cet acier. Rappelons que ce dernier contient moins d'éléments alphagènes.

Nous citons aussi les travaux de Vitek et David [45], ces auteurs ont étudié le phénomène d'instabilité de phase dans les aciers inoxydables austénitiques. Ils présentent une nouvelle approche sur la question et ils montrent dans leurs résultats l'influence de cette instabilité sur les propriétés mécaniques de ces aciers. Ils soulignent l'apport des nouvelles techniques expérimentales, le développement de nouvelles méthodes théoriques et l'avancée de l'outil informatique sur la compréhension et la prédiction des instabilités de phases et des propriétés mécaniques des soudures de ces aciers. Ils trouvent que pour les aciers inoxydables, l'instabilité de phase peut être influencée par un certains nombre de facteurs :

- ✓ Les conditions de solidification.
- ✓ Les transformations à l'état solide Ferrite /Austénite.
- ✓ Les transformations de phase à hautes températures (de 550°C à 900°C).
- ✓ Les transformations de phase à basses températures (de 300°C à 550°C).

Le développement des théories sur la solidification ont été appliqués pour comprendre l'influence de la vitesse de refroidissement sur la formation de phase pendant la solidification. De nouvelles méthodes d'évaluation thermodynamique ont montré l'influence de la composition chimique sur l'instabilité de phase [45]. Ces auteurs montrent aussi l'inefficacité ou l'incapacité des diagrammes de constitution standard (classiques) tels que celui de Schaeffer [46], de DeLong [47], ou bien les récentes

révisions [44], dans la prédiction des microstructures des joints soudés. Ces derniers ne tiennent pas compte des conditions de soudage, seule la composition chimique est considérée dans leurs formules. Ces travaux [45] ont aussi montré que les changements dans les modes de solidification lesquels produisent des changements dramatiques dans la microstructure du joint soudé, ne sont pas nécessairement liés à la rapidité de la solidification. Il y a eu beaucoup de travail dans le domaine de la théorie pour essayer d'expliquer et de comprendre les conditions de solidification. Ces études ont examiné l'influence relative des conditions de germination et croissance compétitive entre la solidification de la ferrite et celle de l'austénite.

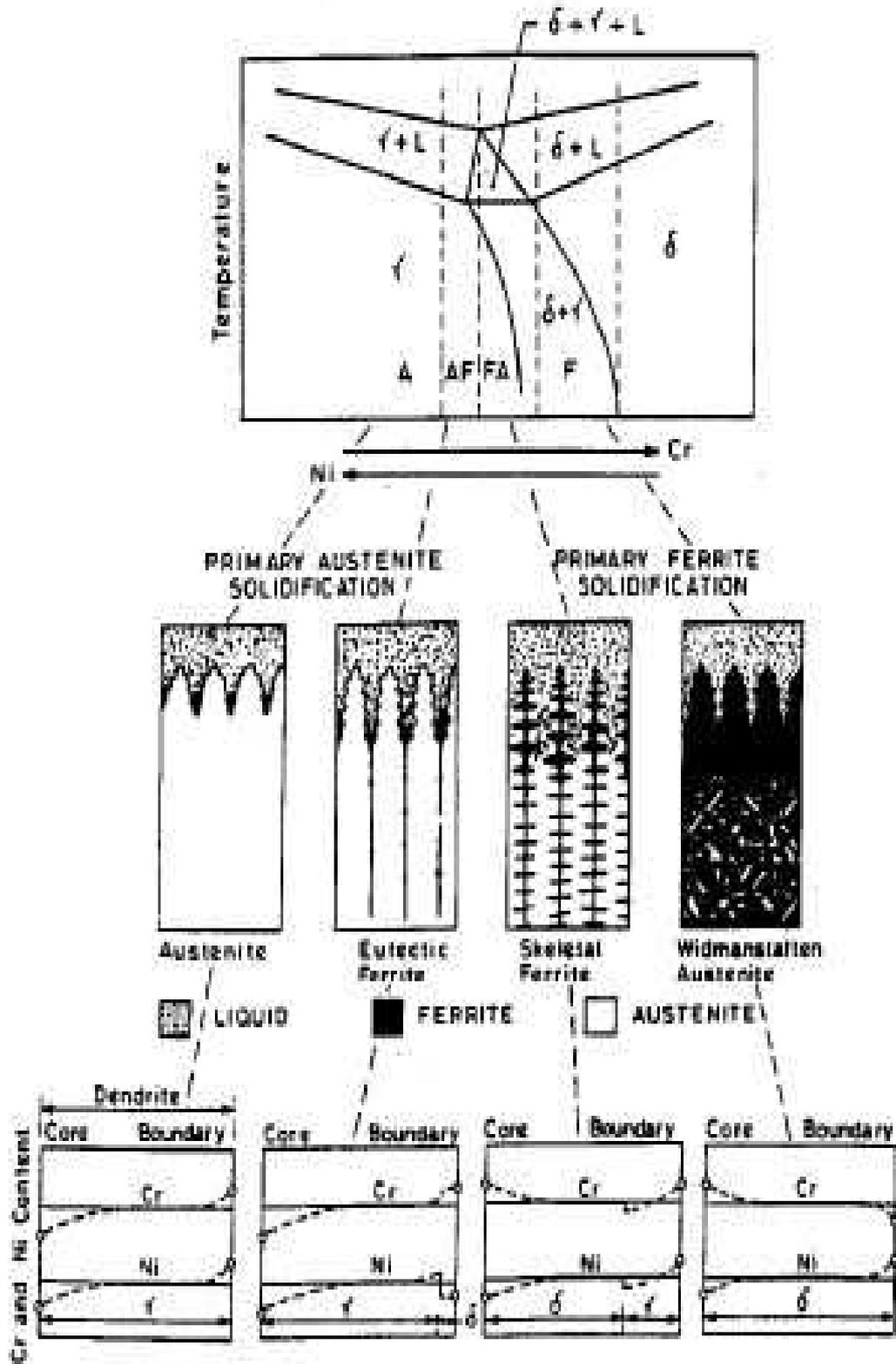


Fig. 5 : Positions relatives des modes de solidification sur une coupe du diagramme ternaire à % Fe constant – Morphologies des structures résultantes à température ambiante [34].

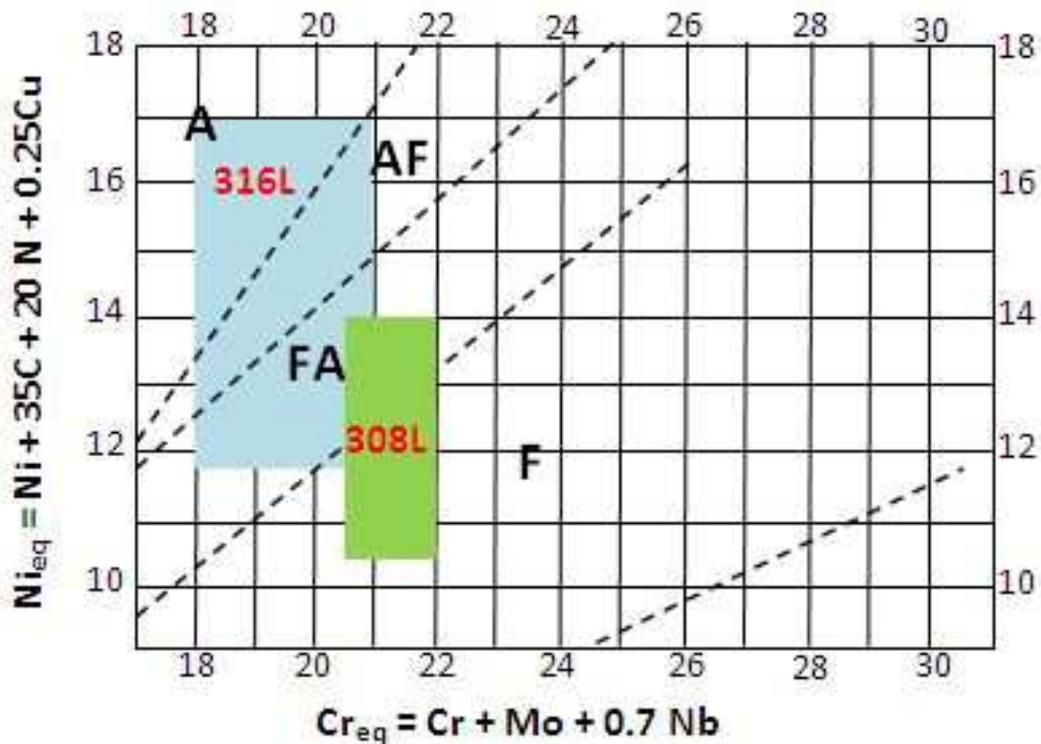


Fig. 6 : Modes de solidification dans les aciers 308L et 316L selon le diagramme de constitution WRC92 [44]

2.4 Influence des paramètres de soudage sur le taux de ferrite δ

Certains auteurs ont étudié l'influence de certains paramètres de soudage sur la teneur de la phase ferritique et sur sa morphologie [24-30]. Parmi ces paramètres, il y a : le type de procédé de soudage, la vitesse de soudage et le nombre de passes en soudage. Il ya aussi l'influence de la composition chimique du métal d'apport. Dans ce cadre là, nous citons les travaux de Chen et Chou [24] sur l'effet des cycles thermiques (nombre de passes) sur la teneur de la ferrite dans un acier inoxydable austénitique du type 316 commercial sous forme de tôle d'épaisseur 3mm soudée au TIG (voir Fig. 7). Ces courbes montrent que plus le nombre de passes augmente plus le taux de ferrite (FN) diminue, ceci s'explique par le fait que le passage de la source de chaleur sur la passe antérieure permet à la ferrite résiduelle non transformée complètement à cause des conditions rapides de refroidissement lors du soudage de se transformer en phase gamma (γ) ce qui fait diminuer sa teneur dans le métal de la soudure. Par ailleurs, nous

constatons sur ces courbes (02) domaines de températures où le taux de ferrite (ou Ferrite Number FN) évolue différemment en fonction de la température :

✓ Dans le domaine de température allant de 900 °C à environ 1250 °C, le taux de ferrite (FN) diminue avec l'augmentation en température, ceci s'explique par le fait que plus on monte en température, on s'approche de la ligne de transformation ferrite → austénite, de plus en plus avec la montée en température dans ce domaine (monophasé) la ferrite se transforme en austénite c'est ce qui explique sa diminution. L'intersection entre la ligne verticale de la position du 316 et la ligne de transformation de phase séparant le domaine monophasé (γ) du domaine biphasé (γ/δ) correspond sur l'axe des températures à environ 1250 °C.

✓ Dans le domaine de température allant de 1250 °C à environ 1400 °C, le taux de ferrite (FN) augmente avec la température, car on se trouve dans le domaine biphasé et plus on monte en température plus la ferrite δ est stable comparée à l'austénite ce qui favorise la transformation de cette dernière en ferrite δ , cette dernière étant plus stable.

Cet auteur conclue son étude par les points suivants :

1. Le domaine de température, la vitesse de refroidissement et le nombre de cycles thermiques (nombre de passe) dans le soudage ont une influence considérable sur la teneur en ferrite dans les soudures des aciers inoxydables austénitiques.

2. Plus la vitesse de refroidissement augmente ou le nombre de cycles thermiques (nombre de passes) diminue, plus le taux de la ferrite résiduelle augmente à la température ambiante.

3. Quand le domaine de température des cycles thermiques (nombre de passes) est en dessus de la ligne de transformation de l'austénite (dans le cas du 316 c'est la température de l'ordre de 1250 °C) la ferrite δ peut précipiter et peut être retenue à la température ambiante après un refroidissement rapide.

Nous citons également les travaux de Lothongkum et al. [25] sur l'influence des paramètres de soudage TIG (courant continu, courant pulsé) plus particulièrement l'influence de la position de soudage sur la teneur en ferrite δ . Ces auteurs étudient également l'influence de la teneur en azote dans le gaz de protection sur le taux de ferrite δ (Voir Fig. 8). Il y a aussi les travaux de Jun Yan et al. [28] qui montrent que les conditions de solidification changent complètement avec le changement des techniques de soudage. La différence d'énergie et plus précisément la densité d'énergie mène souvent à des différences de microstructures non prévues par les diagrammes standards.

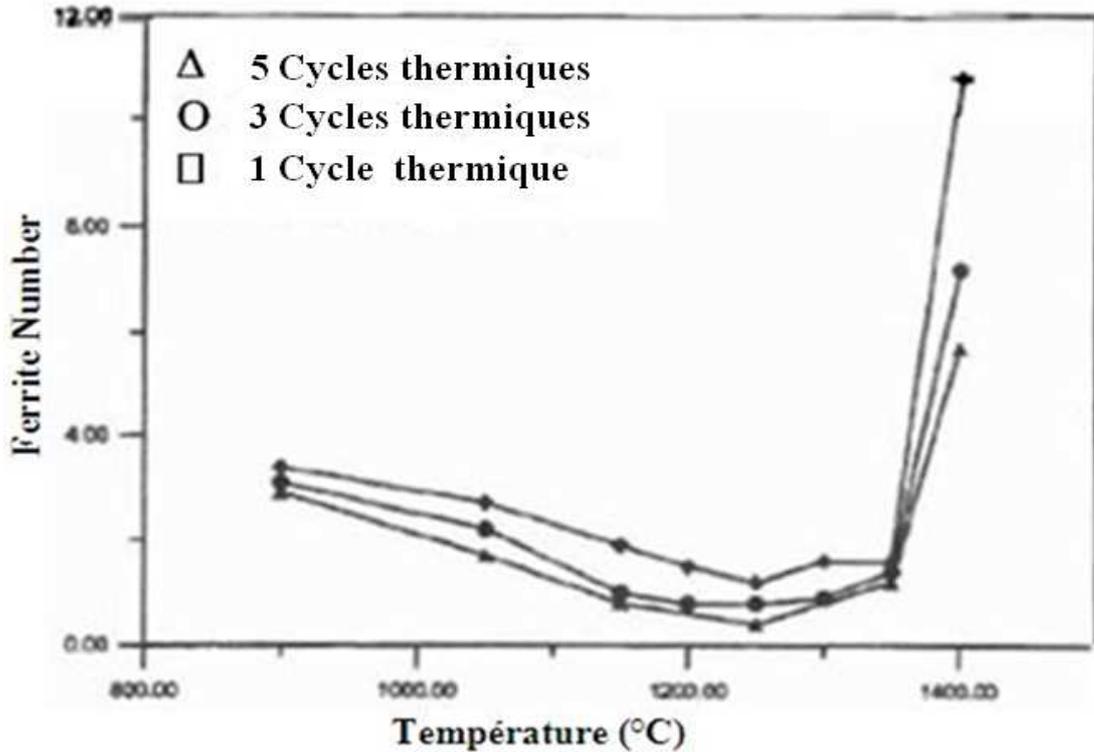


Fig. 7 : Influence de la température et du nombre de passe sur le taux de ferrite (FN) dans la soudure [24]

Par ailleurs, pour un même procédé de soudage, la vitesse de soudage joue un rôle important sur la nature de la microstructure du métal de la soudure (voir Fig. 9) [28]. Sur cette figure nous remarquons que la microstructure de la soudure réalisée à faible vitesse au laser ne ressemble pas à celle réalisée à grande vitesse avec le même procédé. La première ressemble typiquement à la microstructure des soudures réalisées à l'aide de procédé standards (TIG par exemple), nous avons la présence d'îlots de ferrite dans une matrice austénitique. La seconde est complètement austénitique, elle est issue d'un mode de solidification primaire qui est celui de l'austénite.

Une étude a été réalisée par Gill T.P.S. et al. [21] sur une soudure d'acier du type 316L en forme de tôle d'épaisseur 7 mm. Ces auteurs observaient l'influence de la composition chimique du bain de soudure sur la teneur en ferrite δ dans ce dernier. Tout en gardant les teneurs des autres éléments chimiques constantes, ils ont fait varier la teneur en Cr du bain lors du soudage en y introduisant du Cr pendant le soudage. L'addition du Cr et l'homogénéisation du bain s'est faite en (02) étapes :

1. Pendant les 60 premières secondes le courant était maintenu à 50 A, avec une tension de 8 Volts. Durant cette période une quantité de Cr pur (99,99%) a été ajoutée manuellement au bain de soudage.

2. Ensuite le courant a été augmenté de 50 A à 80 A afin d'homogénéiser le bain de soudage. Cette opération d'homogénéisation a duré 90 secondes.

Après une durée totale de 150 secondes, le courant est amené à 0 et le bain est refroidi au flux d'argon avec un débit de 12 l/min. Des éprouvettes sans addition de Cr ont été soudées et préparées afin qu'elles servent de référence. Des maintiens entre 600 °C et 700°C ont été réalisés sur les éprouvettes afin d'observer la transformation de la ferrite dans ces conditions et avec différent taux de Cr dans les soudures. Ces auteurs voulaient montrer l'influence du Cr sur la stabilité de la ferrite et par la même voir son effet sur la cinétique de sa transformation dans ce domaine de température.

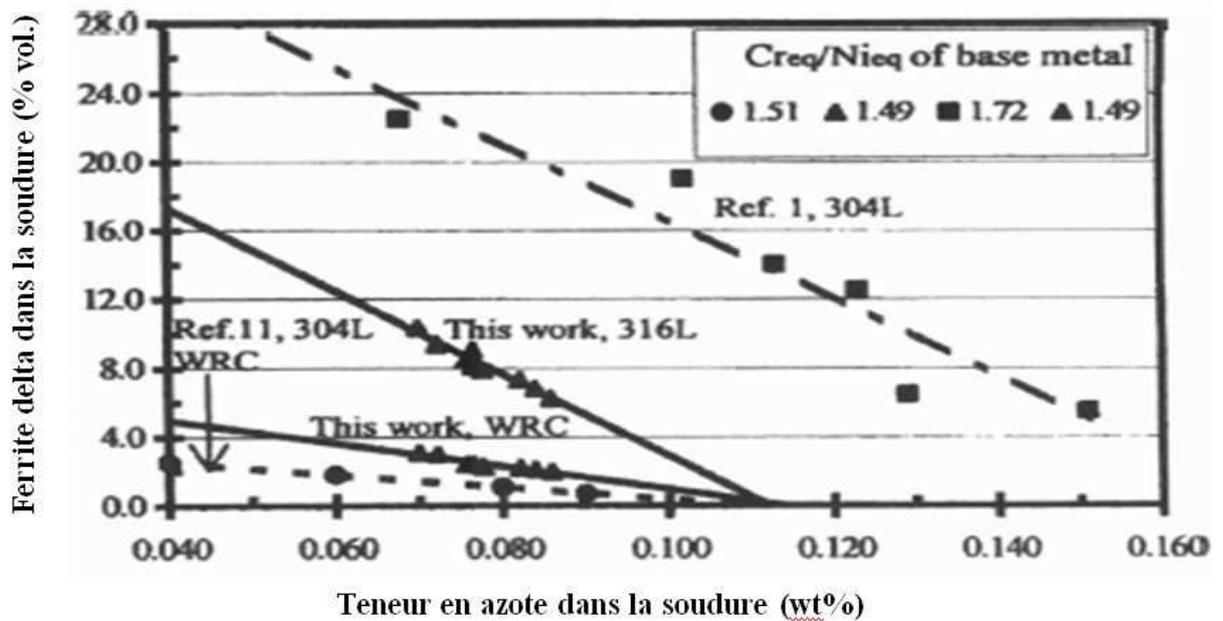


Fig. 8 : Influence de la teneur d'azote dans le gaz de protection sur le taux de ferrite δ [25]

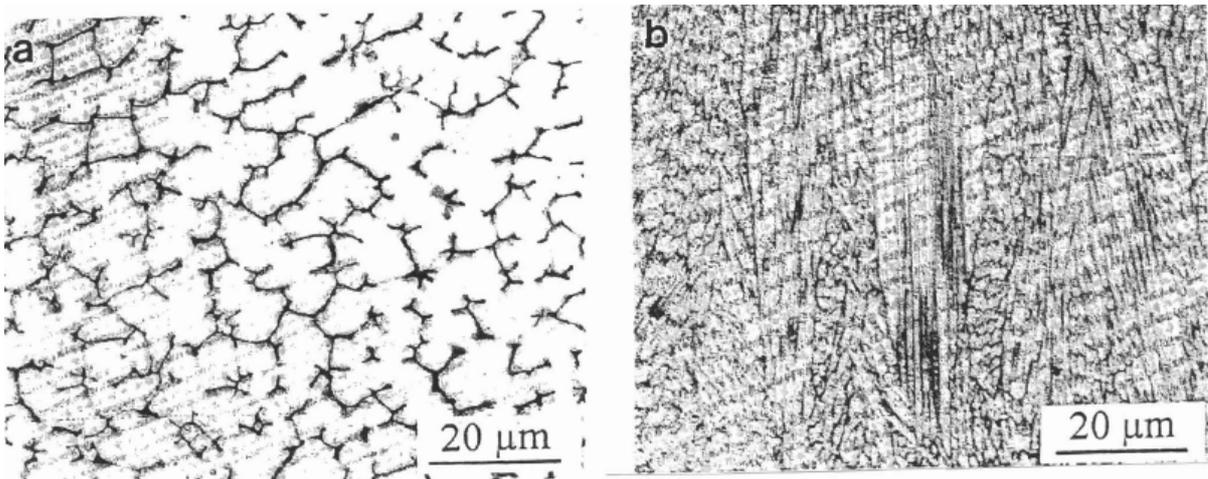


Fig. 9 : Soudures au Laser réalisées a) A faible vitesse de soudage, b) A grande vitesse de soudage [28]

2.5 Conséquences métallurgiques des cycles thermiques du soudage des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques sont susceptibles de subir, à haute température, la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ en totalité ou au moins partiellement [48]. Durant le soudage, ces aciers peuvent être confrontés suivant les nuances aux risques cités en introduction à savoir la précipitation de carbures, la fissuration à chaud lors du refroidissement et la précipitation de phases intermétalliques fragiles lorsque ces soudures sont exposées à hautes températures.

2.5.1. Précipitation de carbures

La précipitation des carbures dans les aciers dépend de deux facteurs : La température atteinte au niveau du métal (domaine de sensibilité généralement entre 400 °C et 900 °C), et le pourcentage de carbone présent dans l'acier. Les aciers inoxydables austénitiques sont susceptibles de connaître des évolutions microstructurales en fonction des traitements thermiques. Une revue bibliographique de ces phénomènes a été effectuée [49]. Ces aciers peuvent contenir jusqu'à 0,15% de carbone. Les précipités de carbures répondent à la formule $M_{23}C_6$. Ils sont principalement constitués de chrome, ce dernier étant partiellement substitué par le Fe, le Mo et le Ni d'où la désignation possible $(Cr, Fe, Mo, Ni)_{23}C_6$. Le maintien d'un acier inoxydable hypereutecté dans la zone de températures citée ci-dessus provoque la précipitation aux joints des grains du carbone en sursaturation à l'état de carbures $Cr_{23}C_6$ riches en chrome. Les aciers non stabilisés comme le 304 et le 316 subissent ce type de précipitation (carbure du type

Cr_{23}C_6) lors de vieillissements entre 400 °C et 900 °C [3-7, 19-23]. Cette précipitation s'effectue préférentiellement aux joints des grains et elle conduit à la chute de la teneur en chrome au voisinage des joints [50]. Cet appauvrissement local en chrome (voir Fig.10) appelé « sensibilisation » conduit au phénomène bien connu de corrosion intergranulaire. La largeur de la zone appauvrie dépend du temps et de la température (largeur indiquée dans cette figure par le symbole $w(t,T)$). Par ailleurs, cette corrosion peut être intra granulaire, comme elle peut être mixte. Pour éviter ce problème, les nuances stabilisées et les nuances à bas carbone ont été successivement introduites. Les nuances stabilisées contiennent des éléments qui ont une forte affinité avec le carbone (titane pour la nuance 321 et niobium pour la nuance 347). La précipitation de carbures de titane ou de niobium limite la précipitation des carbures de chrome et limite donc également l'abaissement local de la teneur en chrome. Le molybdène et le nickel diminuent la solubilité du carbone dans l'austénite et accélèrent la précipitation de M_{23}C_6 [51]. Le molybdène piège le carbone et l'empêche de diffuser aux interfaces ferrite/austénite [51]. 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 $\text{M}_{23}(\text{CN})_6$.

Lors du soudage, un certain nombre de facteurs peut affecter ce phénomène de corrosion. Nous citons, en plus de la température de sensibilisation et la teneur en carbone, l'énergie de soudage ainsi que la microstructure dans les différentes zones de la soudure. Cette microstructure et plus particulièrement celle de la zone fondue, est liée au mode de solidification lors du refroidissement de la soudure. Lu et al. [52], ont constaté que l'énergie de soudage ainsi que la vitesse de refroidissement sont deux paramètres importants qui affectent la résistance à la corrosion par piqures et la corrosion sous tension de l'acier 304. Ces auteurs, ont trouvé que la ZF ainsi que la ZAT pour une soudure réalisée au TIG résiste mieux à la corrosion que le MB. Par contre, ils ont constaté que le procédé de soudage au Laser, améliore la résistance de la ZF. Un apport de chaleur élevé et une vitesse de refroidissement faible sont susceptibles de provoquer la ségrégation d'éléments d'alliage et la formation de zones appauvries en Cr, aboutissant ainsi à la dégradation locale de la résistance à la corrosion.

Cui et Lundin Carl [53], ont étudié la ségrégation du Cr et du Ni dans les dendrites d'une soudure d'acier inoxydable austénitique (Voir Fig.11). Ils ont découvert que dans le mode de solidification AF c.-à-d. lorsque l'austénite germe en premier, il ya appauvrissement en Cr et enrichissement en Ni dans le cœur de ces dendrites. Par

contre, à la fin de la solidification, les joints dendritiques sont enrichis en Cr et appauvris en Ni. Sachant que le mécanisme de corrosion dans les aciers inoxydables est la formation d'un film passif de protection qui sépare le métal de l'environnement. Le chrome est l'élément essentiel dans la formation du film passif. Lorsque la teneur de cet élément est inférieure à un seuil critique ($Cr_{crit} < 13\%$), ce film passif ne peut plus protéger le métal.

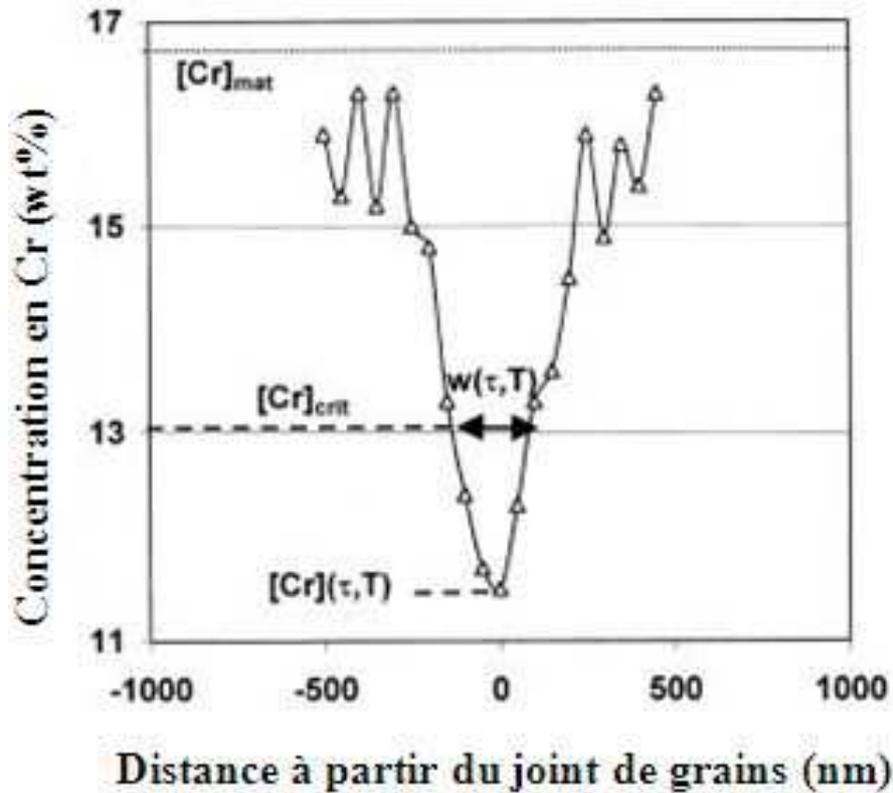


Fig. 10 : Profil de concentration de chrome au niveau du joint de grains à 650 °C d'un acier 316 pendant 3.78×10^6 s dans H_2O , avec $Cr_{crit.} = 13$ wt% et $Cr_{max.} = 16.71$ wt% [53]

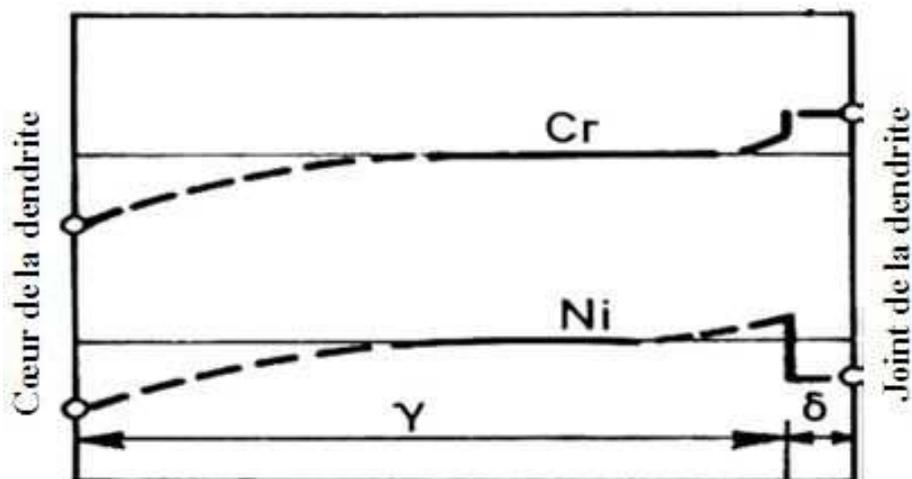


Fig. 11 : Représentation schématique de la ségrégation et la distribution du chrome et du nickel dans le cœur et les joints de la dendrite dans le mode de solidification AF d'une soudure d'acier inoxydable austénitique [54].

Ces auteurs, ont constaté lorsqu'ils ont déposé une soudure en acier 316 –solidifiée en mode AF- dans une solution de chlorure ferrique (FeCl_3) que c'est l'austénite qui s'est attaquée contrairement à la ferrite à cause de l'appauvrissement en Cr ($\text{Cr} < 13\%$) dans le cœur des dendrites (voir Fig. 12). Ils ont également constaté que la corrosion s'amorce au niveau de la ZAT et au niveau de la ZL séparant le MB de la ZF. Dans une étude sur la corrosion par piqures au sein des soudures d'acier 304 et 316L, d'autres auteurs ont constaté que les piqures s'amorcent au niveau de l'interface austénite/ferrite et qu'ensuite elles se propagent à l'intérieur de l'austénite [55]. Nous pouvons citer également l'influence de l'énergie interfacial au niveau des joints de grains sur la précipitation de carbures et par conséquent sur la sensibilité de ces aciers (exemple le 304) par rapport à la corrosion [56].

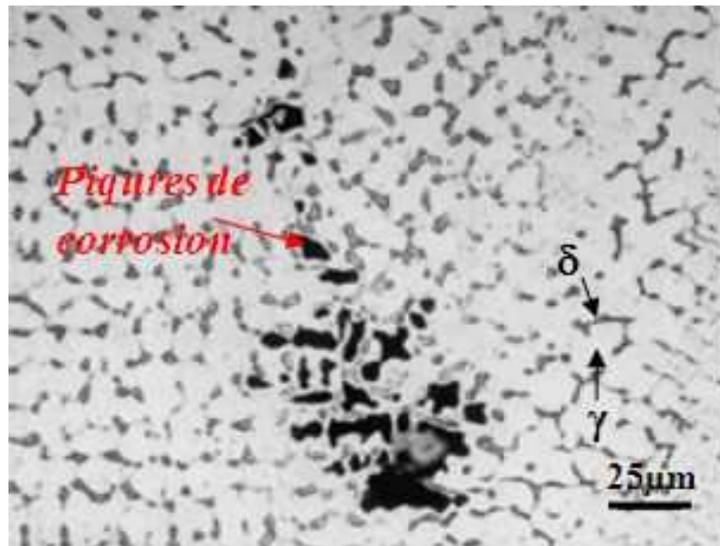


Fig. 12 : Initiation de piqures dans l'austénite d'acier 316L déposé dans une solution de chlorure ferrique (FeCl_3) à 65 °C [53]

2.5.2. Fissuration à chaud dans la zone fondue

La fissuration à chaud apparaît vers la fin de la solidification de la zone fondue. Elle résulte de la présence ou le rejet d'une phase fusible qui favorise la décohésion intergranulaire le long de la ligne de centre d'une soudure bridée lors des déformations associées au retrait thermique. Les sites potentiels sont les joints de grains et les régions interdendritiques qui sont partiellement mouillés [57].

Les raisons de la fissuration à chaud sont d'ordre métallurgique et mécanique. Les *facteurs métallurgiques* résident dans l'intervalle de température lors de la solidification, la phase primaire de solidification, la tension superficielle du liquide au

joint de grain et enfin la structure des grains. Concernant *l'intervalle de température de solidification* : L'accumulation des déformations dues au retrait thermique est proportionnelle à l'intervalle de température de la solidification. Les conditions hors équilibre augmentent l'intervalle de solidification. Le soufre et le phosphore élargissent l'intervalle de solidification [57].

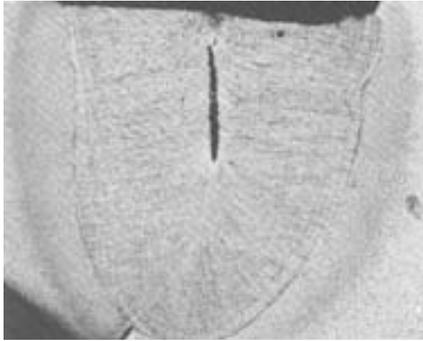


Fig. 13 : Fissuration au sein de la zone fondue (ZF) [57]

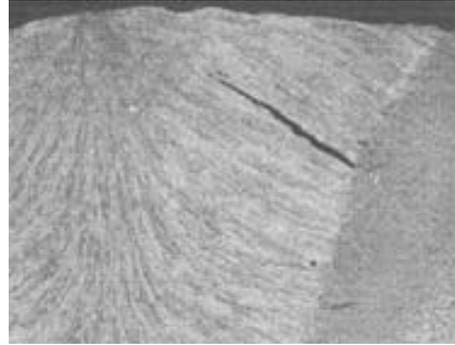


Fig. 14 : Fissuration s'amorçant au sein de la zone de liaison (MB/ZF) [57]

La *nature de la phase primaire de solidification* peut affecter ce phénomène de fissuration à chaud [58,59]. Lorsque la teneur en nickel d'un acier inoxydable augmente, la première phase à se solidifier change de ferrite (δ) à l'austénite (γ). Cette nature change également de δ à γ lorsque la teneur en carbone de l'acier augmente. Il est donc conseillé de diminuer la teneur en carbone.

La *tension superficielle de la phase fusible* affecte à son tour ce phénomène. Une bonne mouillabilité du liquide en fin de solidification facilite la décohésion des grains - Cas du sulfure de Fer (FeS) - à l'état liquide forme un film aux joints de grains parce que la tension de surface est faible. Contrairement, le sulfure de manganèse (MnS) à l'état liquide forme des globules à cause d'une tension de surface plus élevée.

Les *facteurs mécaniques* concernent les contraintes thermiques, la vitesse de mise en contrainte et le degré de bridage. Concernant les *contraintes thermiques*, ce sont les contraintes agissant sur les grains adjacents qui provoquent la fissuration. L'origine de ces contraintes c'est la contraction thermique et le retrait associé à la solidification. Les aciers inoxydables austénitiques ainsi que les alliages d'aluminium sont concernés par ces phénomènes (conductivités thermique faible et coefficient de dilatation élevé). Ils présentent une forte contraction thermique. Le retrait qui est important dans ces aciers est dû à l'intervalle de solidification qui est relativement étendu. L'accumulation des déformations thermiques est proportionnelle à l'intervalle de température de la

solidification. La *vitesse de mise en contrainte* est liée à une solidification et à un refroidissement rapide ne permettant pas la dissipation par fluage des contraintes appliquées, au niveau du métal de base et de la zone affectée thermiquement (ZAT), dans le cas de procédés de soudage favorisant une solidification et un refroidissement rapide. Le *niveau de bridage* augmente également le risque de fissuration à chaud (voir Fig. 15).

Le remède le plus efficace contre ce risque de fissuration consiste à faire de sorte que le métal fondu contienne une certaine proportion minimale de ferrite (δ) (de 5% à 15%) [1-7]. Cette fissuration à chaud peut également s'étendre, pour les mêmes raisons, dans les joints de grains de la zone affectée thermiquement (ZAT) au voisinage immédiat du métal fondu. Les remèdes applicables restent les mêmes.

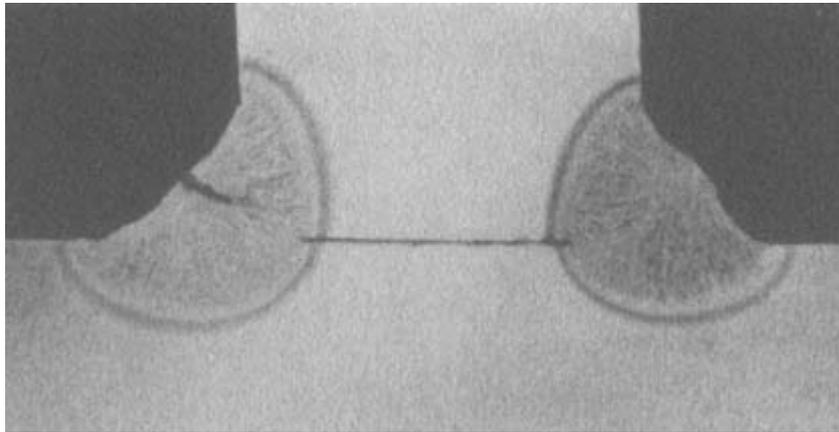


Fig. 15 : Bridage provoquant une fissuration à chaud à la racine d'un cordon d'angle de soudure [57]

Les aciers du type AISI 316L sont préférentiellement utilisés car leur composition permet d'obtenir après une solidification une teneur en ferrite δ résiduelle de quelques pourcents. La présence de ferrite permet la dissolution de certaines impuretés (S, P,...) et ainsi limite la formation de micro ségrégations (ségrégations inter dendritiques) qui sont des composés à bas point de fusion et regroupant les impuretés. Ces ségrégations peuvent alors servir de points d'amorce de fissure sous l'effet de contraintes thermiques et de retrait (fissuration à chaud). Par contre, notamment sous l'effet de vieillissement, la ferrite a tendance à fragiliser l'alliage.

2.5.3. Précipitation de composés intermétalliques lors du vieillissement d'aciers inoxydables austénitiques soudés

Le vieillissement est le phénomène d'évolution au cours du temps des propriétés d'un certain nombre de matériaux. Ces matériaux sont hors-équilibre; leurs propriétés continuent d'évoluer après leur formation au fur et à mesure qu'ils se rapprochent de l'équilibre : on dit que le système vieillit. Les métaux et les aciers en particulier sont formés de grains dont la structure cristalline est très stable et n'est modifiable que par des transformations de phase à haute température ou par des précipitations de composés en général au-dessus de 500 °C. Des phases intermétalliques de type sigma (σ) sont susceptibles de précipiter dans les aciers inoxydables austénitiques à haute teneur en chrome et contenant du molybdène lorsque ces derniers sont maintenus à haute température (T entre 550 °C et 850 °C), il s'en suit une fragilisation par vieillissement à la température ambiante [60-66]. Lors du soudage la phase austénitique et plus particulièrement la phase ferritique est instable. Cette instabilité est liée à l'état hors équilibre dans lequel se trouvent ces phases. Si une teneur minimale en ferrite est souhaitée pour éviter la fissuration à chaud, elle doit en revanche être bornée supérieurement pour limiter l'évolution structurale de la soudure par maintien à haute température [67]. En effet, la ferrite riche en chrome tend à se décomposer. Cette différence de condition entre le métal de la soudure et le métal de base est due à la présence de cette ferrite (δ) métastable dans la matrice austénitique. Plusieurs auteurs ont constaté que la ferrite instable, peut se décomposer en diverses précipités comme les carbures de chrome ($M_{23}C_6$), la phase Chi (χ), la phase sigma (σ) et la phase Eta (η) [19-23] lorsque les soudures de ces aciers sont exposées à hautes températures. Ces phases sont connues par le fait qu'elles dégradent les propriétés mécaniques et de corrosion de ces joints soudés [67-69]. On se trouve alors dans un domaine où coexistent (03) phases il s'agit de la phase austénitique (γ), la phase ferritique (δ) et les phases intermétalliques qui peuvent précipiter dans ce domaine de température. La formation de ces phases intermétalliques est influencée par un certain nombre de facteurs :

- ✓ La composition chimique du métal fondu [70].
- ✓ La teneur en ferrite [71].
- ✓ La morphologie de la ferrite [72].
- ✓ Les conditions d'exposition et de maintien à haute température [73,74].

Les alliages à très haute teneur en chrome ($\text{Cr} > 30 \%$) sont particulièrement sensibles au phénomène de précipitation intermétallique. Cependant, ce phénomène peut également être rencontré dans des nuances à 17 % de chrome ayant subi un long maintien en température dans l'intervalle 550 °C à 850 °C. La Fig. 16 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 cette phase. L'addition de 2 à 3% de Si à un acier inoxydable austénitique accélère aussi la précipitation de cette phase. L'influence de la teneur du Si sur la croissance de la phase σ dans l'acier SUS 309L a été étudiée [71]. Il a été constaté que la ferrite δ s'est décomposée rapidement à 800 °C et une proportion importante de phase σ a été observée avec la diminution de la teneur en Si. Toute la ferrite δ présente dans l'acier SUS 309L contenant une teneur en Si de 0.76 wt% a été transformée après 50 h de maintien à 800 °C. Le Si agit comme un élément catalyseur qui accélère la formation de la phase σ [71]. La déformation à chaud diminue le temps d'incubation qui précède la formation de la phase σ [73,74]. 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 . Certains auteurs [75], constatent que la structure de granulométrie fine favorise la précipitation de la phase σ . La formation de cette dernière étant par diffusion, le temps de ce dernier sera moins long que dans le cas de structure de granulométrie grossière. Il est à noter aussi à ce sujet que la formation de la phase σ dans une matrice austénitique est beaucoup plus lente que dans la ferrite [6]. La précipitation de phase σ riche en Cr et en Mo a été observée sur les traces de carbures de chrome Cr_{23}C_6 déjà formés dans les joints d'interface δ/γ ou dans les grains de ferrite [3, 4, 6]. En général, la précipitation de carbures s'amorcent en premier lieu comparés aux autres phases [4, 6, 76]. Contrairement à cela, dans une étude récente [77], les auteurs ont identifié (04) stades de précipitation : une précipitation cohérente, suivie d'une croissance et une précipitation au niveau des joints de grains, ensuite une phase σ et enfin la précipitation de carbure de chrome Cr_{23}C_6 . D'autres ont constaté que le carbone joue un rôle important dans l'empêchement de la transformation de la ferrite en phase σ [21]. Ces mêmes auteurs rapportent qu'à forte teneur en carbone ($> 0.03\% \text{ C}$) dans une soudure d'acier inoxydable austénitique 316, la ferrite se décompose en deux étapes :

Dans le premier stade de la transformation, et dans un court délai de vieillissement, la transformation de la ferrite en austénite est accompagnée par une rapide précipitation de carbures Cr_{23}C_6 au niveau de l'interface δ/γ . Par la suite, et dans un second stade, le restant de la ferrite se transforme en phase σ ou en phase γ (ou les deux). D'un autre côté, dans la soudure à faible teneur en carbone ($<0.03\%$ C) la ferrite δ se transforme rapidement en phase σ et γ [21].

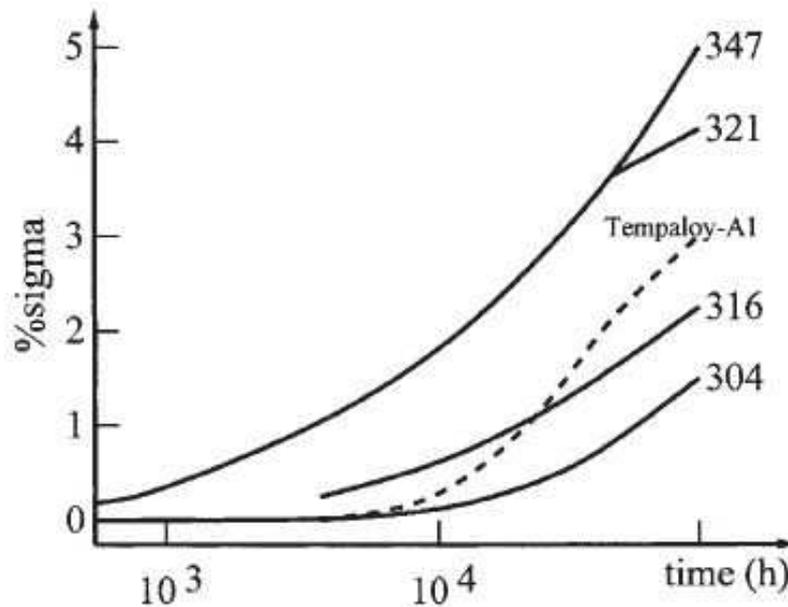


Fig.16 : Taux de précipitation de la phase σ à 700 °C pour différents alliages Tempaloy –Al est un alliage 18-8 [62]

Ces auteurs ont établi un nomogramme délimitant les domaines de précipitation de la phase σ en fonction du carbone, du molybdène et du chrome pour un taux de transformation de la ferrite de 90%. (Voir fig. 17). L'évolution du taux de ferrite dans le matériau au cours du vieillissement a été étudiée en utilisant plusieurs techniques. La plus répandue est l'utilisation d'une mesure par voie magnétique, comme l'ont fait certains auteurs [63]. A l'intérieur des gammes de composition spécifiées pour le métal d'apport, la décomposition de la ferrite pourrait être différente d'un produit d'apport à un autre [78]. Gill T.P.S. et al. [68], rapportent que la cinétique de transformation de la ferrite δ dépend non seulement de la composition de l'alliage mais également des paramètres de soudage. Ces auteurs [68], pour un vieillissement de 5000 heures à 700 °C, observent un réseau presque continu de phase σ le long du joint γ/δ . En revanche pour un même temps de vieillissement à 600 °C, ils observent de gros îlots de phase σ

entourés de fins carbures en régression. Il n'y a plus de continuité, on voit des bandes de glissement dans l'austénite. Ainsi, la cinétique de précipitation a des conséquences directes sur la continuité de la phase minoritaire. La morphologie de la ferrite semble être aussi un paramètre [72].

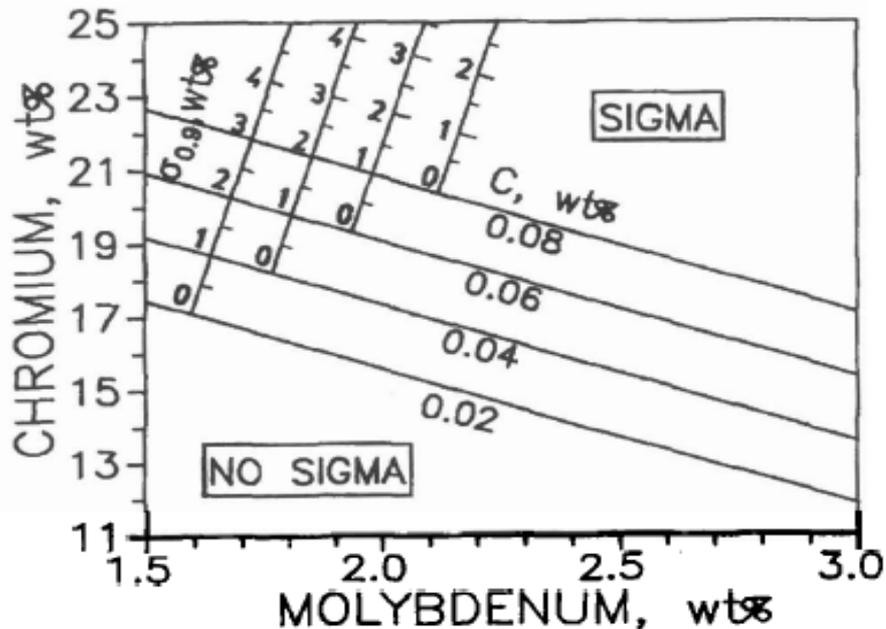


Fig. 17 : Nomogramme pour l'estimation de la phase σ dans la soudure du 316L [21]

Des études ont été faites sur différents types de métaux d'apport et on a constaté, que pour un taux de ferrite inférieur à 6%, la ferrite vermiculaire présente était moins sensible à la fragilisation que la ferrite trouvée dans les joints soudés à plus fort taux de ferrite. Le temps d'apparition de phases intermétalliques est beaucoup plus variable. Mathew et al. [80], trouvent de la phase σ après 3800 heures de fluage à 600 °C sous charge. Gill T.P.S. et Gnanamoorthy [76] ont étudié la cinétique de précipitation du 316 à 815 °C pendant 3000 h. Ils ont observé les carbures dès la première heure. La formation d'une phase intermétallique Chi (χ) après 500 h alors qu'ils n'ont observé de phase σ qu'après 2000 h. Il faut noter qu'un vieillissement effectué sous charge a pour conséquence d'accélérer la cinétique. Le produit de la précipitation ne varie pas. La Fig. 18, tirée des travaux de Weiss et Stickler [4], montre la séquence de précipitation dans un acier 316L. On constate que la précipitation intragranulaire intervient environ deux décades plus tard que la précipitation intergranulaire. Cette étude montre également que la précipitation de carbures de chrome est accélérée lorsque la teneur en carbone est augmentée ou lorsque le vieillissement est précédé par un écrouissage réalisé à

température ambiante. Ce dernier point s'explique par le fait que d'une part les dislocations et les défauts d'empilement constituent des sites de germination pour la précipitation intragranulaire et que d'autre part les micromarches intergranulaires issues de l'intersection des bandes de glissement et des joints de grains constituent des sites de germination intergranulaires [74]. Ces mêmes auteurs, au cours de leurs travaux sur l'acier 316, observent qu'un paramètre important semble être la teneur en carbone en conjonction avec les effets du chrome et du molybdène sur la solubilité du carbone dans la matrice austénitique. En partant du constat que la diffusion est plus facile dans la ferrite, Padilha et Gill T.P.S. [6,7] notent que la cinétique de précipitation devrait se rapprocher de celle rencontrée dans un acier ferritique plutôt que dans un acier austénitique puisque c'est dans la ferrite que la précipitation se produit. Certains travaux considèrent deux périodes dans la précipitation : la première est celle des carbures et de l'avancée de la phase austénitique. Ils observent alors [67] que la transformation de la ferrite est contrôlée par la diffusion du carbone dans l'austénite et des éléments substitutionnels comme le chrome et le nickel dans la ferrite. Ensuite, lors de la deuxième période, c'est la diffusion du chrome dans la matrice qui contrôlerait le mécanisme d'avancée de l'austénite dans la ferrite pour isoler les carbures. L'interruption de la formation des carbures a été bien expliquée par certains auteurs [20], lorsque de l'austénite est formée en lieu et place de la ferrite, elle tend à enrober le carbure associé et à repousser le joint de phase initial. Or, cette nouvelle austénite est très peu riche en carbone comparée à l'austénite de la matrice. C'était l'austénite matricielle qui constituait la source de carbone pour la croissance du carbure jusqu'alors, soit directement au contact du carbure, soit dans un voisinage proche en alimentant le joint de phase, dans lequel la diffusion est rapide en carbone qui pouvait migrer jusqu'au carbure. Ainsi la source de carbone se tarit et la croissance des carbures est stoppée. Pour ces auteurs, c'est le joint δ/γ , source de soluté pour la croissance du carbure, qui pilote la cinétique de précipitation. Notons au passage avec ces auteurs, toute l'importance qu'aura le niveau de ségrégation aux interfaces dans l'évolution de la microstructure. La formation de phases intermétalliques, est soumise à l'interruption préalable de la formation des carbures par manque de carbone disponible dans la matrice.

Farrar et Thomas [2] se sont intéressés à la phase σ et à ses sites de germination. Les carbures de chrome, en grossissant, créent très localement une forte densité de dislocations dans l'austénite. Ils pourraient préparer ainsi un terrain idéal pour la

germination de phase σ . Cependant ces mêmes auteurs rapportent que les fautes d'empilement et les enchevêtrements de dislocations constituent de meilleurs sites. Selon eux phase σ et carbures peuvent coexister. Ils considèrent également, que limiter la ségrégation de chrome et de molybdène dans la ferrite devrait à son tour limiter la formation de phase σ une fois les carbures précipités. On retient également que c'est le transport des éléments de la réaction qui contrôle la vitesse. On comprend alors le rôle influant des ségrégations qui induisent de fortes concentrations des éléments d'alliage à proximité ou dans les interfaces. Pour de faibles variations de composition, on observe ainsi naturellement des processus de vieillissement différents.

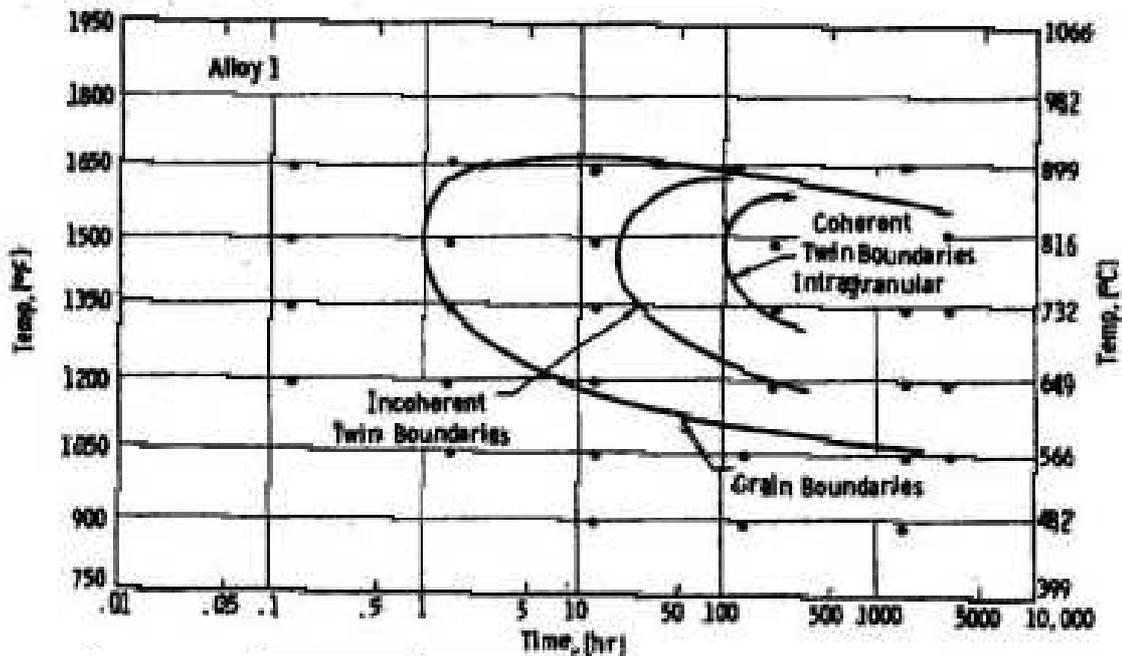


Fig. 18 : Localisation de la précipitation dans un acier 316 à 0.023% de carbone [4]

Degallaix et Foct [81], indiquent que l'effet de l'azote sur la cinétique de précipitation est controversé. Pour les teneurs en azote usuelles ($< 0.1\%$), l'effet semble faible en comparaison à celui de la teneur en carbone et du pré-écrouissage. Sato et Kokawa [82] observent lors du vieillissement d'un matériau duplex et relatifs à une analyse par Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) que la précipitation de phase σ est très dépendante de la désorientation au joint et qu'une grande cohérence au joint γ/δ pouvait empêcher ou du moins fortement retarder la formation de la phase intermétallique. Par ailleurs, Sasikala et al. [83] réalisent une étude quantitative sur les conditions de transformation de la ferrite δ dans la soudure du 316 (N) durant le fluage dans un domaine de température variant de $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $650\text{ }^{\circ}\text{C}$. Les contraintes utilisées allaient de 100 MPa à 380 MPa avec des temps d'exposition variant de 50 h à $20\ 000\text{ h}$. Le taux de

ferrite initial dans la soudure avant fluage était de 6,5 à 7 FN. La fraction transformée de la ferrite δ durant le fluage a été déterminée à partir de mesures sur éprouvettes après rupture à différentes contraintes et après différents temps d'exposition. Il a été trouvé que la transformation suit la loi de Johnson - Mehl- Avrami. L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) des précipités dans les éprouvettes testées au fluage montre la présence de phase (η et χ) riche en Mo. Il a été déduit que la transformation a été contrôlée initialement par la diffusion du Cr à travers les joints d'interfaces δ/γ pour former les carbures, suivis par la diffusion du Mo au sein de la matrice pour former les phases intermétalliques. Enfin, et pour conclure ce chapitre, nous pouvons dire que la précipitation de carbures est le mécanisme préférentiel en présence de carbone. Par ailleurs, la teneur en carbone est un paramètre essentiel dans la caractérisation d'une nuance de métal d'apport dans le cadre de l'étude du vieillissement à chaud [42]. Par la suite, pour des concentrations en chrome et en molybdène élevées, on forme de la phase σ . La précipitation se produit au niveau des interfaces, c'est en effet là que les ségrégations sont localisées. C'est également dans les joints de phase et dans les joints de grains que la diffusion est la plus rapide.

3. Effets des vieillissements thermiques et mécaniques

3.1 Vieillissement thermique (Précipitation)

Les propriétés mécaniques d'un joint soudé sont en général anisotropes et souvent hétérogènes. Elles sont très influencées par le phénomène de vieillissement qu'il soit thermique ou mécanique. Cette influence a été très souvent relevée dans la littérature [84-92]. Les explications évoquées mettent en jeu l'état d'écrouissage et la précipitation dans le matériau, sans négliger peut-être l'interaction des deux. Le vieillissement tend à abaisser la résistance du métal d'apport, quel que soit le type d'essai mécanique [42]. On constate que la limite d'élasticité du métal d'apport est plus élevée que celle du métal de base. En revanche, ce dernier s'écrouit beaucoup plus et les résistances à la traction des deux matériaux sont proches. Dans le cadre d'une investigation sur les effets du maintien à haute température sur la microstructure et les propriétés mécaniques du 316L soudé, Amari Allahyari et al. [61], soudent des tôles de 20mm d'épaisseur au TIG, font un maintien de ces éprouvettes soudées dans un intervalle de température allant de 550 °C à 850 °C pendant une durée de temps allant jusqu'à 100 h. Ils réalisent des essais de traction et de résilience sur éprouvette traitée et non traitée (cette dernière sert de

référence). Ils trouvent qu'à 850 °C après 5 h de maintien, la résilience chute de 90% de sa valeur de référence. Ils expliquent ceci par l'effet de la dissolution de la ferrite delta (δ) et la précipitation de la phase σ . King et al. [93], ont étudié au moyen d'éprouvettes prélevées dans un joint soudé multi-passes le comportement de l'acier 308 en traction à 650 °C. Ils observent de la dispersion sur la limite d'élasticité mais pas sur la résistance à la traction. Gill T.P.S. et al. [68] montrent que la limite d'élasticité dépend énormément de l'état de précipitation du matériau contrairement à la résistance à la traction. Dans une étude [63], Tomas et Yapp étudient l'effet du vieillissement sur les caractéristiques de traction et dégagent deux mécanismes en compétition. L'adoucissement par restauration de l'écrouissage qui tend à abaisser la limite d'élasticité, et la précipitation, qui entraîne un durcissement. Farrar et al. [67], ont également établi des corrélations entre comportement et état microstructural. Ils expliquent la baisse de résilience à l'ambiante par la formation de carbures puis de phase σ .

Dans leurs travaux [68], Gill T.P.S. et al. concernant la perte de ductilité du matériau avec la précipitation, expliquent l'influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques par le rôle de l'écrouissage et les différents stades de la précipitation. En complément, ils notent une perte de ductilité suite à la formation de phase σ . Mathew et al. [86], ont mesuré une hausse de ductilité lors de la précipitation des carbures qu'ils expliquent par l'appauvrissement de la matrice en carbone en solution solide.

3.2 Vieillessement mécanique (fluage)

Nassour et al. [94], dans le cadre d'une étude sur les propriétés de fluage des soudures d'aciers inoxydables austénitiques, travaillent sur deux nuances d'aciers : l'A.I.S.I. 316L et l'A.I.S.I. 347 (le premier étant un acier inoxydable austénitique à bas carbone non stabilisé, le second est un acier inoxydable austénitique stabilisé au Nb). Ils réalisent les essais de fluage à charge constante dans un domaine de contraintes allant de 100 MPa à 400 MPa et dans un intervalle de température allant de 600 °C à 700 °C. Ils trouvent la relation entre contrainte et taux de fluage secondaire minimum à température constante grâce à la loi de Norton. Leurs résultats montrent que la soudure de l'A.I.S.I. 347 présente une haute résistance en fluage avec une basse valeur du taux minimum de déformation, et, par conséquent elle montre une longue durée de vie avant rupture par rapport à celle du 316L. Cependant la soudure du 347 montre une basse valeur de

ductilité comparée à celle du 316L. La microstructure du métal de la soudure observée avant et après les essais de fluage montre une variation dans le taux de ferrite δ lequel est fortement influencé par le temps, la température et le niveau de contrainte.

Par ailleurs, Sasikala et al. [95], ont étudié le comportement en fluage de la soudure en A.I.S.I. 316(N) en considérant la déformation (au lieu du temps d'exposition) comme paramètre moteur dans les dommages du fluage. Les essais ont été réalisés aux températures 550 °C, 600 °C, et 650 °C avec des contraintes de 120 MPa à 375 MPa. Le temps maximum de rupture dépasse 20 000 h. La dernière partie du fluage tertiaire laquelle est la fraction dominante de la durée de vie lors du fluage, a été bien décrite. La prédiction de la résistance à la rupture pour un temps de 10^5 h à $T = 550$ °C a été satisfaisante. Ces mêmes auteurs dans une autre étude [96], sur les propriétés de fluage des aciers 316L et 316LN dans un domaine de température allant de 600 °C à 650 °C et dans un domaine de contrainte allant de 120 MPa à 315 Mpa comparent le comportement de ces deux aciers. Ils constatent que les temps de rupture des soudures sont faibles par rapport à ceux du métal de base. Le métal de base ainsi que le métal de la soudure du 316LN montrent une meilleure durée de vie comparée à celle du 316 - métal de base- et métal de la soudure respectivement dans les mêmes conditions d'essais. Les deux soudures 316L, 316LN montrent un faible allongement à la rupture comparés respectivement à ceux du métal de base. Y.MADI [97] dans son étude sur la tenue en fatigue des structures soudées montre que la résistance à la fatigue des joints soudés dépend de plusieurs paramètres relatifs à la géométrie, à la métallurgie, aux techniques de soudage et au chargement. Dans le cadre de son étude, qui traite du comportement et de la durée de vie d'une jonction tubulaire soudée en 316L à 600 °C. Il trouve que les temps de rupture des soudures étaient inférieurs à ceux du métal de base. L.DEPRADEUX [41] dans le cadre de son étude sur la simulation numérique du soudage de l'acier 316L et concernant le comportement de cet acier dans le domaine plastique, considère pour cet acier à matrice austénitique stable, que le mécanisme principal de déformation plastique-écrouissage à basses températures ($T < T_f / 2$) est la multiplication des dislocations. Le mouvement de ces dislocations devient de plus en plus difficile, car leur densité augmente. C'est l'énergie du défaut d'empilement (EDE) qui gouverne les mécanismes de déformation [98]. Cet auteur dans son étude de la déformation plastique du 316L divise le domaine de température en deux domaines : supérieur et inférieur à la température de fusion (T_f). Dans le cas de la déformation plastique à $T < T_f$, il cite deux phénomènes : le premier concerne le durcissement par

solution solide et par précipitation. Pour le 316L c'est le durcissement des interstitiels en solution solide qui est prépondérant. Le second phénomène concerne la présence de la ferrite. La ferrite augmente la limite d'élasticité ainsi que la résistance à la rupture. L'auteur propose une formule qui relie le taux de cette phase, le diamètre des grains et la limite élastique :

$$\sigma_{0,2} \text{ (MPa)} = 15,4 \times (4,4 + 23 (\%C) + 32 (\%N) + 1,3 (\%Si) + 0,24(\%Cr) + 0,94(\%Mo) + 0,16(\%f) + 0,46d^{-0,5}) \text{ [41]} \quad (1)$$

Pour conclure, l'auteur considère que la consolidation pour les basses températures est liée préférentiellement à l'interaction entre les dislocations et les atomes étrangers en solution. Pour les températures entre 600 et 700 °C, de nouveaux mécanismes de déformation plastique apparaissent, contrôlés essentiellement par des processus de diffusion. La température et la vitesse de sollicitation ont une influence prépondérante sur le comportement mécanique. Généralement, l'allure de la courbe de traction change brusquement lorsque la température dépasse 600 °C. A la fin d'un essai de traction à 600 °C, la densité de dislocation est plus faible que celle observée après des essais à plus basse température. On observe également un réarrangement des cellules de dislocations et une augmentation de leur taille. C'est un mécanisme d'adoucissement dynamique appelé recristallisation continue. Pour les aciers du type 316 ou 304, on observe aux alentours de 1000 °C une recristallisation dynamique discontinue (c'est une germination - croissance de nouveaux grains à partir des joints de grains de l'austénite déformée) [98]. Pour déterminer les paramètres thermomécaniques du 316L, l'auteur a réalisé plusieurs essais : dilatométrie pour déterminer le coefficient de dilatation, traction (à deux vitesses de déformation imposées) pour différentes températures, afin de déterminer les paramètres élasto-plastiques et enfin des essais de fluage et d'écrouissage relaxation à haute température, pour déterminer les paramètres élasto-viscoplastique. Le caractère nettement visqueux du 316L au - dessus de 600 °C a été mis en évidence.

CHAPITRE II
Matériaux et procédures
expérimentales

Dans cette partie, nous allons décrire les matériaux, le matériel ainsi que les techniques expérimentales utilisées. La démarche suivante a été adoptée :

1. Identification des matériaux utilisés (métal de base et métal d'apport).
2. Réalisation des soudures (soudure de référence et soudures destinées au vieillissement).
3. Contrôle non destructif de la soudure de référence (radiologie des RX).
4. Caractérisations métallographiques des soudures : (microscopie optique, microscopie électronique à balayage, microscopie électronique à transmission, la microanalyse chimique (EDX) et la diffraction des RX).
5. Caractérisations mécaniques des soudures (micro dureté Vickers, essais de traction assistés par la corrélation d'image digitale -CID-)
6. Traitements thermiques à 700 °C sur la soudure avec des maintiens allant de 140 h à 1000 h.
7. Caractérisations métallographiques et mécaniques des soudures traitées thermiquement (vieillies). Ces soudures ont subi les mêmes examens que ceux subi par la soudure de référence (soudure non vieillie).

1. Identification des matériaux

1.1. Composition chimique

Les matériaux que nous avons étudiés sont du type A.I.S.I. 316L comme métal de base sous forme de tôle avec une épaisseur de 4 mm et A.I.S.I. 308L comme métal d'apport sous forme de fil rond nu avec un diamètre de 1,6 mm. Des analyses chimiques par spectrométrie de fluorescence aux rayons X pour les éléments lourds et par spectrométrie d'absorption en Infra rouge pour le Soufre et le Carbone ont été réalisées sur des échantillons prélevés de la tôle ainsi que du fil. La nuance 316L se différencie de la nuance 308L par l'ajout de 1,93% de molybdène. Cet ajout permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la résistance à la corrosion par piqûres. Le sous type L signifie « low carbon » et indique que l'acier contient moins de 0,03% de carbone. Cette analyse a confirmé la nuance 316L pour la tôle et la nuance 308L pour le métal d'apport. Le Tab.1 récapitule les compositions chimiques des deux aciers.

Tab.1 : Composition chimique des matériaux en pourcentage massique

Matériau	Eléments d'alliage										
	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	N	S	P	Fe	Cr _{eq} */Ni _{eq} *
316L	0,024	16,5	10,2	2,0	0,5	1,93	0,05	0,001	0,03	bal.	1,52
308L	0,023	21,0	9,43	2,4	0,7	-	0,06	<0,01	0,04	bal.	1,83

*Cr_{eq.} = %Cr + % Mo + 0,7%Nb (WRC-92 diagram) [99]

*Ni_{eq.} = %Ni + 35%C + 0,25%Cu + 20%N (WRC-92 diagram) [99]

bal. : balance

1.2. Caractéristiques mécaniques

Conformément aux certificats transmis par les fournisseurs de ces matériaux, les caractéristiques mécaniques sont indiquées dans le Tab.2.

Tab.2 : Caractéristiques mécaniques des matériaux utilisés

Caractéristique Mécanique			
Matériaux	$R_{e(0.2)}$ (MPa)	R_m (MPa)	A %
316L	373-375	636-638	52-57
308L	390	590	40

L'observation micrographique du métal de base (voir Fig.19), nous a révélé une structure complètement austénitique avec une teneur en ferrite relativement faible: elle avoisine les 3%. Cette observation s'est faite à l'aide d'un microscope optique du type ZEISS équipé d'une caméra numérique.

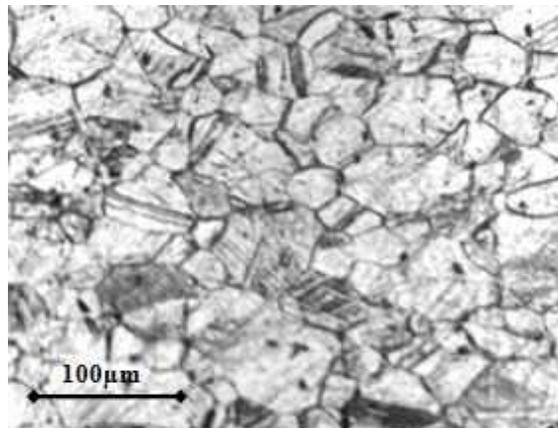


Fig. 19 : Micrographie sur métal de base montrant une matrice austénitique contenant une faible teneur en ferrite

2. Réalisation des soudures

Des coupons de 500 mm x 150 mm x 4 mm ont été découpés sur la tôle afin de réaliser les soudures. Des chanfreins ont été usinés selon le schéma ci-dessous (voir Fig. 20). La chronologie des passes s'est faite selon le schéma indiqué dans la Fig. 21.

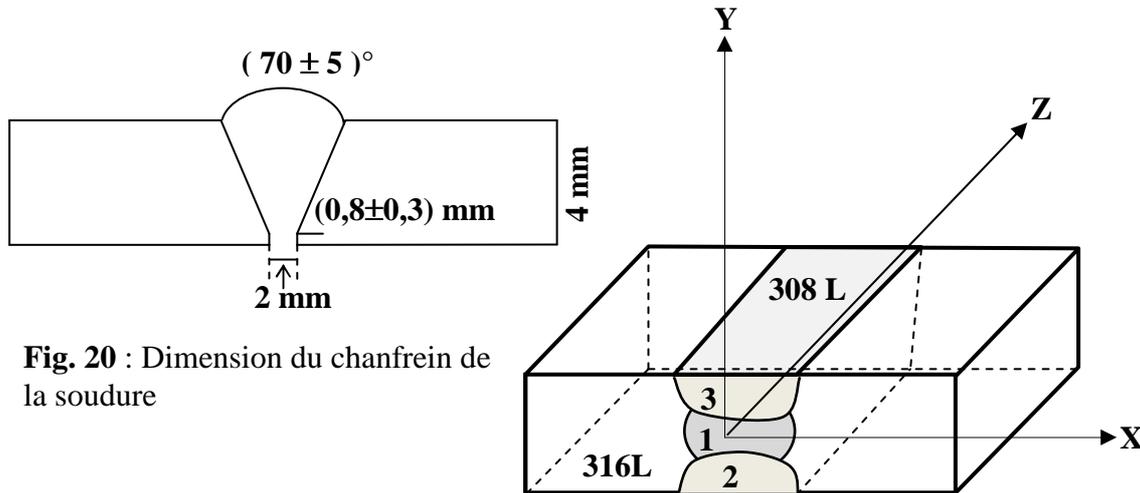


Fig. 20 : Dimension du chanfrein de la soudure

Fig. 21 : Schéma du cordon de soudure avec chronologie des passes

Les conditions et paramètres de soudage suivants ont été choisis :

- Procédé : TIG manuel à l'électrode de tungstène (w) thoriée à 2%
- Position de soudage : soudage bout à bout, avec un chanfrein en V avec un angle de $70^{\circ} \pm 5^{\circ}$ et un talent de $0,8 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$ et un écartement de 2 mm (voir schéma ci-dessus).
- Nombre de passes = 3 (1^{er} passe à l'endroit, la 2^{ème} passe à l'envers et la 3^{ème} passe à l'endroit)
- Débit de gaz : 13 l/mn
- Tension (v) : 13 V
- Intensité (A) : 80/100A
- Vitesse de soudage (mm/mn) : 70 mm/mn
- Energie de soudage ((kJ /mm) : 1,3 kJ/mm

Le soudage est une technique d'assemblage largement utilisée dans l'industrie. Le soudage par fusion et plus particulièrement le procédé à l'électrode de Tungstène et sous la protection gazeuse inerte à l'Argon (T.I.G.) est très employé dans l'industrie pétrochimique et nucléaire. Il permet d'obtenir des joints soudés de bonne qualité pour un coût réduit. On peut souder en une seule passe tous les matériaux de 0.1 mm jusqu'à 3 mm d'épaisseur avec une facilité d'utilisation et des précautions d'usage réduites. Au-delà de 3 mm, on a recourt à un soudage multi passe avec métal d'apport pour assembler les bords préalablement chanfreinés. Dans ce cas, il subsiste des contraintes résiduelles importantes provoquées par les retraits différentiels dans la zone fondue. Le principe de ce procédé est de créer un arc électrique entre une électrode réfractaire (c.-à-d. non fusible) en Tungstène et la pièce à souder (voir Fig. 22). L'électrode et le bain fondu sont protégés contre l'oxydation de l'air par un jet de gaz inerte, généralement l'argon pur. Dans ce cas, on utilise le courant continu avec pôle positif relié à la pièce à souder (polarité directe), ce qui permet de localiser le plus grand apport de chaleur sur le métal à fondre. La différence de potentiel entre anode (pièce à souder) et cathode (électrode) crée un courant électrique, qui engendre un champ magnétique auto induit. Ce champ magnétique crée à son tour des forces de Lorentz qui vont entraîner le gaz en projection vers la surface de la pièce. Ce gaz possède une résistance électrique. L'énergie produite par effet Joule, due au passage du courant, va garder le gaz dans un état ionisé (Plasma) à haute température. C'est l'énergie calorifique provenant de ce plasma constitué d'électrons, de particules lourdes (ions, atomes de gaz de protection) d'éléments métalliques vaporisés, et possédant une forte conductivité électrique, qui permet de faire fondre la pièce. Le plasma agit donc à la fois comme un flux de chaleur à la surface et une source de courant non uniforme à travers le métal de base. A la frontière liquide/solide, le flux de conduction qui passe de la partie liquide à la partie solide subit en outre une discontinuité, égale à la chaleur latente de changement de phase. Dans la partie solide, les transferts de chaleur se font par conduction uniquement sur les bords solides de la pièce, les échanges avec l'environnement sont de types radiatifs et convectifs.

La puissance totale dépensée dans l'arc est égale au produit de la chute de tension existant entre l'électrode et la pièce à souder et de l'intensité circulant dans l'arc ($P = UI$). On distingue trois (03) régions en fonction de la façon dont se répartit cette chute de tension (voir Fig. 23) :

Zone cathodique (épaisseur de l'ordre du micron) de laquelle sont émis les électrons qui représentent la majeure partie de l'intensité du courant.

Zone anodique (épaisseur de l'ordre du micron) de laquelle sont émis les ions qui participent eux aussi au courant de l'arc. A la surface du bain de fusion, le flux d'électrons en provenance de la cathode exerce une forte pression sur la surface de l'anode (c'est la « poussée de l'arc »).

La colonne d'arc (de quelques mm) est constituée du plasma, elle est la véritable source de chaleur. La hauteur d'arc est donc un paramètre très important en soudage TIG, puisqu'elle conditionne la chute de tension entre l'électrode et la pièce, et donc l'énergie déposée. A intensité constante, la tension peut-être reliée quasi linéairement à la hauteur d'arc [100].

Le bain de fusion créé lors du soudage TIG (éventuellement alimenté par un apport extérieur de matière) est le siège de processus thermo physiques très complexes mettant en jeu des phénomènes thermiques, convectifs, chimiques et électromagnétiques interdépendants. Ces mouvements de convections du métal liquide influencent de façon importante les transferts de chaleur et la forme du bain [100]. Cette convection résulte de plusieurs phénomènes, qui n'ont pas tous la même importance. Par ailleurs, lors du soudage, trois (03) phénomènes s'influencent mutuellement au niveau du matériau à souder. Il s'agit du phénomène thermique, métallurgique et mécanique. (Voir Fig. 24) :

Phénomène thermique : Lors du soudage, on introduit une quantité de chaleur au sein du matériau à souder, ce qui provoque une augmentation locale de température.

Phénomène métallurgique : L'augmentation locale de température entraîne des transformations métallurgiques telles que la transformation de l'austénite en ferrite et vice versa dans les aciers.

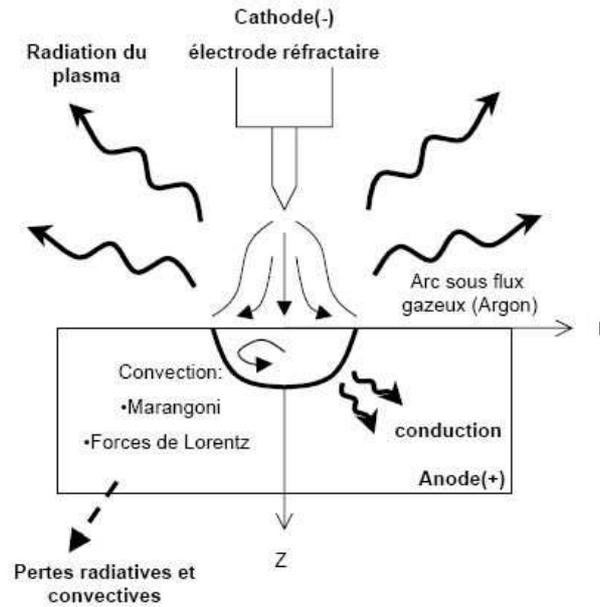


Fig. 22 : Transfert d'énergie en procédé TIG [41]

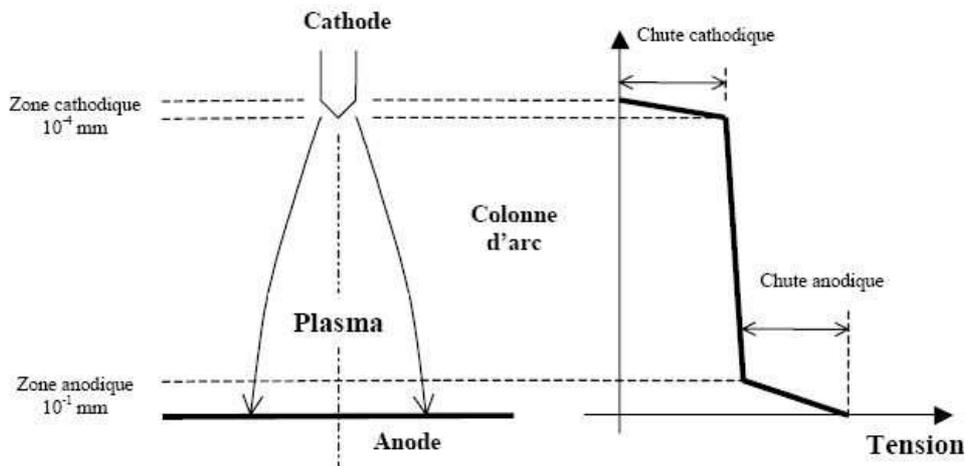


Fig. 23 : Zones constituant l'arc électrique [41]

Ces mêmes transformations engendrent à leur tour une variation locale de température en fonction de leurs réactions chimiques (endothermiques ou exothermiques).

Phénomène mécanique : L'apport de chaleur lors du soudage engendre des dilatations suivies de retraites lors du refroidissement du joint soudé. Ces phénomènes mécaniques provoquent des déformations mécaniques locales. Il est à souligner que certaines transformations métallurgiques (ex : $\gamma \rightarrow \delta$) sont suivies d'une modification locale des propriétés mécaniques, la densité volumique des deux phases n'étant pas la même.

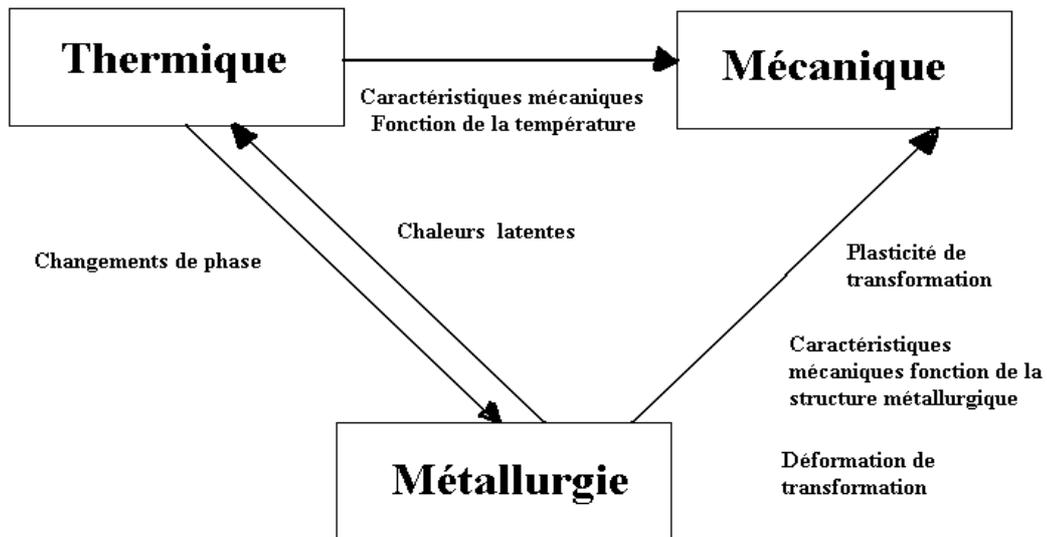


Fig. 24 : Interaction des phénomènes thermiques, mécaniques et métallurgiques au niveau du matériau à souder lors d'une opération de soudage

3. Contrôle radiologique aux rayons X (RX) des soudures

La soudure a été contrôlée aux rayons x (RX) à l'aide d'un tube du type BALTEAU à petit foyer (225 kVolt/ 3 mA) max, grand foyer (225 kVolt/13 mA) max. les paramètres de contrôle sont les suivants :

- U (V) = 88 kV
- I (mA) = 5 mA
- DSP (cm) = 115 cm (Distance Source Pièce)
- DPD (cm) = 0 cm (Distance Pièce Détecteur, ce dernier étant collé à la pièce)

L'interprétation du cliché radiographique indique une soudure saine avec quelques rares caniveaux.

4. Macrographie de la soudure

Une caractérisation macrographique a été effectuée sur la soudure, afin de déterminer l'étendue de la zone fondue de la soudure. L'inter zone ZAT/MB est difficile à discerner à cause du domaine monophasé de l'austénite (voir fig. 25).

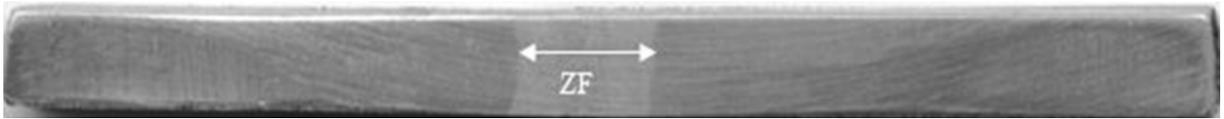


Fig. 25 : Photo macrographique de la soudure de référence (soudure non vieillie)

5. Traitements de vieillissement

Afin d'éviter l'oxydation à haute température, des échantillons prélevés dans tous les plans du cordon de soudure ont été placés dans des tubes en quartz vidés à 10^{-3} torrs puis scellés et portés à la température de 700 °C dans un four à résistance avec une précision de $\pm 1\%$. Les durées de maintien à cette température sont de 140 h, 500 h et 1000 h. A la sortie du four les échantillons sont directement trempés à l'eau. On a gardé un échantillon de chaque direction pour servir de référence. (Voir ci-dessous Fig.26 indiquant le schéma du cycle thermique).

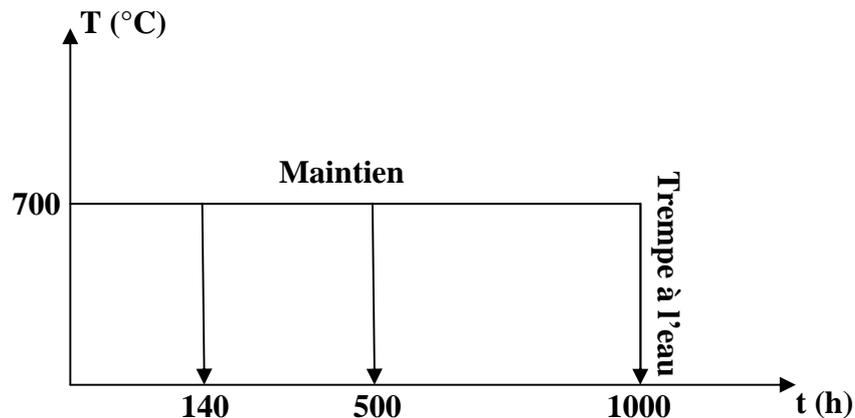


Fig. 26 : Schéma des cycles thermiques de vieillissement

Après traitements thermiques, les échantillons ont été nettoyés, polis aux papiers abrasifs du 220 au 1200. La finition du polissage s'est faite à la pâte diamantée avec un diamètre de $0,1\mu\text{m}$. En attendant d'être attaqués puis examinés, les échantillons ont été conservés sous vide.

Plusieurs solutions d'attaque ont été essayées afin de révéler les phases existantes dans la zone fondue. Seules les solutions d'attaque électrolytiques ont permis de bien révéler les phases. Les attaques chimiques nous ont permis d'observer la matrice austénitique sans discerner les joints de grains de cette phase. Pour l'observation au MEB ces

attaques se sont avérées lentes et inefficaces. L'attaque à l'acide oxalique nous a permis de bien discerner la ferrite δ dans la zone fondue de la soudure de référence. Parmi les solutions d'attaque utilisées et qui se sont révélées efficaces, nous citons celles présentées dans le Tab.3.

6. Observation au microscope optique (MO)

La microscopie optique (MO) nous a permis de déterminer la proportion des phases. Un balayage continu dans les trois directions de l'espace de la soudure a été effectué dans un microscope de type Zeiss. L'observation de la nature des phases (forme et proportion) dans les différentes zones de la soudure était notre but dans cette partie de la caractérisation. L'estimation due taux de ferrite dans la ZF et dans chaque passe s'est faite à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image du type ATLAS.

Tab.3 : Solutions d'attaque utilisées pour révéler les différentes phases dans la zone fondue de la soudure

	Solution	Conditions	Commentaires	Réf.
Attaque chimique	Villela (5ml HCL, 1g d'acide picrique, 100ml méthanol)	1 mn., T.amb.	Révèle la ferrite, la phase σ et les carbures	[101]
	Régal (eau) (15ml HCL, 5ml HNO ₃ , 100ml H ₂ O)	1 à 2 mn., T _{amb.}	Révèle l'austénite	[102]
Attaque électrochimique	10% acide Oxalique	6V DC (S.S.), 6s, T _{amb.}	Révèle les carbures, les joints de grains, l'austénite et la phase σ	[102]
	20% NaOH	2V, DC (S.S), 5s, T _{amb.}	Révèle la ferrite et la phase σ	[103]

7. Observations au microscope électronique à balayage (MEB)

Les observations faites au microscope optique ont été complétées par des observations au microscope électronique à balayage (MEB). La machine utilisée est du type FEI Quanta 400TM couplée à un système de microanalyse chimique (EDX : Energy Dispersive X-ray). La microscopie électronique à balayage est utilisée essentiellement pour obtenir des images de la surface de l'échantillon. Ces images sont formées principalement à l'aide des émissions électroniques de surface (électrons secondaires et électrons rétrodiffusés voir Fig. 27). Différents contrastes peuvent être observés, apportant des informations très variées sur l'échantillon, essentiellement sur son relief (contraste topographique), mais aussi sur la répartition des phases en présence (contraste « de numéro atomique » à l'aide des électrons rétrodiffusés). D'autres contrastes peuvent également selon les cas être observés, en particulier des contrastes chimiques (présence et distribution des éléments chimiques) et cristallins (structure cristallographique et texture). Le microscope électronique à balayage peut également donner une analyse chimique précise locale pouvant même être quantitative si l'échantillon le permet « microanalyse par sonde électronique » [104].

Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon. L'échantillon, placé dans la chambre du microscope, reçoit un flux d'électrons très important. Si les électrons ne sont pas écoulés, ils donnent lieu à des phénomènes de charge induisant des déplacements d'images ou des zébrures sur l'image dues à des décharges soudaines sur la surface. Si la surface est conductrice, les charges électriques sont écoulées par l'intermédiaire du porte-objet. L'observation d'échantillons électriquement isolants se fait grâce à un dépôt préalable (évaporation, pulvérisation cathodique) d'une fine couche conductrice d'or ou de carbone transparente aux électrons. Un microscope électronique à balayage se compose de (voir Fig. 28) :

- Une colonne optique électronique montée sur la chambre échantillon.
- Un circuit de pompage pour l'obtention d'un vide secondaire.
- Des détecteurs permettant de capter les différents signaux émis par l'échantillon.
- Un écran vidéo pour l'observation des images.

- Une électronique pour gérer l'ensemble des fonctions.

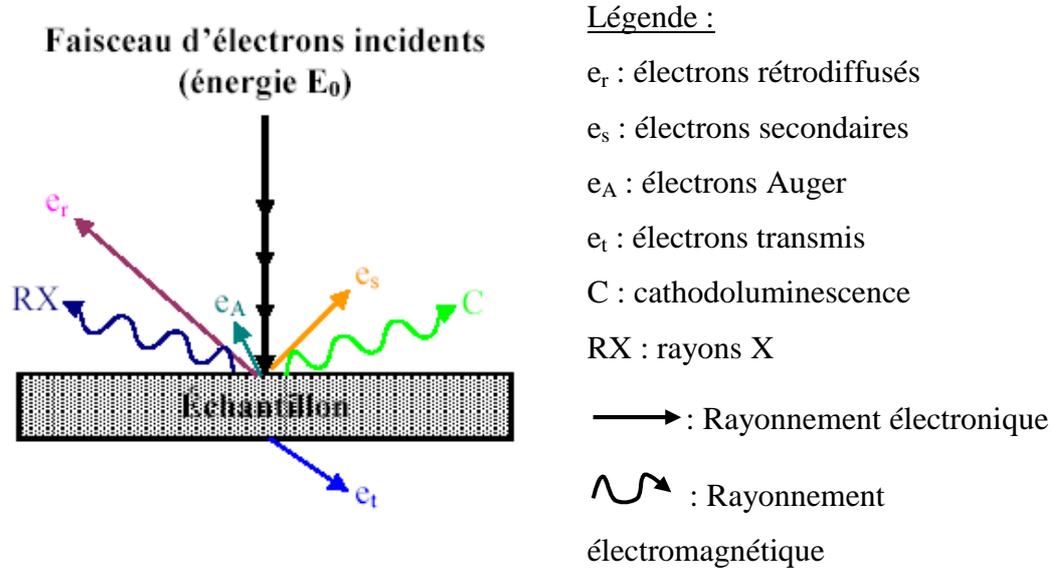


Fig. 27 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électron et la surface d'un échantillon

8. Microanalyse chimique aux rayons X à dispersion d'énergie (EDX)

Le microscope électronique à balayage possède un détecteur de rayons X qui permet de récolter les photons produits par le faisceau d'électron primaire. La zone analysée sera donc celle qui est parcourue par le faisceau. Si l'on est en mode balayage (formation d'une image) alors l'analyse sera celle de toute la surface de l'image. Il est possible de stopper le balayage et donc d'analyser en un point de l'image de son choix. Le volume ou la profondeur analysée dépend des conditions expérimentales (résolution). Le détecteur est capable de déterminer l'énergie des photons qu'il reçoit. Il va donc être possible de tracer un histogramme avec en abscisse les énergies des photons et en ordonnée le nombre de photons reçus (voir Fig. 29). Le temps nécessaire pour acquérir un spectre de bonne qualité est d'environ 2 minutes.

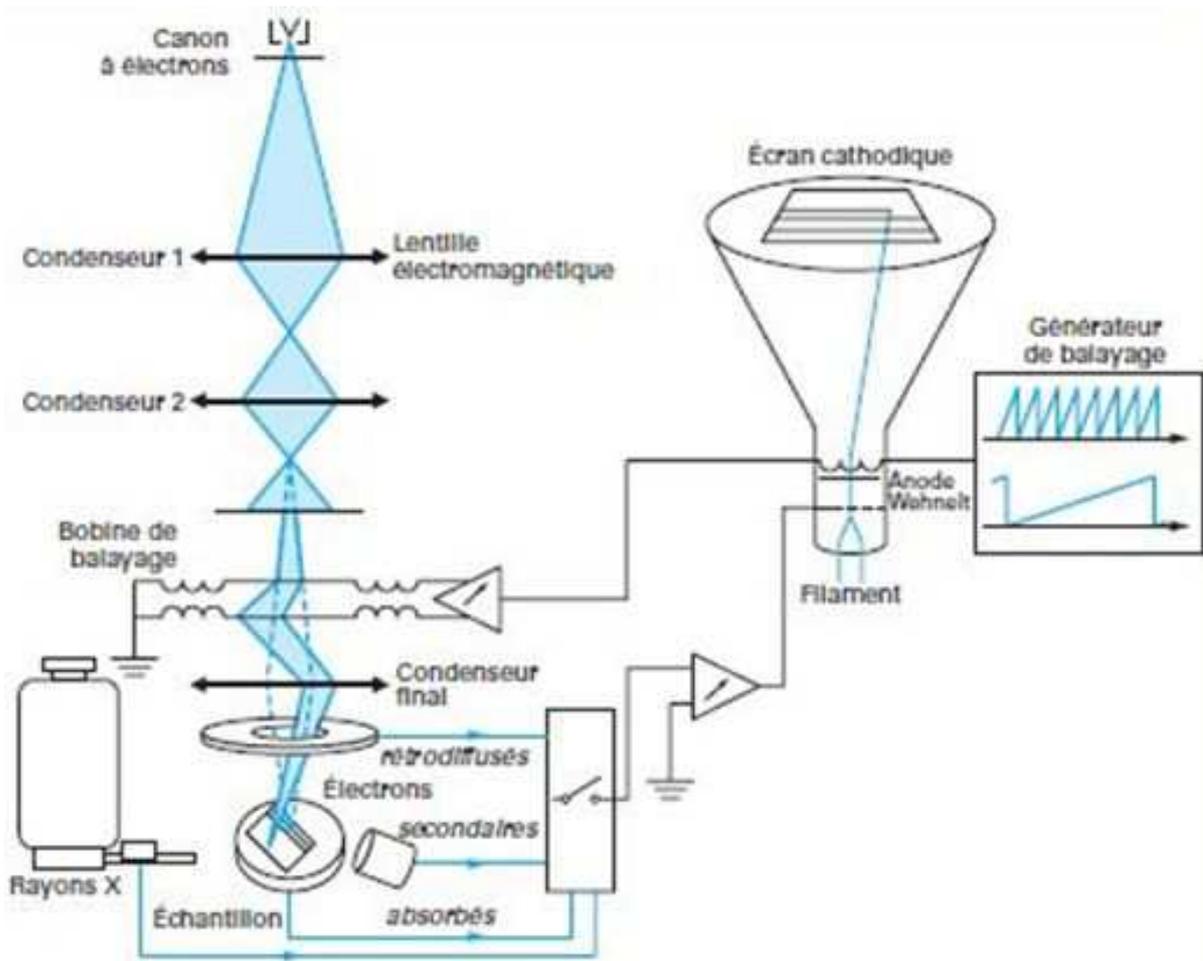


Fig.28 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage [104]

L'interprétation des spectres est facilitée par une base de données qui contient pour chaque élément les énergies et les intensités des raies qu'il produit. Il est possible de faire apparaître pour chaque énergie du spectre la liste des éléments qui possèdent une raie dans ce domaine énergétique. Il est possible également pour chaque élément de faire apparaître sur le spectre un diagramme en bâton représentant la position et les énergies des raies de cet élément. Les éléments en quantité inférieure à environ 0.2% en masse ne pourront pas être détectés. Les éléments H, Li, et Be ne pourront jamais être détectés. Des analyses locales ont été réalisées dans la zone fondue de la soudure. Plusieurs points de mesures ont été pris dans chaque phase observée.

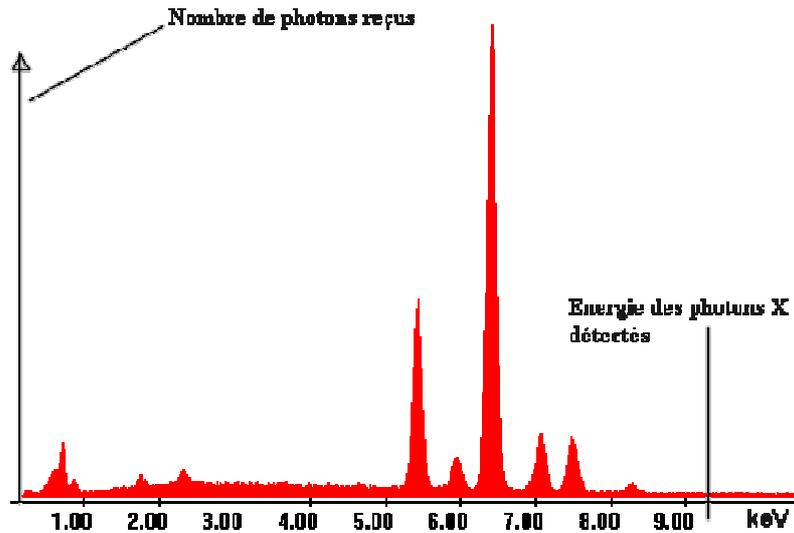


Fig. 29 : Spectre d'énergie dans l'analyse à l'EDX

9. Observation au microscope électronique à transmission (MET)

Afin d'approfondir l'identification des phases existantes (morphologie et structure cristalline) des observations au microscope électronique à transmission (MET) ont été effectuées. Cette technique nécessite une préparation soignée des échantillons. A cet effet, un polissage fin a été réalisé jusqu'à l'obtention d'une épaisseur de 50 μm . Des disques ronds de 3 mm de diamètre ont été ensuite découpés par poinçonnage. Le polissage électrochimique à double jet s'est fait dans une machine du type Struers TENUPOTM dans une électrolyte de 5% d'acide perchlorique + 95% d'acide acétique, à une température de 13,5 °C et une tension de 47 V sans agitation. Les lames minces obtenues ont été examinées sous un microscope électronique à transmission du type FEI Tecnai G2-20 opérant à 200 kV.

La microscopie électronique à transmission est la technique la plus performante. Dans son principe [105], elle ressemble à la microscopie optique en lumière directe. Le faisceau d'électron (Voir Fig.30) est émis par un canon à électron, focalisé sur la préparation à l'aide de lentilles électromagnétiques et la traverse. L'image se forme derrière la préparation sur un écran fluorescent similaire à ceux qui équipent les téléviseurs noir et blanc (voir Fig.31). Hormis le fait que les absorbeurs d'électrons sont

des métaux lourds, les mêmes techniques de révélation que pour la microscopie en lumière directe peuvent être utilisées. Toutefois, le grossissement est beaucoup plus fort qu'en microscopie optique. Dans le cadre de cette technique, nous avons procédé à des prises de photos ainsi qu'à des analyses de microdiffraction dans des phases apparentes telle que ferrite et austénite ainsi que dans d'éventuels précipités. Nous avons utilisé des champs clairs ainsi que des champs sombres afin de mieux visualiser ces précipités.

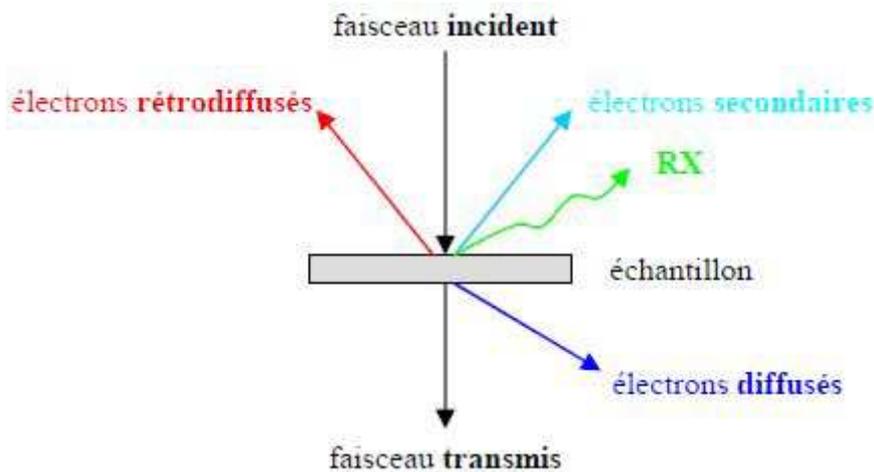


Fig.30 : Interaction faisceau d'électrons incident - surface de l'échantillon dans la microscopie électronique par transmission

9.1. Indexation des clichés de microdiffraction

Les étapes de l'indexation manuelle d'un diffractogramme sont :

1. Choisir un parallélogramme ayant $\vec{r}_1, \vec{r}_2, \vec{r}_3$ comme coordonnées sur le diffractogramme
2. Mesurer les distances R_1, R_2, R_3 et les angles ϕ_1, ϕ_2 .
3. Calculer $d_1, d_2,$ et d_3 (en utilisant la loi de Bragg, $\mathbf{r} \cdot \mathbf{d}_{hkl} = \mathbf{L}\lambda$), tel que d_{hkl} distance réticulaire correspondant au plan hkl
4. Comparer les (d_{hkl}) mesurés avec ceux donnés par les fiches ASTM (Standard) pour les plans hkl ($h_1k_1l_1, h_2k_2l_2, h_3k_3l_3$),
5. Vérifier que $h_1+h_2 = h_3, k_1+k_2 = k_3, l_1+l_2 = l_3$
6. Comparer les angles mesurés avec ceux calculés (ϕ_1, ϕ_2).

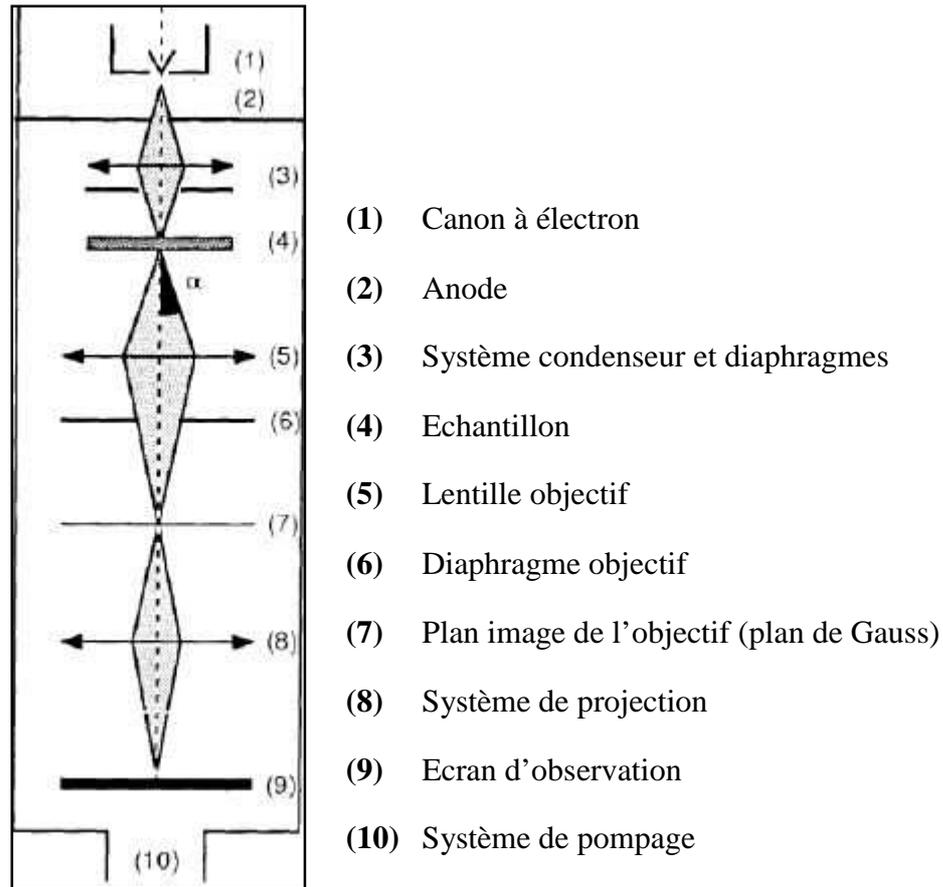


Fig.31 : Représentation schématique d'un microscope électronique à transmission

Dans notre cas et pour le dépouillement de nos clichés, nous avons utilisé en plus du travail manuel un logiciel nommé « Electron diffraction version 7.1 » [106]. Les étapes de la procédure de travail sont les suivantes (Voir détail de procédure en Annexe 3):

1. Mesure de deux distances (D_1 , D_2) distances séparant deux taches symétriques par rapport à une tache centrale sur le diffractogramme (voir Fig. 32).
2. Mesure de l'angle entre les deux distances (θ). Dans notre cas l'angle est de $55,64^\circ$.
3. Introduction de ces données dans le logiciel (Voir Fig. 33), ce dernier procédera à une simulation et nous donnera toutes les structures qui peuvent correspondre à cette configuration (voir Fig. 34 diffractogramme simulé).
4. Sachant préalablement la structure cristalline de la phase (ou équivalente), nous choisissons les résultats les plus optimales et les plus proches de notre cas.

5. Une fois les bons paramètres (D_1 , D_2 et θ) retenus, nous procédons à la correction de ces données en faisant correspondre le diffractogramme réel à celui simulé et proposé par le logiciel.
6. Une fois le diffractogramme réel et celui simulé coïncide, nous prenons ces données comme résultats pour le diffractogramme considéré.

Des fiches ASTM (Standard) ont été utilisées pour la confirmation de ces résultats.

L'axe de zone c.-à-d. la direction $[uvw]$ a été identifiée pour chaque diffractogramme en utilisant la formule :

$$[uvw] = \overrightarrow{g_{h_1k_1l_1}} \times \overrightarrow{g_{h_2k_2l_2}} \quad (2)$$

Les conditions de Bragg sont satisfaites quand la sphère d'Ewald touche un point du réseau réciproque (voir Fig. 35, 36). Dans ces figures nous avons :

λ : est la longueur d'onde du faisceau d'électrons.

L : est la longueur de la distance entre l'échantillon et la caméra.

O : est le point origine dans le réseau réciproque.

P_{hkl} : est un point sur la sphère d'Ewald (réseau réciproque)

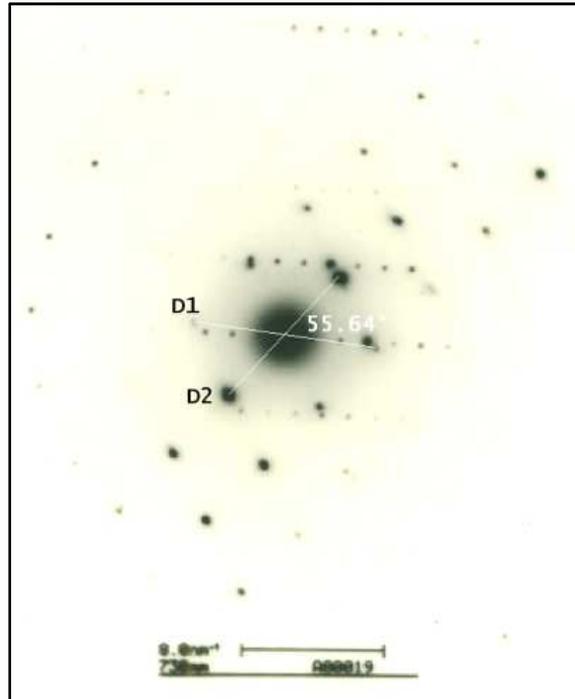


Fig. 32 : Diffractogramme réel correspondant à la structure de l'austénite (CFC) dans la soudure vieillie durant 1000 h.

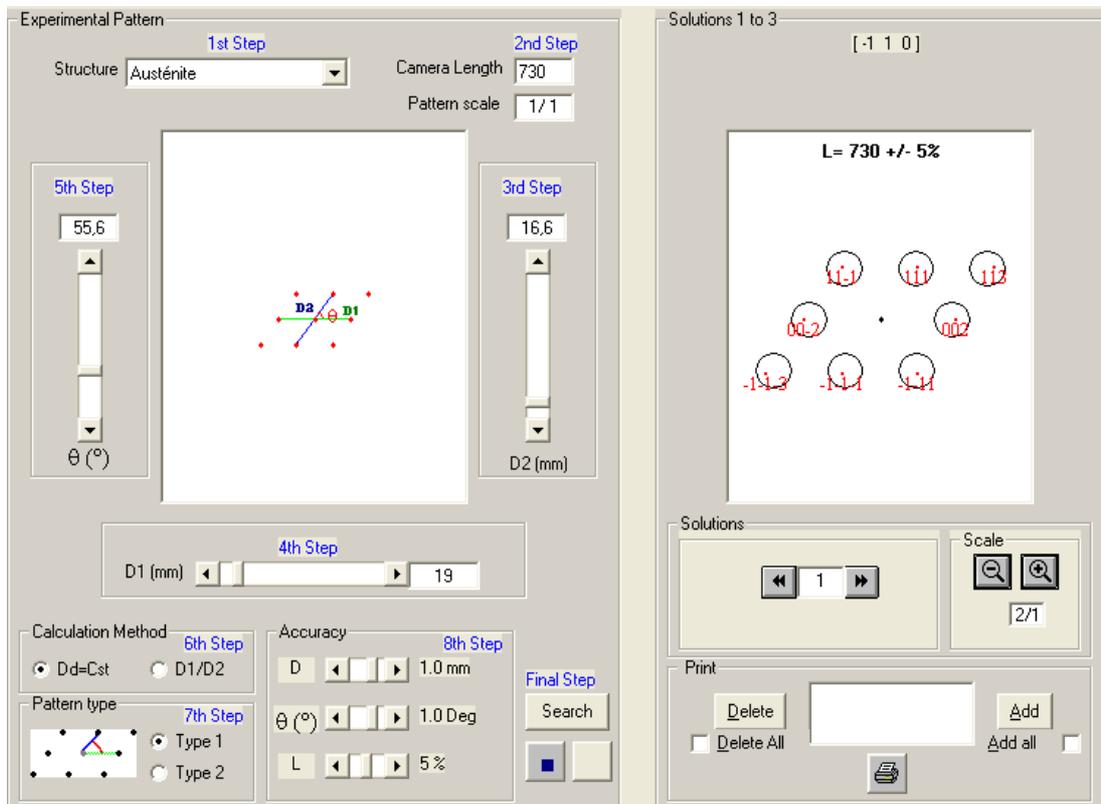


Fig. 33 : Injection de données relevées du diffractogramme réel dans le logiciel pour l'indexation

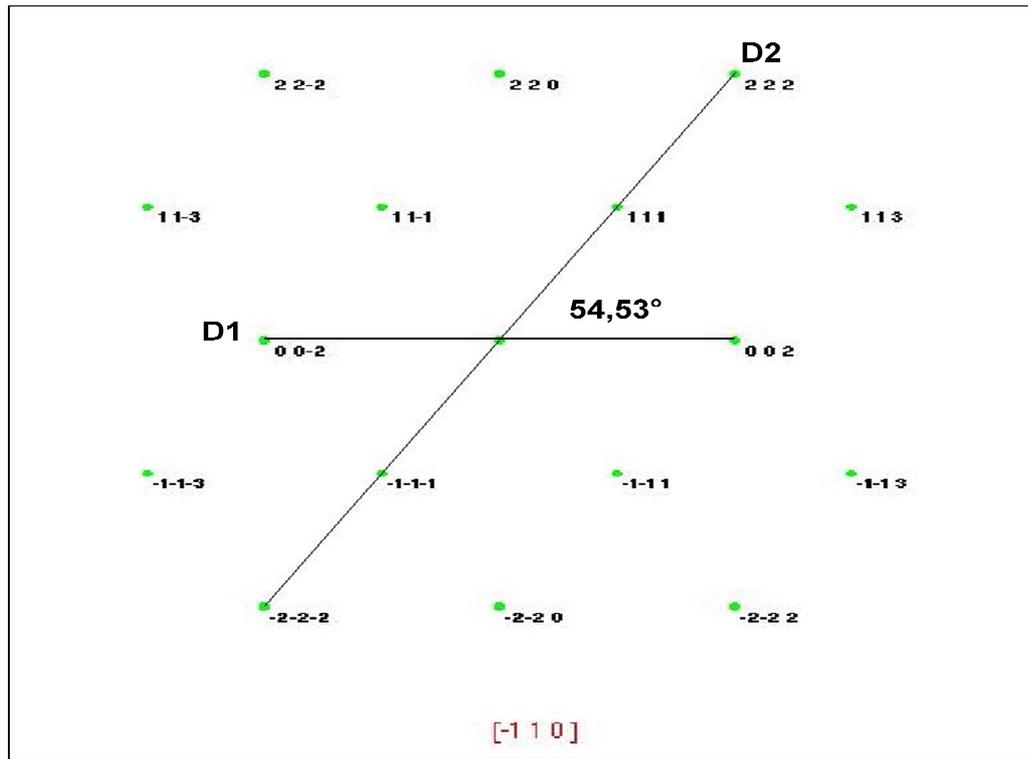


Fig. 34 : Exemple de diffractogramme simulé correspondant à la structure de l'austénite (CFC) dans la soudure vieillie durant 1000 h

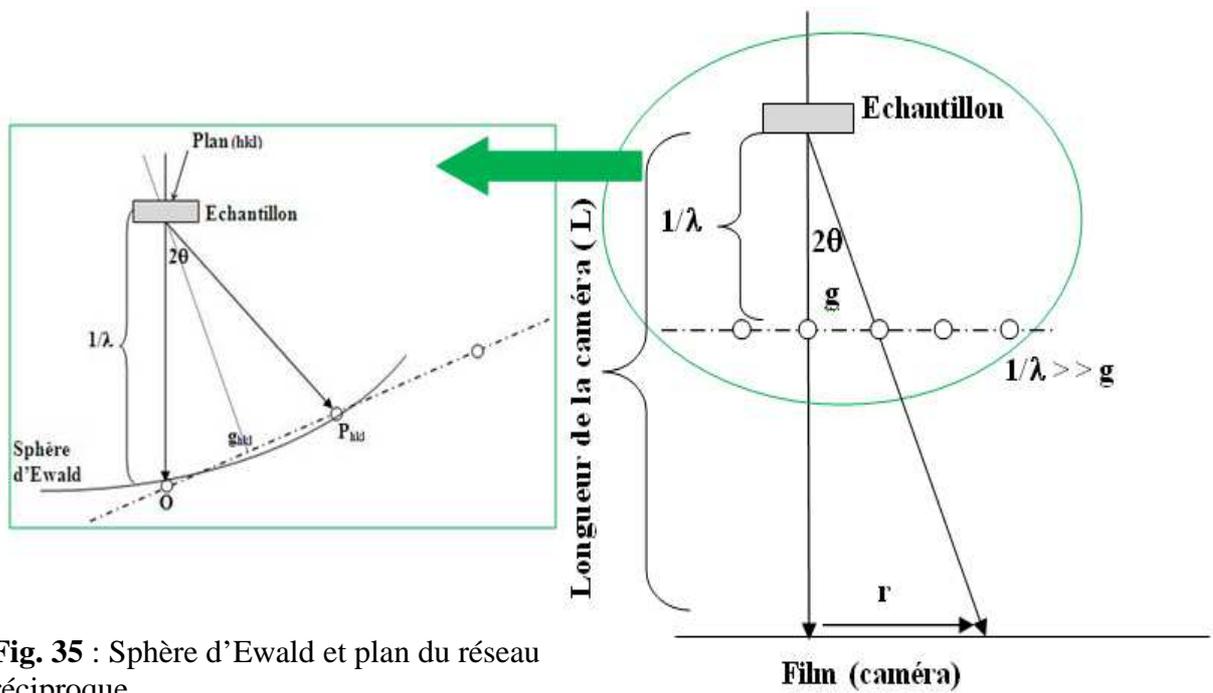


Fig. 35 : Sphère d'Ewald et plan du réseau réciproque

Fig.36 : Sphère d'Ewald et phénomène de diffraction

De la Fig. 36, nous pouvons poser :

$$\frac{1/\lambda}{L} = \frac{g}{r} \quad (3)$$

Sachant que : $g = 1/d_{hkl}$ alors $r \cdot d_{hkl} = L\lambda$ $L\lambda$ est appelé constante de la caméra
Et,

$$\sin \theta = \frac{g/2}{1/\lambda} = \frac{1}{d(hkl)} * \frac{1}{2} \quad (4)$$

Donc, nous retrouvons la Loi de Bragg :

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d(hkl)} \quad (5)$$

9.2. Calcul des paramètres cristallins

Une fois les structures identifiées, nous avons calculé leurs paramètres cristallins. Il s'agit des paramètres cristallins de l'austénite, de la ferrite et de la phase σ . Sachant que :

1. Pour les systèmes à axe principal (cas de la phase σ)

$$\frac{d(hkl)}{na} = \frac{1}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)/(\frac{c}{a})^2}} \quad (6)$$

2. Pour les systèmes cubiques (cas de l'austénite et de la ferrite)

$$d(hkl) = a\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (7)$$

a et c sont les paramètres de maille dans les réseaux cristallins

Les calculs donnent :

$a_\gamma = 3,6 \text{ \AA}$ (Cubique à Face Centrée), $a_\delta = 2,86 \text{ \AA}$ (Cubique Centré), $a_\sigma = 8,695 \text{ \AA}$
 $c_\sigma = 4,456 \text{ \AA}$ (Téragonale)

10. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode très utilisée pour caractériser la microstructure et comprendre l'état mécanique des matériaux cristallins. Les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques dont la longueur d'onde est du même ordre de grandeur que les distances interatomiques. Ils interagissent avec le nuage électronique des atomes par diffusion élastique. Lorsque les rayons X frappent un solide ordonné, ils sont diffusés de façon cohérente (diffractés) par les plans hkl vérifiant les conditions de Bragg (voir Fig. 37). Dans le cas d'un diffractomètre de Bragg-Brentano, ces plans sont parallèles à la surface de l'échantillon.

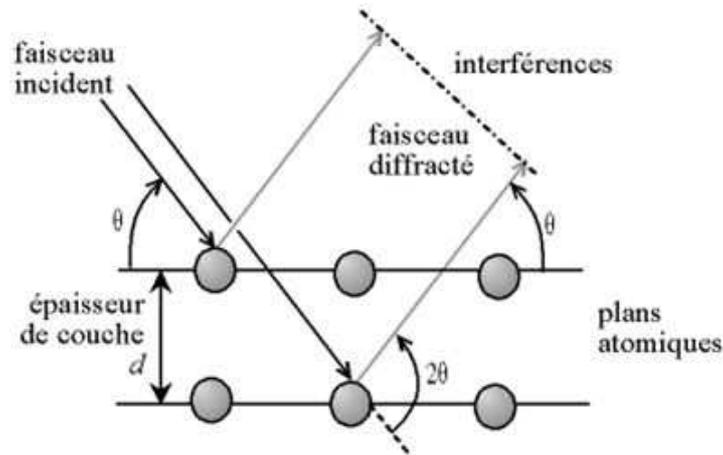


Fig. 37 : Interférence des ondes diffusées (phénomène de diffraction)

Grâce à la relation de Bragg, il est possible de relier directement la position ($2\theta_{hkl}$) des pics obtenus sur un diffractogramme à la distance inter-réticulaire (d_{hkl}) de la famille de plans correspondant. Connaissant le système cristallin, il est possible de calculer les paramètres de maille de la structure.

$$\text{Relation de Bragg : } 2.d_{hkl}.\sin(\theta) = n.\lambda \quad (8)$$

Nous avons : d_{hkl} est la distance entre les plans réticulaires d'indices de Millers (distance réticulaire) exprimée en Å.

θ est la moitié de l'angle de déviation du faisceau incident des RX (Angle de Bragg).

λ : est la longueur d'onde des RX exprimée en Å.

n : est un entier désignant l'ordre de diffraction.

L'appareillage que nous avons utilisé est un diffractomètre de marque Philips X'PertTM qui dispose d'un goniomètre de type Bragg-brentano (montage θ/θ) piloté par des logiciels qui assurent l'acquisition et le traitement des données. Dans cette géométrie, l'échantillon est horizontal, le tube et le détecteur de rayons X se déplacent symétriquement (voir Fig. 38,39). Le diffractomètre est équipé d'un tube à rayons X avec une anti-cathode en cobalt (Co) (longueurs d'onde du cobalt $K_{\alpha 1}=1,78901$ nm et $K_{\alpha 2}=1,79290$ nm). Le dispositif expérimental est muni d'un monochromateur arrière, placé après l'échantillon, devant le détecteur. Celui-ci se présente comme un monocristal sélectionnant une étroite gamme de longueurs d'onde. Le tout est bien entendu enfermé dans un bâti blindé afin de confiner les rayons X. Les paramètres identifiés par le logiciel X'Pert Graphics & Identify sont : la position des pics (2θ), l'aire des pics (A), la largeur à mi-hauteur (H).

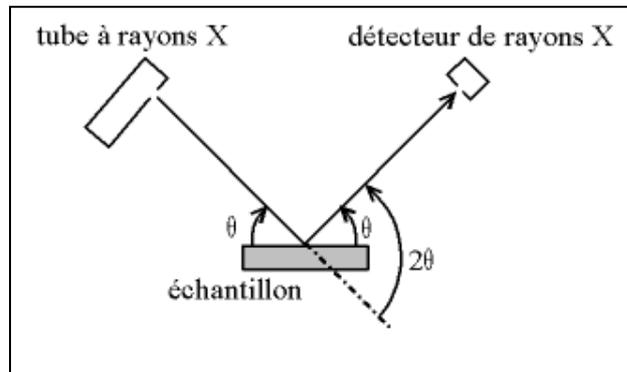


Fig.38 : Montage (θ/θ) de Bragg-Brentano

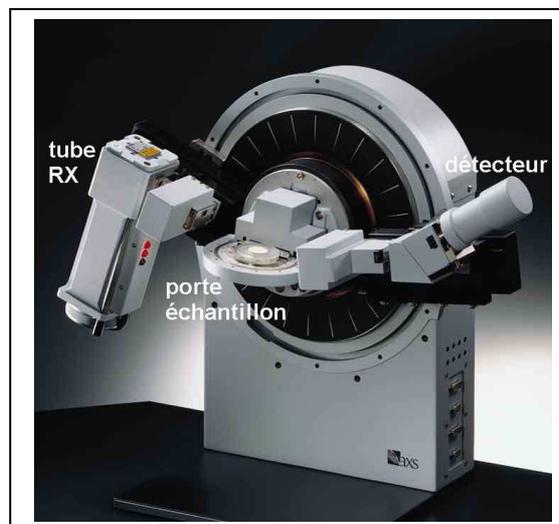


Fig.39 : Goniomètre Bragg-Brentano

Retirés du vide, les échantillons sont directement déposés dans le porte échantillon de la machine. L'exposition aux RX s'est faite dans les deux orientations de l'espace (horizontale et verticale) afin de mieux balayer les surfaces de la soudure. L'analyse s'est faite dans un intervalle d'angles de 2θ compris entre 10° et 120° .

11. Microdureté Vickers (Hv)

L'essai de dureté est largement utilisé sur les métaux. Il caractérise la résistance qu'oppose le matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Ainsi, pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal sera d'autant plus grande que la pénétration du corps sera faible. Il existe trois principaux type d'essais de dureté, qui diffèrent essentiellement par la forme du pénétrateur : l'essai Brinell, l'essai Vickers et l'essai Rockwell. Dans l'essai Vickers le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est de 136° . L'empreinte formée est donc pyramidale. Si (S) est la surface latérale de cette empreinte (exprimée en mm^2), (d) sa diagonale (exprimée en mm) et (F) la force appliquée (exprimée en Kgf), alors la dureté est : $Hv = F/S = 1,8544 F/d^2$. La charge utilisée est en général comprise entre 5 Kg et 120Kg. Toutefois, il est possible de faire des essais dits de microdureté avec des charges n'excédant pas quelques centaines de grammes, si l'on veut étudier une zone très locale du matériau. Ces essais sont alors réalisés et analysés sous microscope.

Des lignes de mesure de micro-dureté ont été effectuées transversalement à la soudure à 1 mm, 1,5 mm et 2 mm dans le sens de l'épaisseur (voir Fig. 40). Le pas des mesures utilisé est de 1 mm dans le balayage selon l'axe horizontal (x). Une charge de 200 g a été utilisée. La précision des mesures est de 2 à 3 μm .

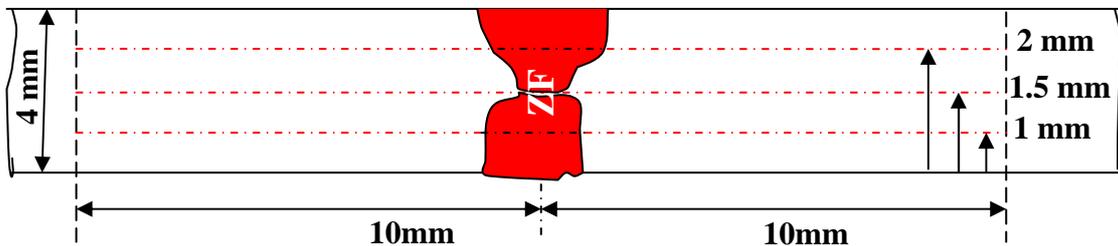


Fig.40 : Schéma indiquant le balayage des mesures de micro-dureté à travers la soudure

12. Essais de traction assistés par la corrélation d'image digitale (CID)

12.1. Essais de traction

Cet essai permet de déterminer certaines caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité, résistance mécanique, charge à la rupture et allongement à la rupture notamment. Il consiste à réaliser, dans une éprouvette, un champ de contrainte uniforme uniaxiale de traction et à enregistrer l'allongement résultant. Une machine de traction est composée de deux mors, l'un sur une traverse fixe, l'autre sur une traverse mobile. Entre les deux mors, on fixe l'éprouvette. Ensuite, deux systèmes de mesure sont nécessaires, l'un pour mesurer l'effort appliqué, l'autre pour mesurer le déplacement relatif des deux mors, ou la déformation de l'éprouvette. Nos essais de traction ont été effectués à l'aide d'une machine de traction électromécanique de type INSTRON de capacité 30 kN. Les essais ont été réalisés à vitesse de déplacement imposé (1 mm/min).

L'essai fournit un diagramme donnant la force appliquée à l'éprouvette en fonction de son allongement (Voir Fig.41) et cela pour une vitesse de traverse constante. Dans le cas général, on observe :

- ✓ une partie rectiligne correspondant au domaine d'élasticité.
- ✓ le domaine de déformation plastique uniforme.
- ✓ un maximum correspondant à la charge maximale supportée par l'éprouvette, appelée couramment charge de rupture.
- ✓ le domaine de striction dans lequel les déformations sont hétérogènes, elles se localisent dans une zone limitée dont la section diminue rapidement.
- ✓ et finalement la rupture de l'éprouvette.

L'allongement est l'accroissement de la longueur initiale entre repères L_0 . L'allongement rémanent est celui mesuré après décharge de l'éprouvette. Il ne comprend, par définition, que la composante plastique. L'allongement est exprimé en pourcentage de la longueur initiale entre repères L_0 . L'allongement rémanent après rupture est la variation de la longueur entre repères $L_u - L_0$ mesurée après rupture de l'éprouvette en rapprochant soigneusement les deux fragments (L_u est la longueur entre

repères après rupture de l'éprouvette). Dans certains cas, cette mesure est rendue difficile par la forme des surfaces de rupture, notamment pour les ruptures en sifflet.

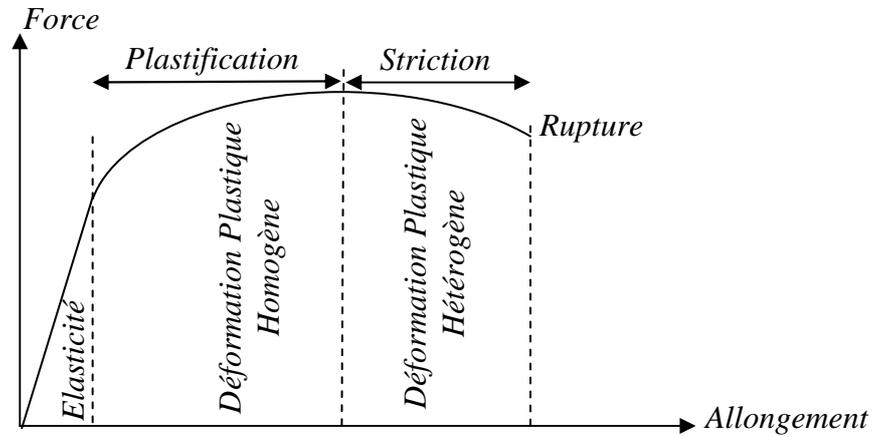


Fig. 41 : Courbe typique de traction

Afin de localiser les contraintes lors de l'essai au sein de la zone fondue (car c'est cette zone qui nous intéresse dans cette étude), des éprouvettes entaillées (voir Fig. 42) de dimensions (60 x 10 x 4) mm ont été testés en traction uniaxiale avec la corrélation d'image. La pré-entaille a été effectuée par électroérosion.

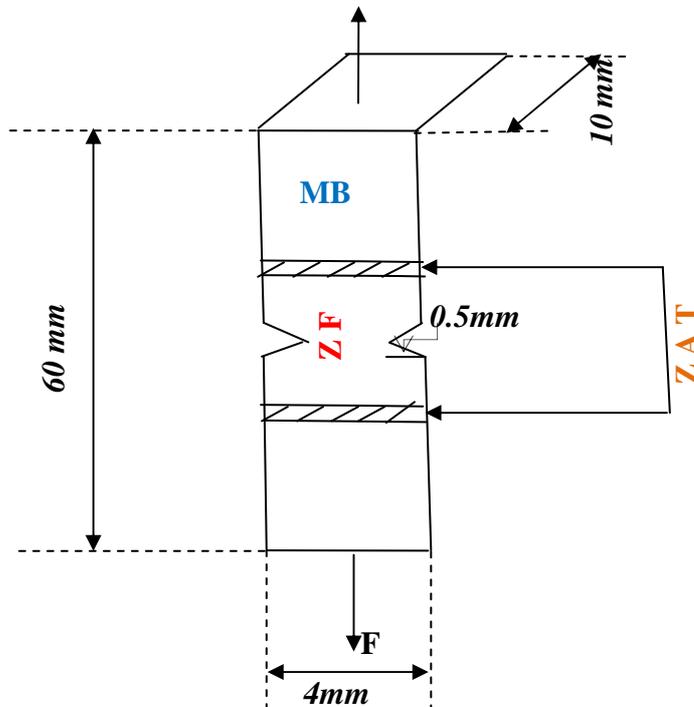


Fig. 42 : Dimensions et forme des éprouvettes de traction

La contrainte vraie (F/S) est calculée à partir de la contrainte conventionnelle (F/S₀) en supposant la déformation plastique isovolumique (S/S₀ = L₀/L). Ce calcul comme celui de la déformation vraie ln (L/L₀) est réalisé après avoir retranché à L/L₀ la partie élastique F/S₀ E. Pour le tracé de la courbe conventionnelle ensuite rationnelle de chaque éprouvette testée (SR, 140 h, 500 h, 1000 h), un certain nombre de formules a été utilisé dans nos calculs. Sachant que la contrainte totale est égale à la somme des contraintes dans les deux domaines (élastique et plastique) du comportement du matériau lors de cet essai :

$$\sigma = \sigma_e + \sigma_p \quad (9)$$

σ_e : Limite élastique .

σ_p : Contrainte dans le domaine plastique.

12.2. Technique de corrélation d'image digitale (CID)

L'extensomètre par corrélation d'images est une technique assez nouvelle. Elle présente de grands avantages par rapport aux anciennes techniques d'extensométrie optique. Il s'agit de mesurer les champs de déplacements qui apparaissent lors d'un essai sur une éprouvette, à partir d'un film pris lors de l'expérience.

Dans le cadre de cette étude, un mouchetis (peinture dans une bombe aérosol) a été projeté sur la zone d'étude de l'éprouvette permettant d'obtenir des grains noirs et blancs d'un diamètre moyen de 30 μm . La surface de l'échantillon est éclairée en lumière blanche (voir Fig. 43) et les images sont stockées tout au long de l'essai grâce à une caméra. La caméra utilisée est du type Imager Compact fournie avec le logiciel Davis. Elle est la plus petite des caméras de la famille Imager Compact de « LaVision » qui possède des caractéristiques identiques de dynamique et de résolution que les caméras de grandes tailles de « LaVision » tout en étant plus compacte. Ses caractéristiques sont les suivantes :

- Haute résolution avec 640 * 480 ou 1376 * 1040 Pixels.
- Afficheur rapide jusqu'à 5 photos /s.
- Obturateur électronique jusqu'à 100 ns pour le déclenchement rapide.
- Double mode d'armature disponible pour acquérir deux images.

- Sensibilité UV (Ultra Violet) jusqu'à 300 nm.

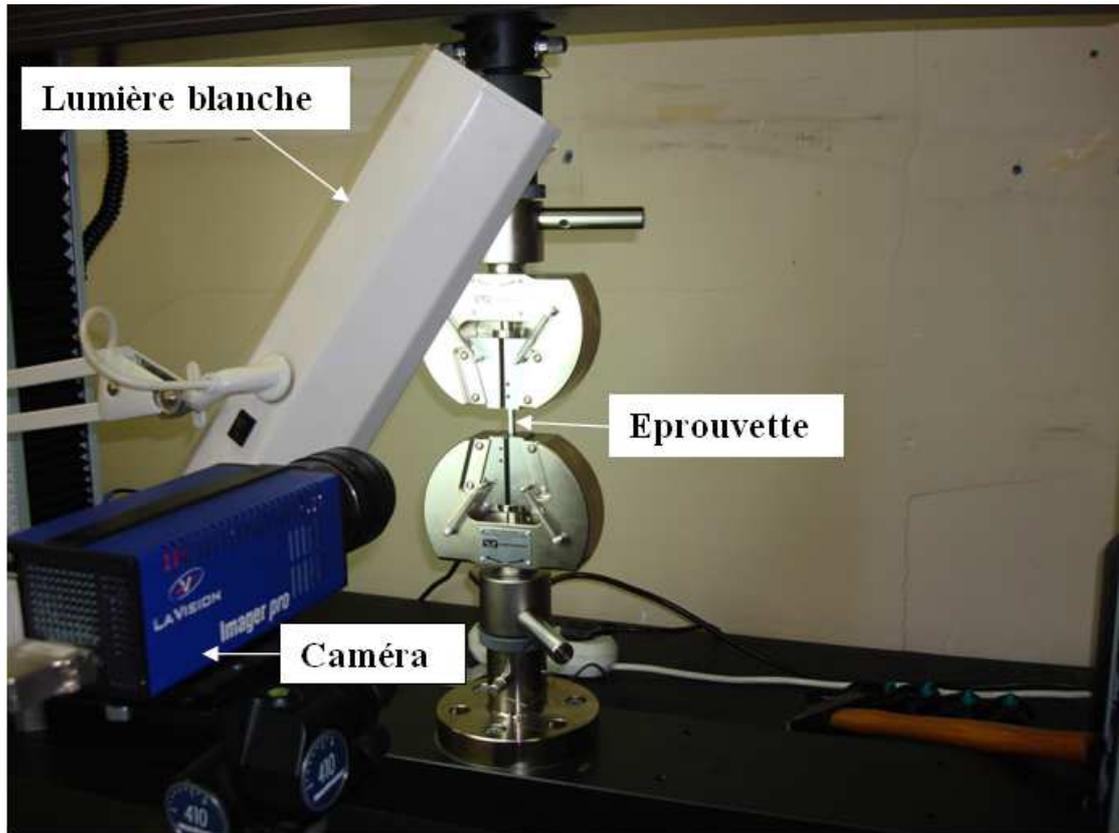


Fig. 43 : Montage du dispositif expérimental lors de l'essai de traction

Comme la plupart des systèmes de mesure, une première étape essentielle consiste à calibrer le dispositif (voir annexe 4). Lors des essais, la caméra doit être correctement placée pour permettre une bonne mise au point (netteté) et une prise d'image perpendiculaire à la zone à étudier afin de permettre une numérisation réussie. Une zone d'étude ou masque (partie traitée voir Fig. 44 c) doit être renseignée pour le traitement des images (voir annexe 4). Ce masque peut avoir différentes formes et permet de s'intéresser à une zone locale bien déterminée. L'avantage d'une telle opération est d'une part l'amélioration des résultats de calcul (découpage plus fin et plus précis de l'image), d'autre part, un gain de temps très important (seule une partie de l'éprouvette est étudiée). La deuxième étape consiste à renseigner le logiciel d'acquisition et de traitement d'images sur l'intervalle de temps entre deux images successives. Pour l'ensemble des essais nous avons opté pour un temps de deux secondes. En effet, pour la plupart des configurations des éprouvettes, et avec une vitesse de déplacement de la

traverse mobile de 1 mm/min, le choix d'une image toutes les deux secondes permet de limiter le volume moyen des fichiers informatiques à traiter.

La zone d'étude sur l'éprouvette couvre une surface d'environ $(40 \times 3) \text{ mm}^2$. Cette zone recouvre les parties de la soudure (MB, ZAT, ZF). Une surface de $(1,55 \times 1,1) \text{ mm}$ a été choisie arbitrairement pour faire ces calculs dans ces zones de la soudure. Une fenêtre de 32×32 Pixel a été prise avec un recouvrement de 50%. Pour calculer les déformations locales, un balayage a été effectué selon le schéma ci-contre (voir fig 44b). Les chiffres 1,2,3 et 4 correspondent à un rectangle de 1.55mm de longueur et 1.1mm de largeur :

- ✓ Rectangle 1 correspond à la zone ZF(Centre).
- ✓ Rectangle 2 correspond à la zone ZF/ZAT.
- ✓ Rectangle 3 correspond à la ZAT.
- ✓ Rectangle 4 correspond à la ZAM (Zone Affectée Mécaniquement).

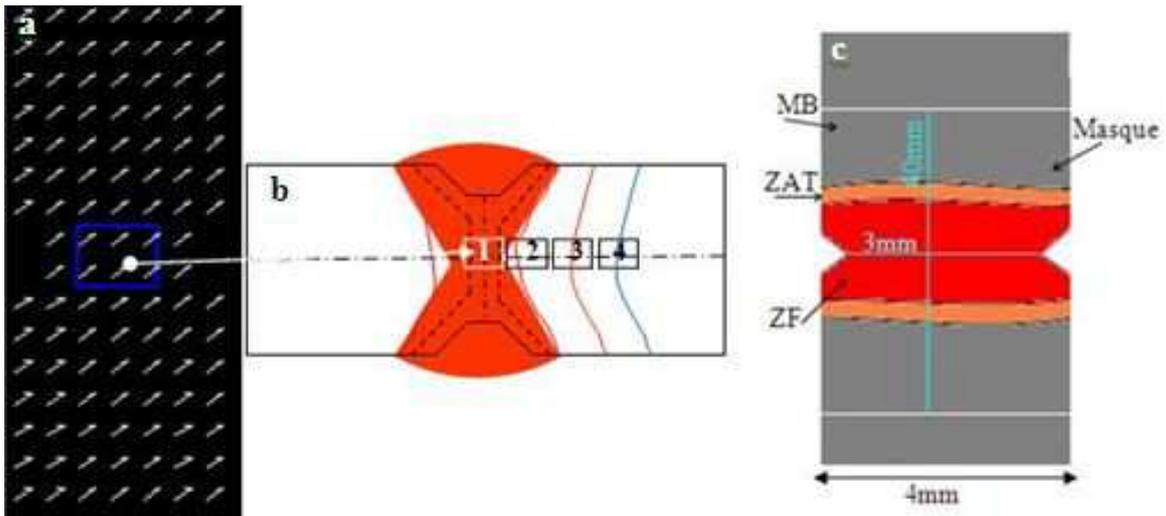


Fig. 44 : a) Champ des vecteurs de déplacement b) Profil du balayage pour le calcul des déformations locales. c) Zone d'étude (Masque)

Dans ce calcul, le logiciel va comparer deux images successives du film, et à partir des écarts de luminosité, la valeur du déplacement est déduite. Ensuite, en comparant deux images successives (voir Fig. 45a et 45b), la mesure de la distance qu'a parcourue un point entre un temps t_0 et un temps $t_0 + \Delta t$. Pour le même point, cette opération est répétée pour les images suivantes, on peut alors obtenir le déplacement total. Ces calculs sont faits pour chaque point repéré par la caméra, on obtient alors le déplacement de la matière. Le résultat de cette technique est donc l'obtention d'un

champ de déplacement et ensuite par post traitement d'un champ de déformation. A partir du champ de déplacement, par calcul, on peut obtenir le champ de déformation de l'éprouvette ainsi que le champ des contraintes. La caractéristique principale de cette technique est que l'on obtient des champs de déplacements ou de déformations, contrairement à la plupart des autres méthodes. Son intérêt est de pouvoir visualiser les champs au sein d'une éprouvette. L'utilisation du logiciel d'image « Techplot » nous a permis de visualiser les champs de déplacement dans les zones de calcul (voir Fig. 46). (Pour plus d'informations sur la méthode de calcul des déplacements et des déformations voir annexe 1).

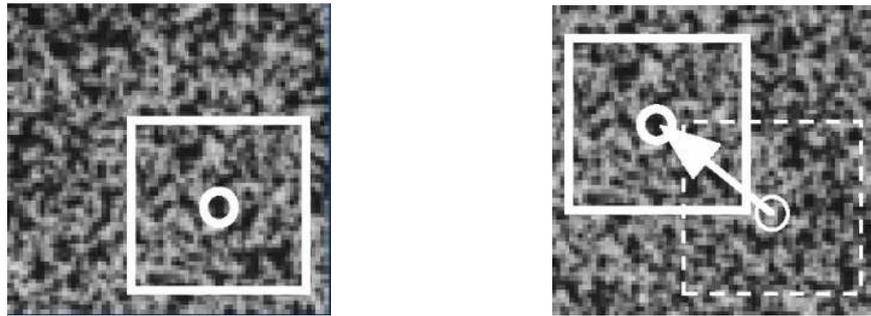


Fig. 45 : a) Image référence (initiale),b) Image déformée (actuelle)

12.3. Images numériques ROI et ZOI

Une image numérique est un quadrillage rectangulaire où chaque carreau est appelé pixel et chaque pixel est affecté d'une couleur. Pour la technique de corrélation d'images, on n'utilise que des images où chaque pixel est gris (mélange de noir et blanc). Les images couleurs ne seront pas utilisées. Une image est donc une fonction signal constante par morceaux $z = f(x)$ où x sont les coordonnées du pixel et z est la valeur du niveau de gris: $z = 0$ signifie que le pixel est blanc et $z = 1$ signifie que le pixel est noir. Entre 0 et 1, $n - 2$ valeurs de gris différents existent. La fonction (f) peut donc prendre (n) valeurs différentes. Une illustration est donnée sur la Fig. 47. Rappelons que la corrélation se fait toujours entre deux images: une image de référence et une image déformée (Voir fig. 48). Sur l'image de référence, on ne peut étudier qu'une partie de l'image: cette région est appelée Region Of Interest (ROIref) (voir Fig. 49). C'est à l'utilisateur de choisir la taille de cette région en fonction de la mesure des déformations de la zone souhaitée sur la pièce prise en photo. Un maillage est appliqué à cette ROIref, dont les mailles sont des carrées. Chaque maille est appelée Zone Of Interest (ZOIref). C'est à l'utilisateur de choisir la taille de la ZOIref en pixel. On choisi

la taille de la ZOIref sur l'image de référence, les tailles courantes de ZOIref sont 32*32, 64*64 ou 128*128 pixels. La taille de la ZOIref est importante car plus elle est petite, plus le maillage de la ROIref sera fin et plus le nombre de vecteurs déplacements sera important. Ensuite, pour chaque ZOIref de l'image de référence, le logiciel de corrélation d'image va calculer le déplacement moyen (constant par ZOIref) entre la ZOIref de l'image de référence et la ZOIdef de l'image déformée.

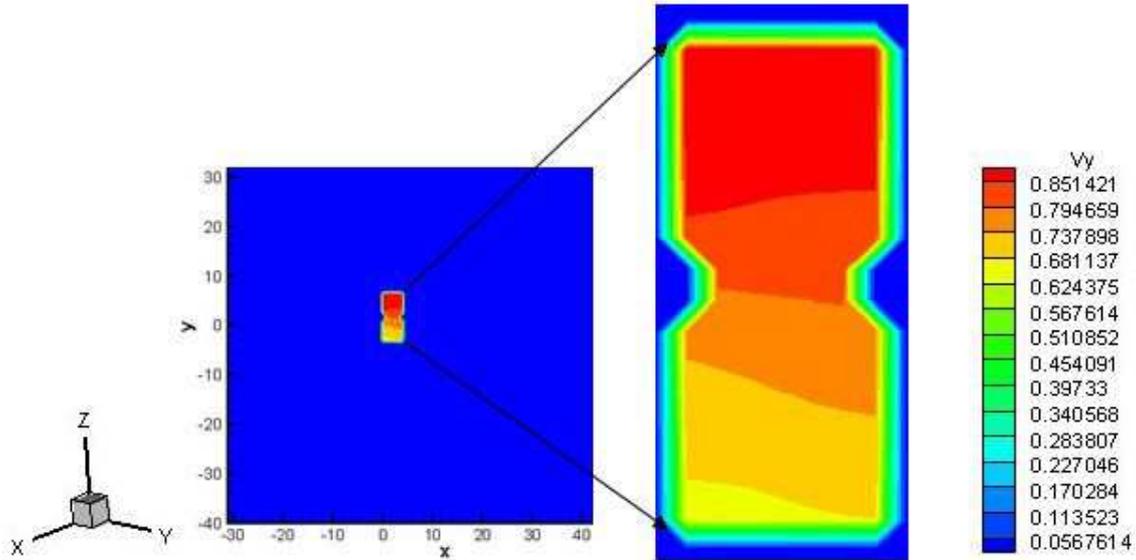


Fig. 46 : Champ de déplacement réalisé à l'aide du logiciel « Tecplot » après 90 s de traction sur éprouvette vieillie pendant 1000 h à 700 °C

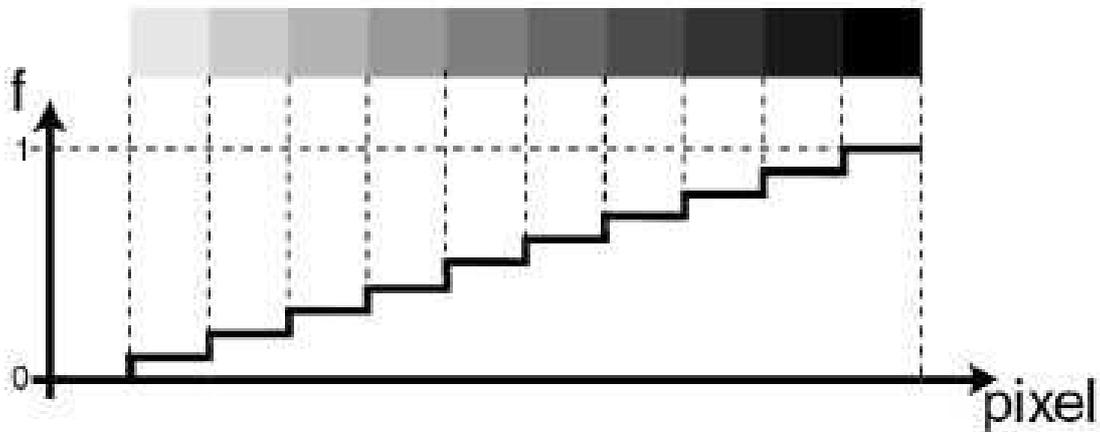


Fig. 47 : image numérique et Pixel

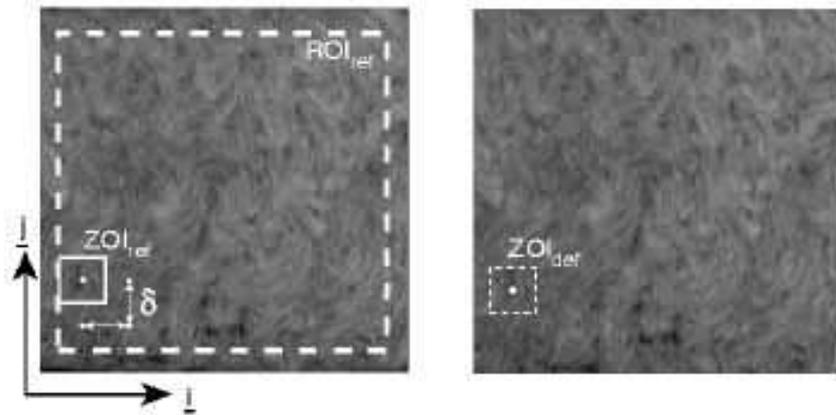


Fig. 48 : Les zones ROI et ZOI

12.4. Logiciel de corrélation d'images « DaVis »

Le logiciel « DaVis » est destiné principalement à effectuer de l'acquisition de données ainsi qu'au traitement de celles-ci (voir Fig. 49). A partir d'une scène vidéo, le logiciel compare deux images successives (les coordonnées des points) et calcule les distances correspondantes, on obtient ainsi un champ de déplacement. A partir du déplacement calculé, on peut aussi obtenir le champ de déformation associé.

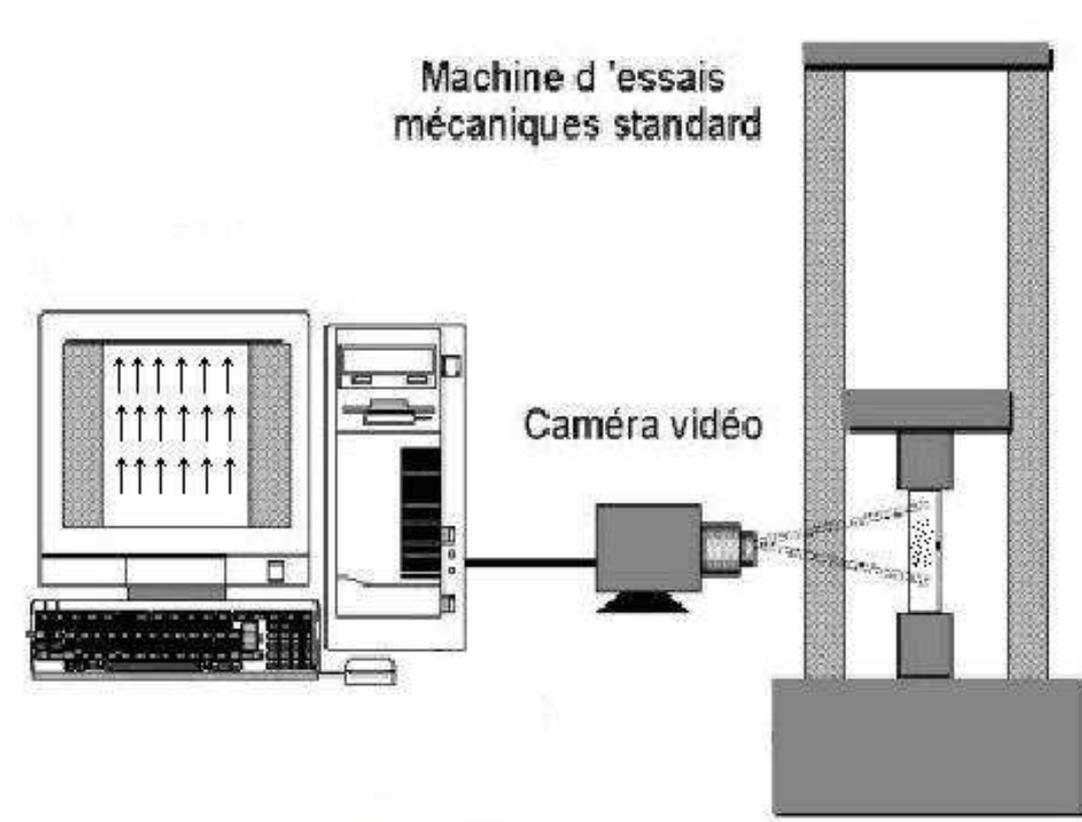


Fig. 49 : Description expérimentale utilisée avec « DaVis »

En pratique ce système mesure la distance qui existe entre deux points sur l'éprouvette pour déterminer la déformation correspondante. Comme nous l'avons déjà mentionné précédemment, le but est de filmer un essai et d'exploiter numériquement ces images. Bien entendu, elles doivent être sans défauts pour ne pas rendre le calcul complexe. Les facteurs qui peuvent perturber l'acquisition d'images sont nombreux, nous citons : la luminosité, l'état de surface de l'éprouvette, l'arrière plan, l'objectif de la caméra, le type de mors et bien entendu les réglages internes du logiciel. (pour plus d'information sur ce logiciel voir [annexe 4](#)).

13. Observation des faciès de rupture au MEB

Afin d'analyser la nature des faciès de rupture pour les deux soudures (Soudure brute - de référence- et soudure vieillie jusqu'à 1000 h), des observations au MEB ont été effectuées. Le but de cette caractérisation est de connaître le lieu d'amorçage des ruptures (microfissures) ainsi que leur mode de propagation.

CHAPITRE III
Caractérisation microstructurale
des soudures

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de la caractérisation microstructurale des soudures (brute et vieilles). Les techniques utilisées dans cette partie de la thèse concernent la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique à transmission (MET), la diffraction des rayons X (DRX) et la microanalyse chimique aux rayons X à dispersion d'énergie (EDX). Ce chapitre est divisé en quatre (04) grands paragraphes :

- ✓ Le premier concerne la caractérisation microstructurale de la soudure de référence (SR), soudure non vieillie. Cette caractérisation regroupe les micrographies optiques et électroniques (MEB et MET). Elle concerne également la microanalyse chimique ponctuelle et avec balayage réalisée sur la même soudure. Un profil chimique du Mo à travers la zone de liaison ZF/MB est présenté dans ce paragraphe

- ✓ Le second paragraphe de ce chapitre regroupe les résultats de la caractérisation des soudures vieilles à 700 °C durant 140 h ,500 h et 1000 h. Dans cette partie du chapitre nous présentons les résultats de la microscopie optique (MO) à travers les micrographies montrant la phase σ comme précipité observé lors de ce traitement. Cette phase a été observée dans les différentes zones des soudures vieilles (ZF, ZAT et MB). Dans ce paragraphe, nous présentons également, les résultats de la microanalyse chimique effectuée sur ces soudures. Les résultats de la microscopie électronique à transmission ainsi que les résultats de l'indexation des diffractogrammes sont également présentés dans ce paragraphe.

- ✓ Le troisième paragraphe est consacré au mécanisme de formation de la phase σ lors du vieillissement à 700 °C.

- ✓ Dans le quatrième et dernier paragraphe de ce chapitre nous expliquons l'absence de précipitation des carbures lors du vieillissement à 700 °C.

1. Caractérisation de la soudure de référence (SR)

1.1. Phénomène d'épitaxie

La continuité métallique au sein de la soudure dans la région séparant la zone fondue du métal de base a été bien illustrée par la microscopie optique. La Fig.50 montre clairement le phénomène d'épitaxie. Ce phénomène selon lequel les cristaux de solidification dans la zone fondue adoptent, en prenant naissance à l'interface (ZF/MB), l'orientation des cristaux du métal solide support [107,108]. A l'échelle de la microstructure, ce phénomène se traduit par le fait que les joints de grains du métal de base traversent sans discontinuité l'interface qui est devenue la zone de liaison (voir la même Figure). Les flèches en noir sur cette figure indiquent le sens d'orientation des grains solidifiés dans la zone fondue. Les grains du métal de base qui ont servi de support pour la solidification dans cette région de la soudure (zone de liaison) semblent continuer leur croissance dans la zone fondue. Ce phénomène peut également être observé au niveau de l'interface séparant deux passes de soudage successives, dans le cas où le réchauffage dû à la passe qui suit ne provoque pas de recristallisation dans la passe précédente.

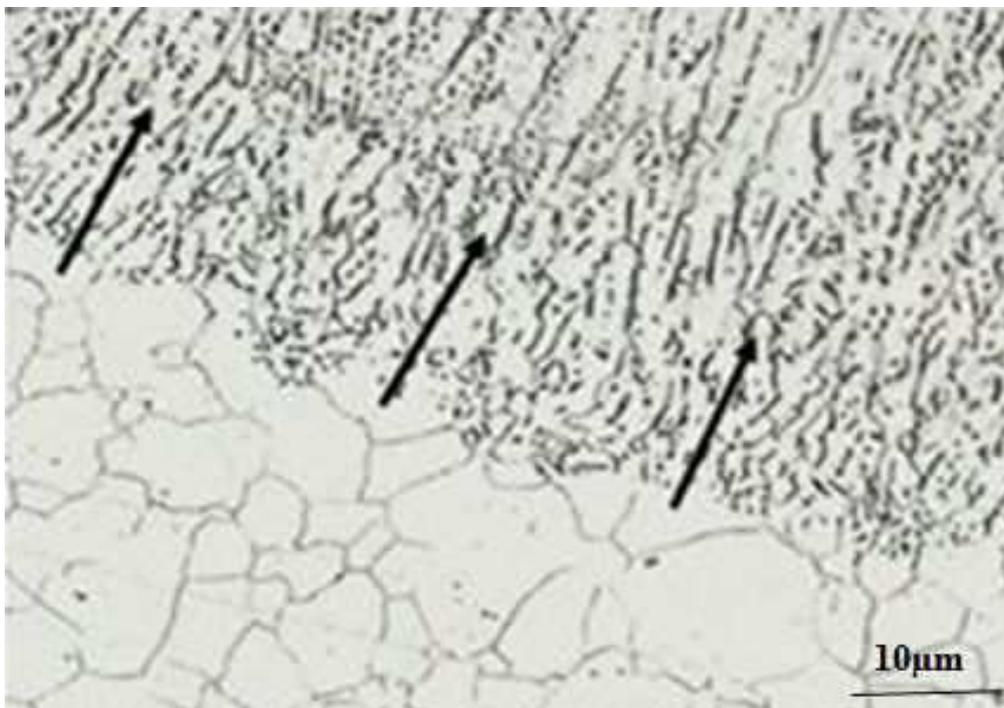


Fig. 50 : Micrographie optique montrant la croissance épitaxiale dans la région de la soudure du 316L séparant la zone fondue du métal de base [65]

1.2. Structure et distribution de la ferrite dans le cordon de soudure

L'examen micrographique de la zone fondue de la soudure brute non traitée (soudure de référence), nous révèle une matrice austénitique regroupant 9.2% de ferrite résiduelle. Par contre, le métal de base contient uniquement 2 à 4% de ferrite. Dans la zone fondue la ferrite est répartie d'une manière aléatoire. Rappelons que cette zone regroupe (03) passes de soudage réalisées à l'arc. A travers ces trois passes et selon les trois directions de l'espace, la ferrite ne présente pas la même morphologie, ni la même teneur (Voir Figs 51, 52, 53). Dans la Fig.51 les micrographies sont prises dans le plan (X, Y) de la soudure c.à.d. dans la direction perpendiculaire au sens du soudage. Elles montrent une différence marquée de morphologie et de taux de la ferrite entre deux passes successives. Le taux de ferrite indiqué pour chaque passe est la moyenne calculée de plusieurs taux dans différentes régions dans ce plan de la zone fondue. La ferrite primaire est de forme dendritique avec de l'austénite entre les dendrites. Cette observation est confirmée par la valeur du rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} (voir Tab.1) calculée pour le métal de base ainsi que pour le métal d'apport qui indique un mode de solidification ferrito-austénitique pour les deux matériaux [1,10, 32, 35, 109,110]. Dans la dernière passe (passe n° 3), nous observons une ferrite de forme allongée piégée entre les grains d'austénite : Durant le refroidissement, lors du soudage de cette passe, la ferrite n'a pas eu assez de temps pour se transformer en austénite. Cette transformation est alors incomplète et la ferrite garde ses dendrites sous forme squelettiques et allongées. Par contre, nous constatons que la structure de la ferrite dans la première passe (passe n° 1) a subi de profondes transformations au cours des passes successives. En effet, sous l'action de la chaleur amenée par le passage des deux passes ultérieures, une partie de cette ferrite s'est transformée en austénite et le réseau ferritique devient fragmenté.

Tab.4 : Taux de ferrite δ dans les différentes passes de la soudure de référence (non vieilles)

Passé	N° 1	N° 2	N° 3
Taux de ferrite δ (%)	7,3	8,9	11,4

L'excès de chaleur conduit également à modifier l'apparence de la ferrite de la forme allongée en une forme plus ou moins globulaire minimisant ainsi l'énergie de surface. En général, cette différence d'aspect morphologique de la ferrite dans la zone fondue est

liée aux conditions locales de refroidissement et des cycles thermiques provoqués localement par les trois passes de soudage. Ces conditions thermiques en l'occurrence une vitesse de refroidissement relativement élevée a provoqué localement une ségrégation chimique intense. Cette ségrégation chimique est l'un des facteurs influant sur le mode de solidification locale ainsi que sur les transformations microstructurales ultérieures [111,112]. Il ya deux facteurs déterminants pour la redistribution des solutés lors de la solidification et par conséquent imposant un mode de solidification : Il s'agit de la vitesse de déplacement de l'interface L/S et le gradient de température G [114].

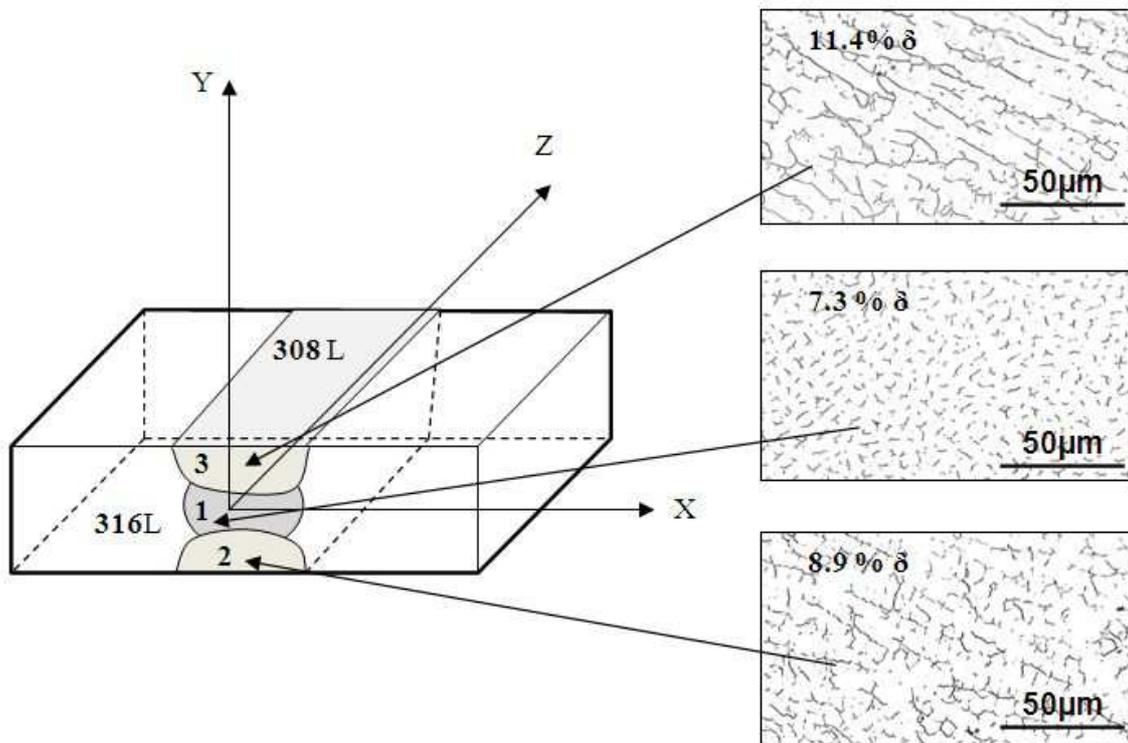


Fig.51 : Micrographies prises dans les différentes passes de la zone fondue dans le plan (XY) de la soudure de référence. Les chiffres (1, 2,3) indiquent la chronologie des passes de soudage

L'hétérogénéité chimique dans la microstructure de la zone fondue des soudures d'aciers inoxydables austénitiques est affectée non seulement par le phénomène de ségrégation chimique lors de la solidification mais aussi par la répartition des éléments chimiques entre la ferrite et l'austénite lors de la transformation à l'état solide $\delta \rightarrow \gamma$ [113,114]. Le Tab. 5 montre l'analyse chimique aux rayons x par dispersion d'énergie (EDX) faite sur la zone fondue de la soudure de référence qui révèle une austénite riche

en Ni (élément gammagène) au moment où cette même analyse nous montre une ferrite riche en Cr (élément alphagène).

Tab. 5 : Composition chimique de l'austénite et de la ferrite en pourcentage massique (wt. %) dans la zone fondue de la soudure de référence (soudure non vieillie)

Désignation	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	Cr _{eq} *	Ni _{eq} *
Ferrite	65,7	23,4	5,2	2,2	3,0	0,7	26,4	5,2
Austénite	65,9	19,5	8,7	2,3	2,5	0,8	22	8,7

*même définition qu'au Tab.1.

Les résultats du Tab.5 montrent une nette répartition du Ni et du Cr entre les deux phases ferritique et austénitique. Cependant, les valeurs de l'équivalent chrome (Cr_{eq}) et nickel (Ni_{eq}) respectivement dans ces zones là, confirment bien les valeurs trouvées pour l'austénite et pour la ferrite dans les aciers inoxydables austénitiques [6].

La Fig.52 montre une micrographie optique prise dans le plan (XZ) de la soudure. Dans ce plan nous observons uniquement la dernière passe. Nous pouvons également observer les traces des fronts de solidification. Compte tenu de la surfusion évolutive en fonction de la vitesse de solidification, et des écarts de température entre transformation à l'échauffement et au refroidissement, où la rapidité de l'évolution thermique ainsi que la présence d'hétérogénéités chimiques exercent une influence primordiale. Ces fronts de solidification ne peuvent être assimilés à des isothermes (sauf aux très faibles vitesses de soudage). Dans cette figure nous constatons deux zones bien distinctes dont la forme du réseau ferritique est nettement différente. Dans la zone A, le réseau ferritique est continu contrairement à celui de la zone B où il est fragmenté. Cette différence d'aspect morphologique de la ferrite dans la dernière passe de la zone fondue est liée aux conditions locales de refroidissement et aux cycles thermiques provoqués localement.

Par ailleurs, la Fig.53 montre une micrographie optique prise à l'intérieur de la zone fondue c.-à-d. sur le plan (YZ). Dans cette figure l'orientation du réseau ferritique est aléatoire, il n'a pas de sens privilégiés. Dans cette région de la soudure, nous avons d'un côté l'influence de la succession des passes et d'un autre côté l'influence des fronts de solidification lors du passage de chaque passe.

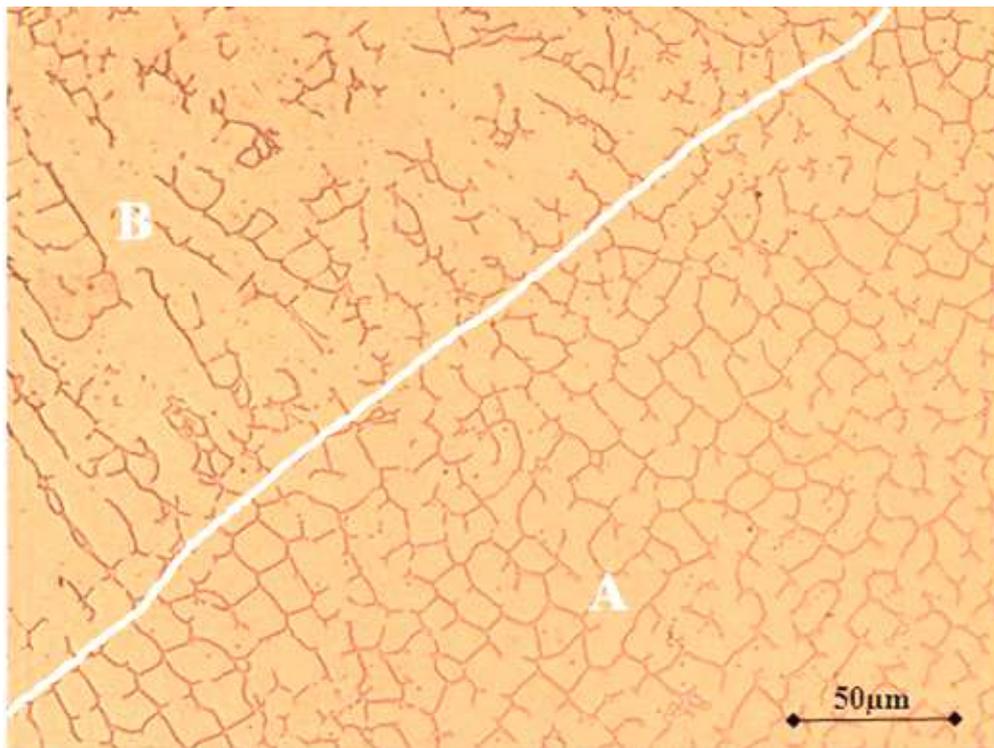


Fig. 52 : Micrographie prise dans le plan (XZ) sur la dernière passe de la soudure de référence

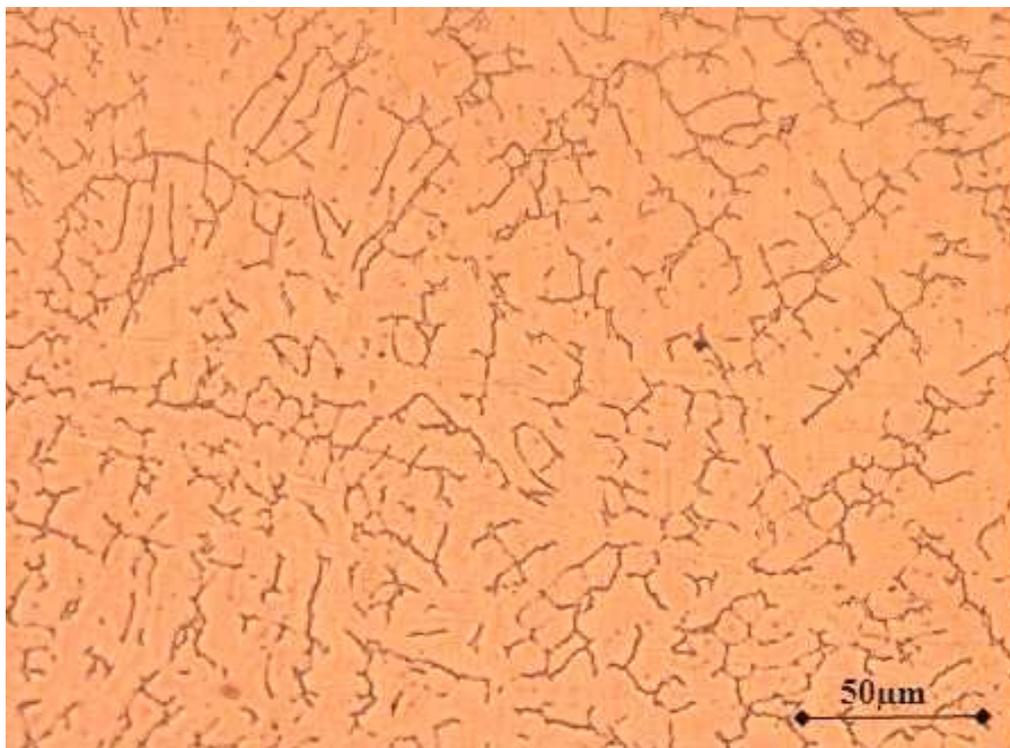


Fig. 53 : Micrographie prise dans le plan (YZ) dans la zone fondue de la soudure de référence

Afin de confronter et confirmer les résultats de la microscopie optique, des observations au microscope électronique à balayage ainsi qu'au microscope électronique à transmission ont été réalisées (voir fig. 54, 55). La Fig. 55 montre clairement la forme squelettique de la ferrite qui est piégée entre les grains de l'austénite. Une microdiffraction au MET a été réalisée au sein de plusieurs régions de la zone fondue. Cette analyse nous a permis de déterminer la nature structurale des différentes phases observées dans la zone fondue de la soudure brute (de référence). La fig.56 montre un diffractogramme réalisé sur la ferrite indiquée dans la fig.54. L'indexation de ce diffractogramme (cliché) à l'aide du logiciel « Electron diffraction » nous a permis de simuler cette indexation (voir Fig.57). L'indexation manuelle faite sur la base de Tables standards confirme les résultats donnés par ce logiciel. La Fig. 58 montre les résultats donnés par le logiciel qui révèle une structure ferritique ayant un paramètre cristallin $a_{\delta} = 2.86 \text{ \AA}$. L'axe de zone donné pour cette structure est $[1\bar{1}3]$. Dans cette figure la coïncidence des taches (spots) simulées avec celles du cliché indiqué dans la Fig. 56 est parfaite.

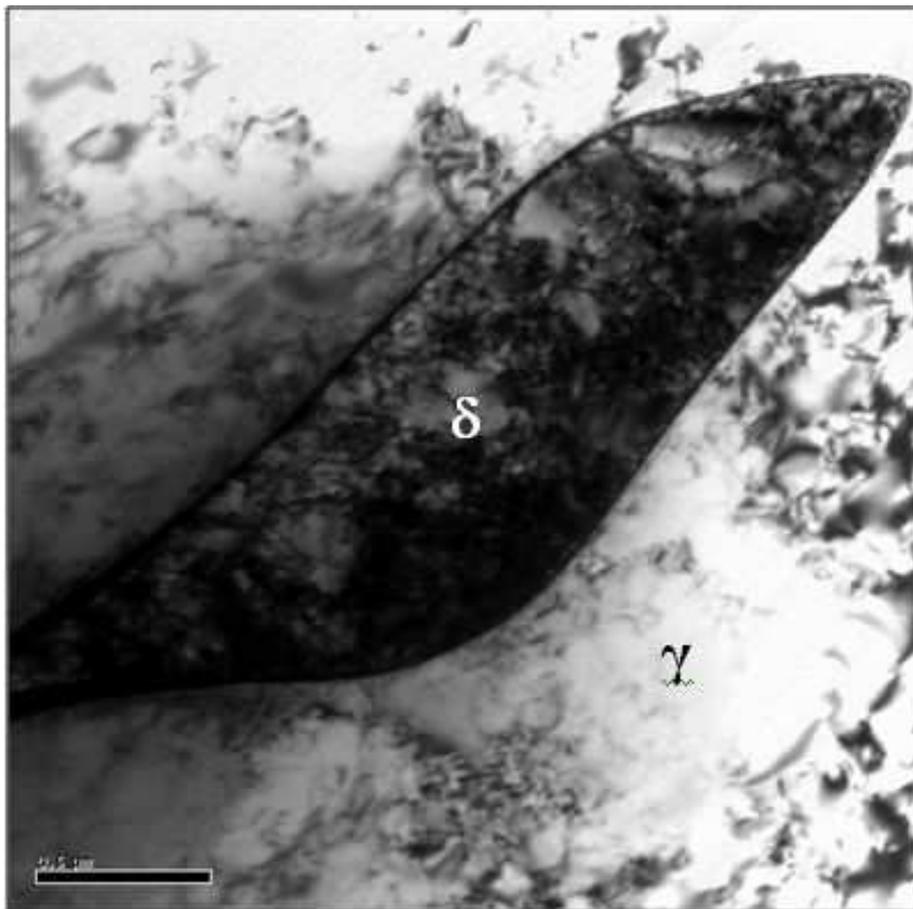


Fig.54 : Micrographie MET en champ sombre montrant la ferrite au sein de la matrice austénitique dans la soudure de référence (soudure non vieillie)

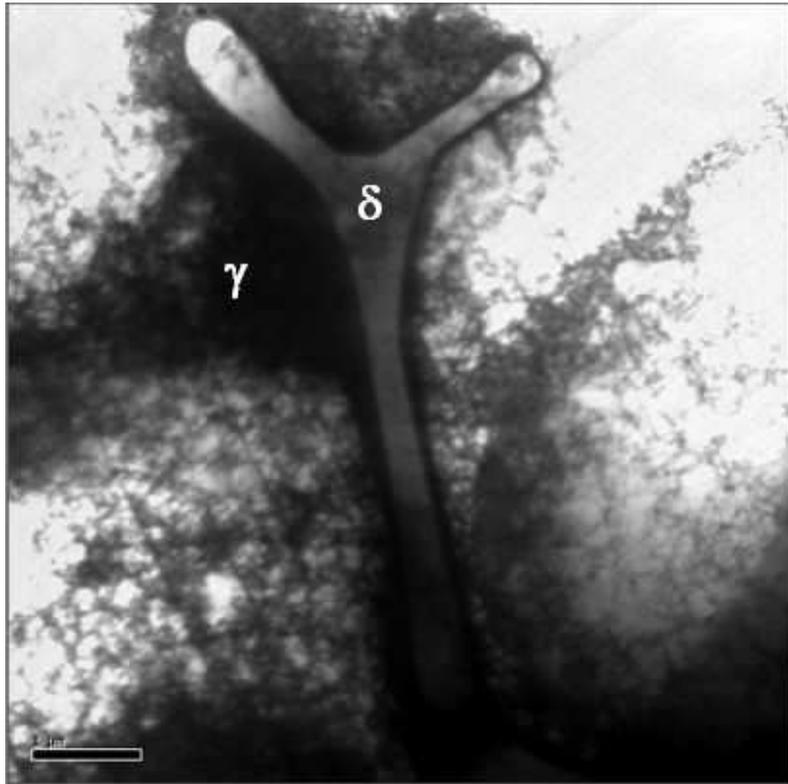


Fig. 55 : Image micrographique (MET) de la ferrite squelettique au sein de la matrice austénitique dans la soudure de référence (soudure non vieillie)

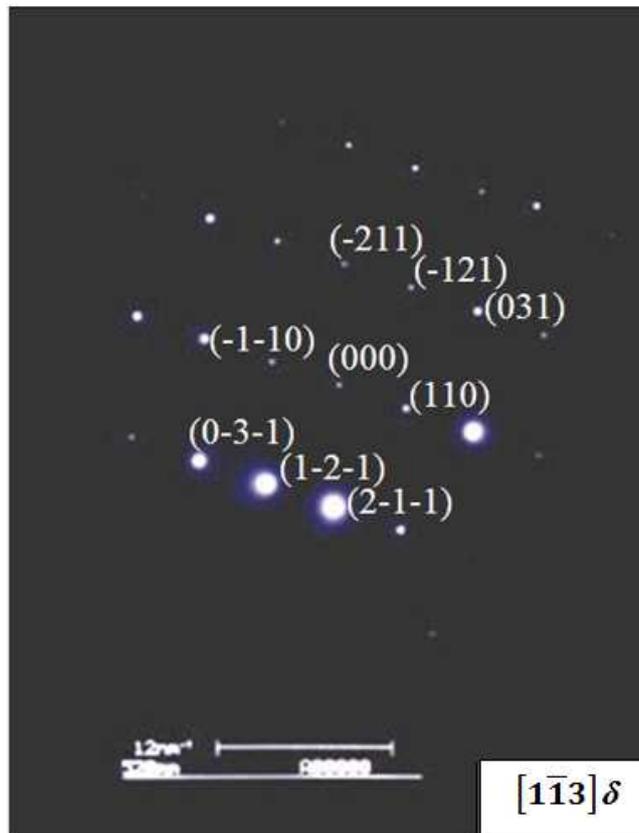


Fig.56 : Micrographie (cliché) MET correspondant au diffractogramme pris dans la soudure de référence sur la ferrite indiquée dans la Fig.54

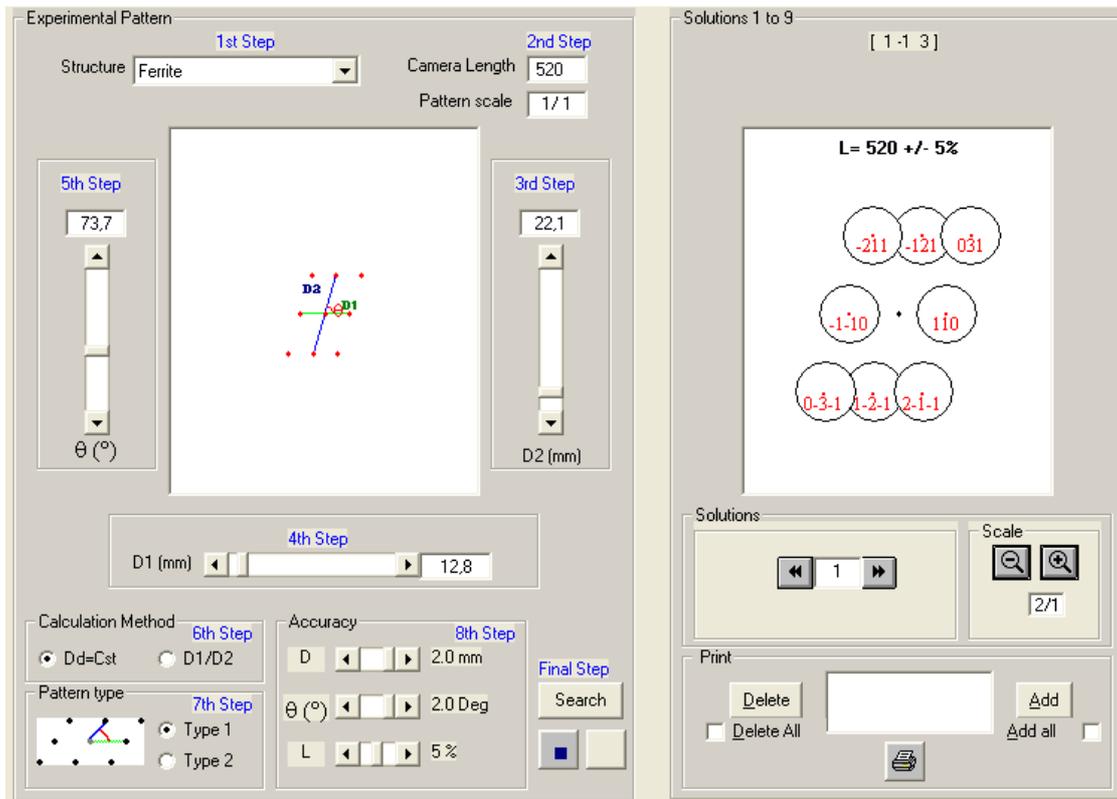


Fig.57 : simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme (cliché) (voir Fig. 56)

La même démarche a été adoptée pour connaître et confirmer la structure de l'austénite dans la soudure de référence. La microdiffraction réalisée au sein de cette structure nous donne le cliché indiqué dans la Fig.59. La simulation de l'indexation de ce cliché s'est faite également grâce au même logiciel (voir Fig.60). L'indexation manuelle et simulée de ce cliché sont en parfaite coïncidence et révèle une structure austénitique ayant un paramètre cristallin $a_\gamma = 3,6 \text{ \AA}$. Elles donnent aussi pour cette structure un axe de zone qui est $[1\bar{1}2]$ (voir Fig.59 et Fig.60).

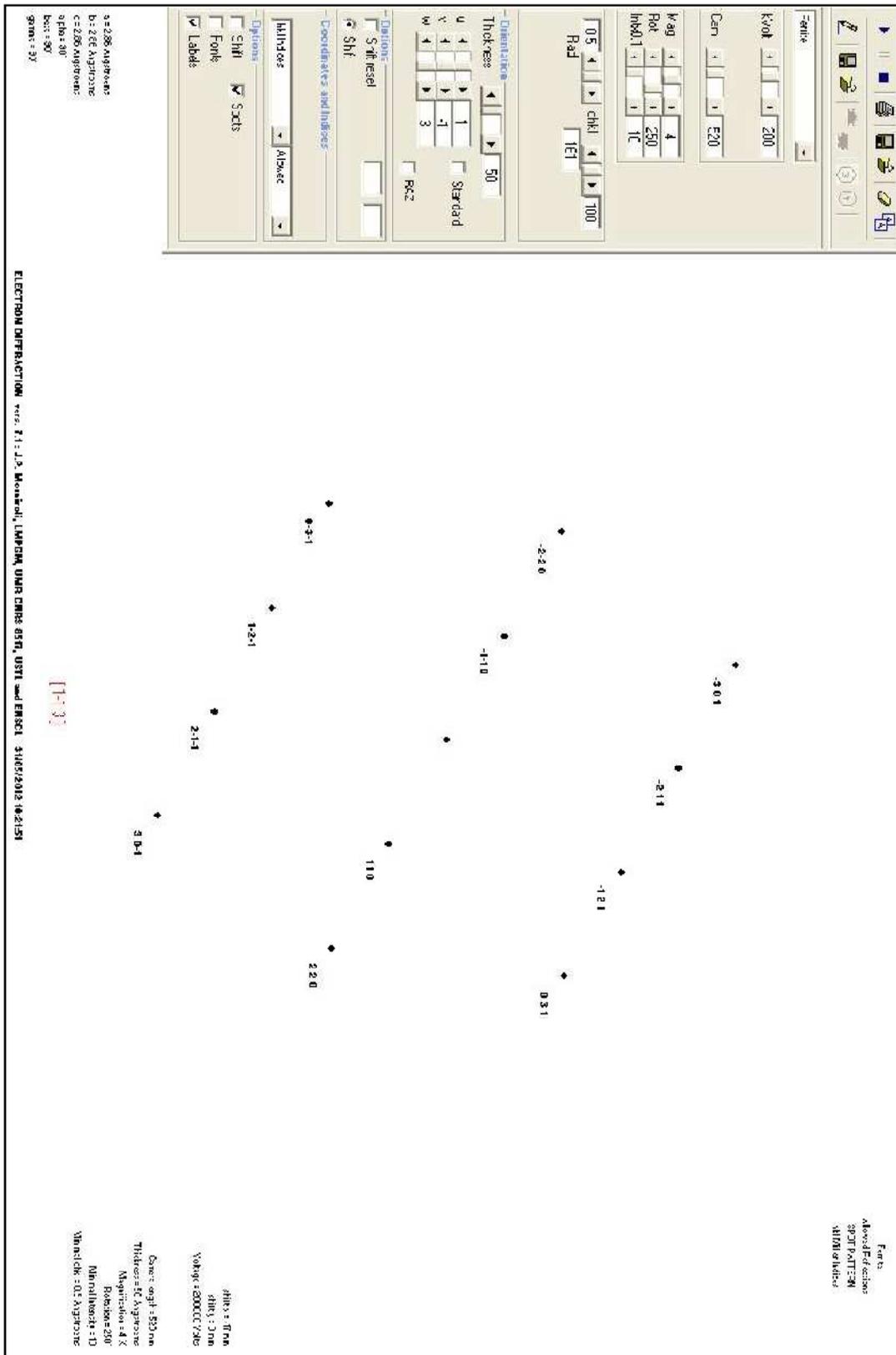


Fig.58 : Résultat de la simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme (cliché) (voir Fig. 56)

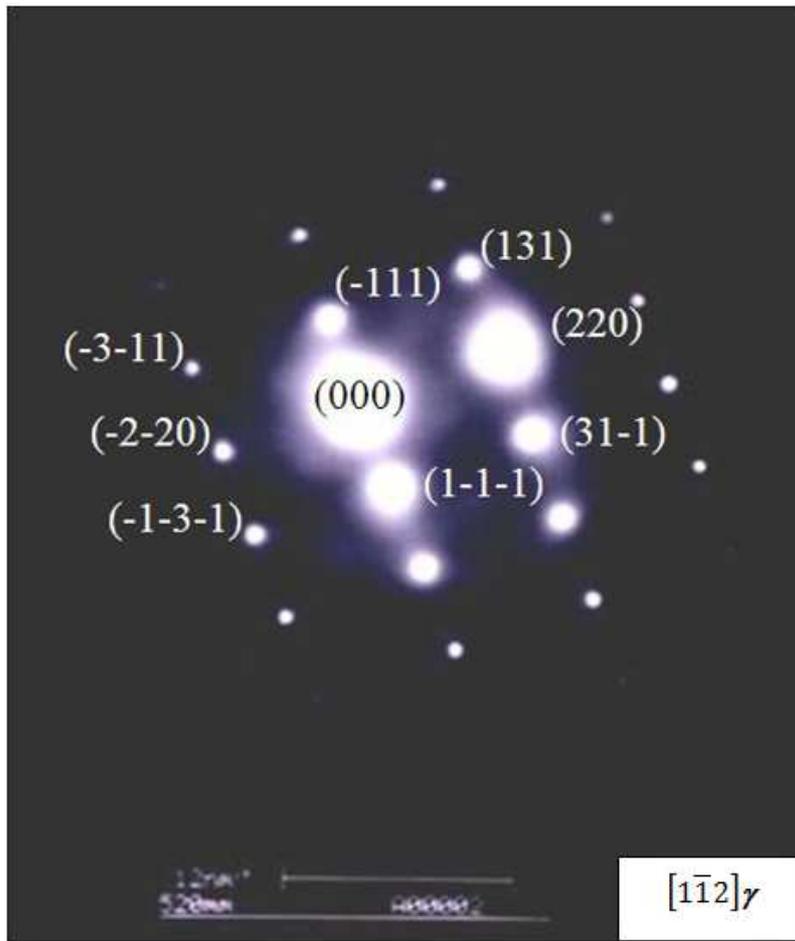


Fig.59 : Micrographie (cliché) MET correspondant au diffractogramme pris dans la soudure de référence sur l'austénite indiquée dans la Fig.54

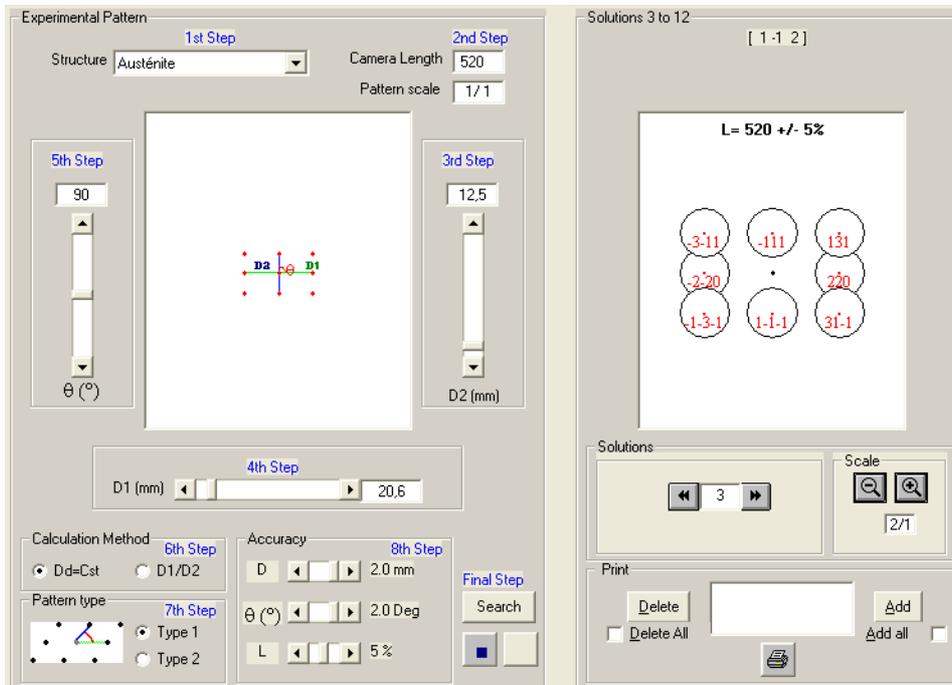


Fig.60 : Simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme réel (voir Fig. 59)

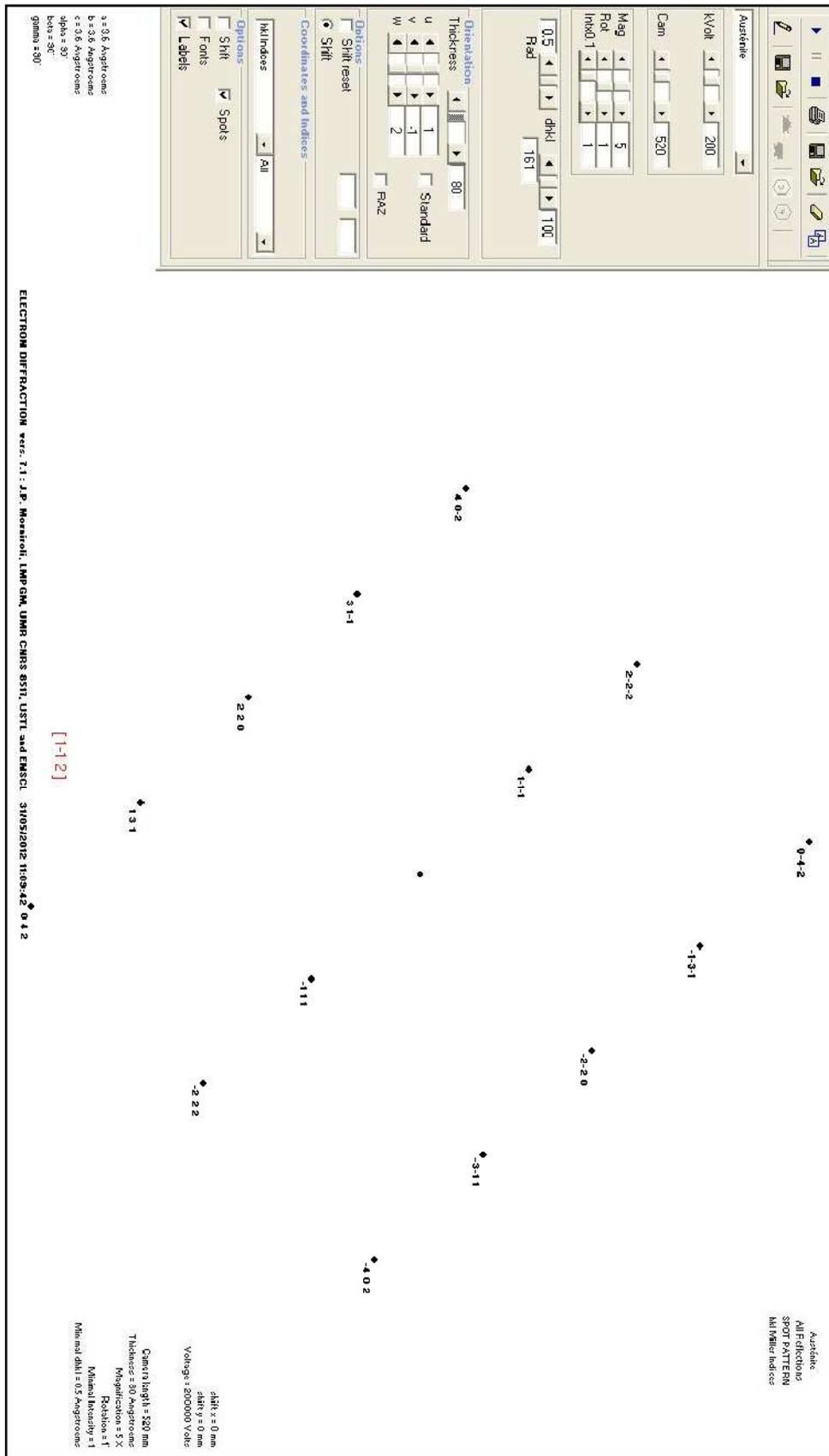


Fig.61 : Résultat de la simulation de l'indexation de la structure indiquée dans le diffractogramme (cliché) (voir fig. 59)

Les images micrographiques prises au MEB montrent une ferrite très sensible aux attaques chimiques comparée à l'austénite (voir Fig.62).

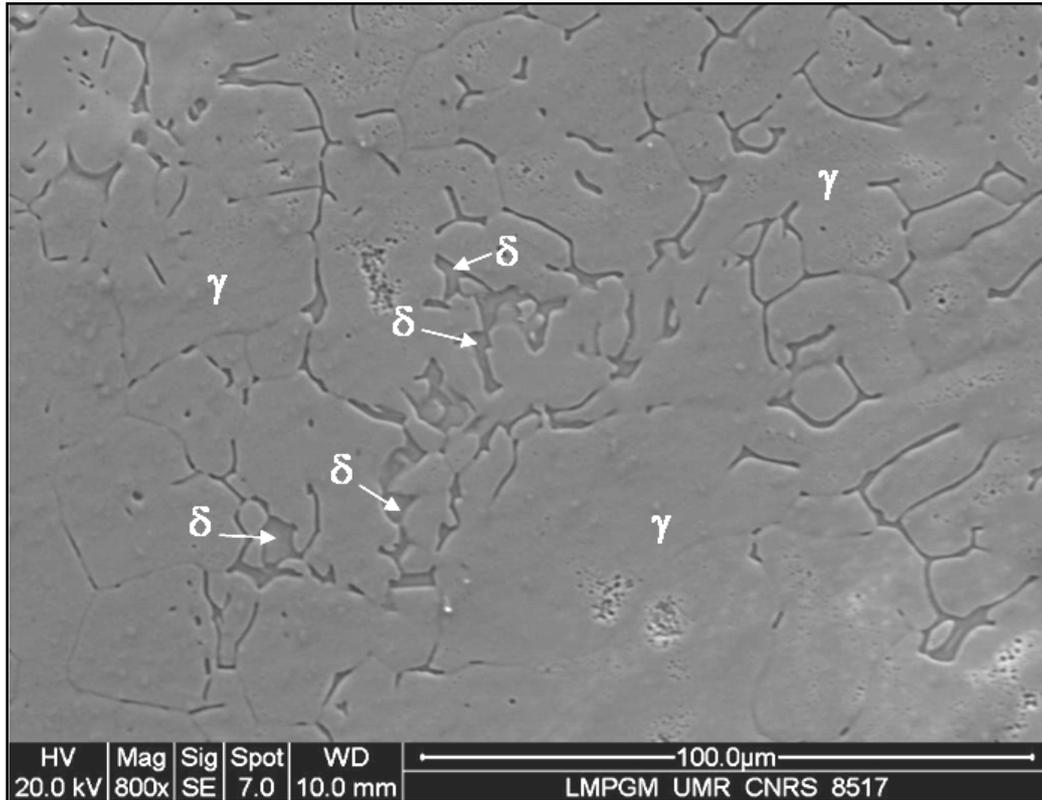


Fig.62 : Ferrite de forme squelettique très attaquée dans une micrographie prise au MEB

1.3. Présence du Molybdène (Mo) dans la zone fondue

Nous constatons dans le Tab. 5 la présence du Mo dans la zone fondue. Cet élément provient des bords du joint soudé c.-à-d. du métal de base (MB) qui est de nuance 316L contenant 1,93% de Mo. Le métal d'apport (MA) lui de nuance 308L ne contient pas de Mo. Le molybdène a fort probablement diffusé à l'état liquide lors du soudage du métal de base vers la zone fondue [115]. La dilution du métal de base lors du soudage a permis la fusion d'une partie des bords du joint de soudure d'où la présence de cet élément dans la zone fondue [117,118]. La Fig. 63 montre la distribution de cet élément dans la direction transversal (XY) de la soudure proche de la ZF. Il apparaît clairement que cette zone s'est enrichie en Mo. Les limites de la technique de l'EDX utilisée dans cette évaluation sont à soulignées. Cette figure montre aussi que la teneur de cet élément décroît graduellement de la zone de liaison -séparant le métal de base de la zone fondue – vers le centre de cette dernière. Par ailleurs, cette teneur est très faible (0,04Wt%) dans la région périphérique de la zone fondue c.-à-d. dans la zone de liaison. Cet

appauvrissement en Mo est peut être la cause des piqures de corrosion constatées aux abords de la soudure (voir Fig. 64).

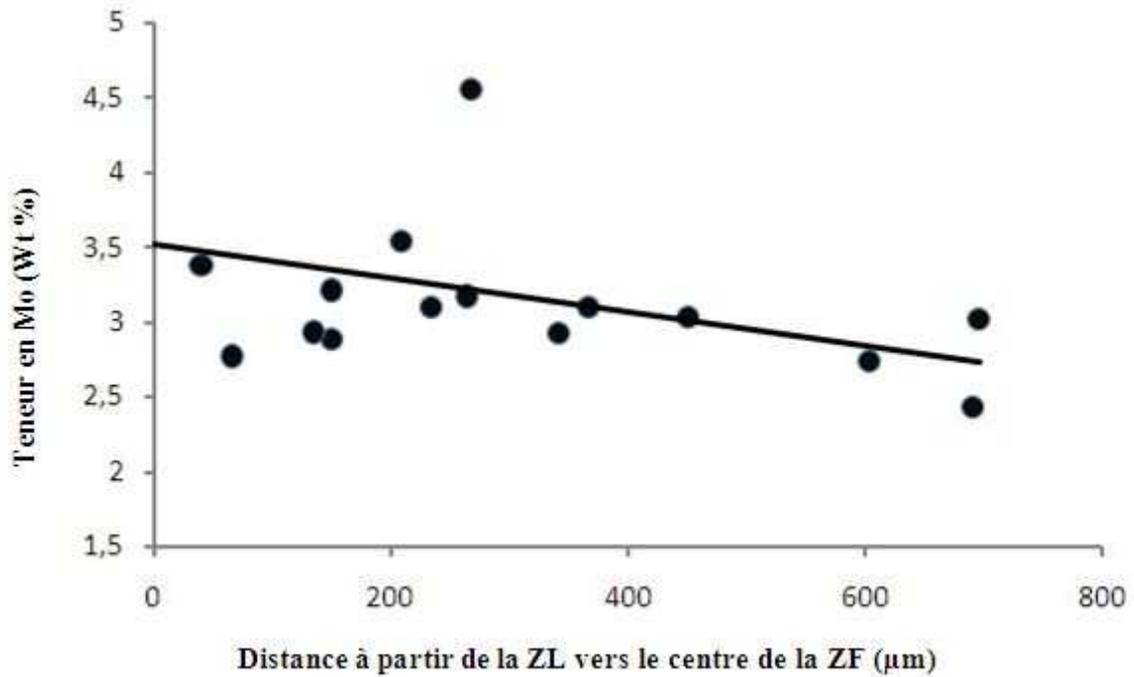


Fig.63 : Distribution du Molybdène dans la zone fondue de la soudure de référence (soudure non vieillie)

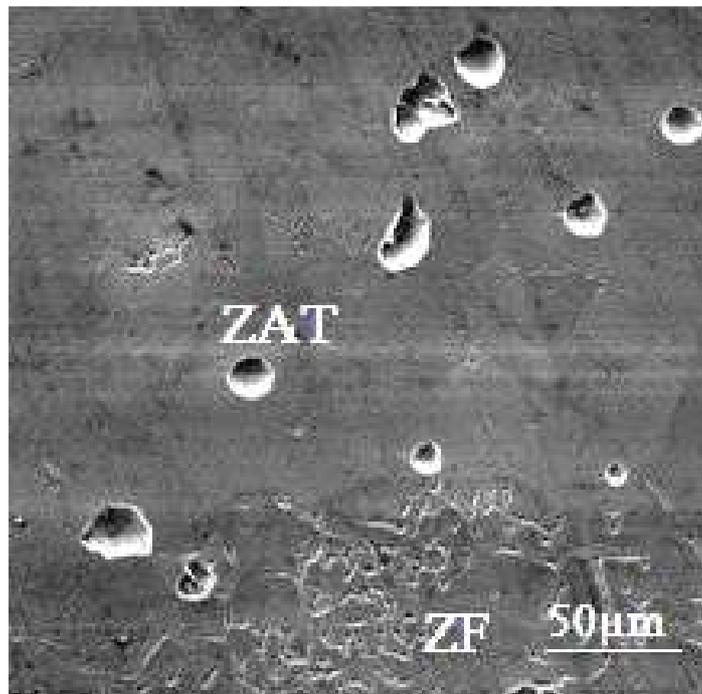


Fig. 64 : Localisation de piqures de corrosion au niveau de la zone affectée thermiquement (ZAT) proche de la zone de liaison (ZL) séparant la zone fondue du métal de base

2. Caractérisation des soudures vieilles à 700 °C

2.1. Précipitation dans la zone fondue (ZF)

Après 140 h de maintien, nous avons constaté la présence de particules relativement riches en Cr et en Mo, de taille relativement faible de l'ordre de quelques microns (voir Fig. 65, Fig.66 et Tab. 6). L'attaque électrolytique à l'hydroxyde de sodium (20% NaOH) avec une tension de 2 volts pendant 5 secondes à température ambiante, nous a permis de différencier par la couleur la phase σ de la ferrite δ . En microscopie optique, la ferrite δ apparaît en couleur bleu-gris et la phase σ en couleur brun- orange (voir Fig. 65).

Le Tab. 6 regroupe les résultats de l'analyse chimique réalisée à l'EDX dans la zone fondue de la soudure vieillie durant 140 h à 700 °C (voir Fig. 66 et Tab. 6). Ces résultats montrent une phase σ contenant en pourcentage massique (wt%) 21,73 et 9,71 respectivement de Cr et de Mo. Des résultats similaires ont été trouvés dans la littérature [6]. L'histoire thermique locale lors du soudage est la cause de la ségrégation chimique. Cette dernière a conditionné la cinétique de formation de la phase σ . La précipitation de cette phase après un court séjour à 700 °C (140 h) est à souligner. Le temps d'apparition de phases intermétalliques tel que la phase σ est beaucoup plus variable. En général, dans la littérature les temps indiqués pour sa précipitation sont relativement long.

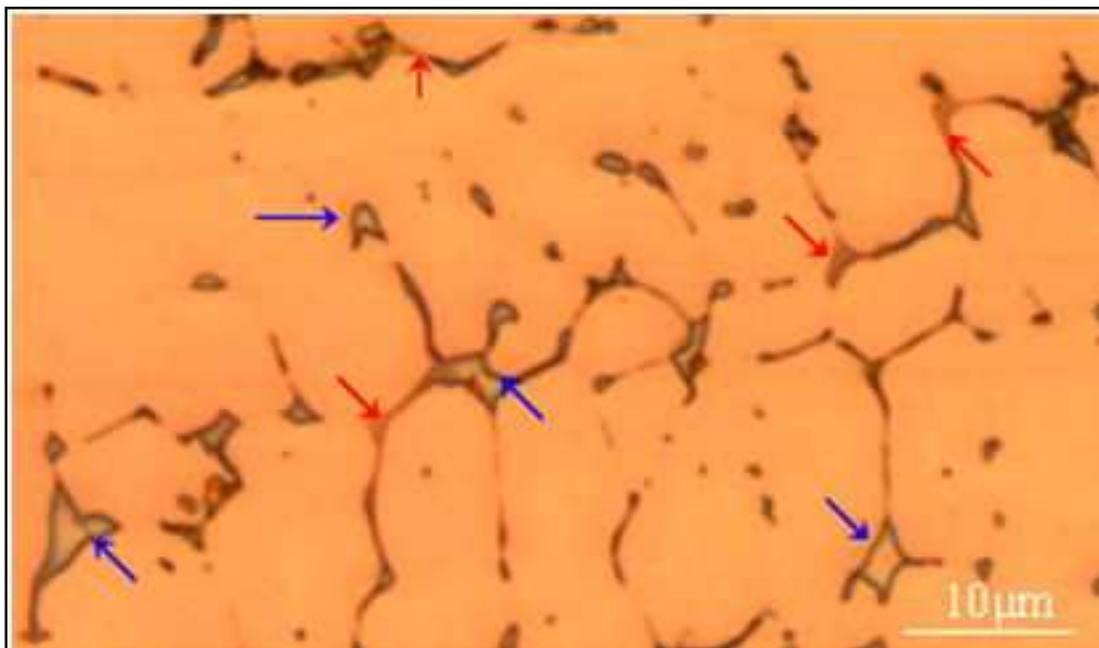


Fig. 65 : Micrographie optique prise sur la passe n°2 de la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C. Les flèches rouges et bleues indiquent respectivement la phase σ et la ferrite δ

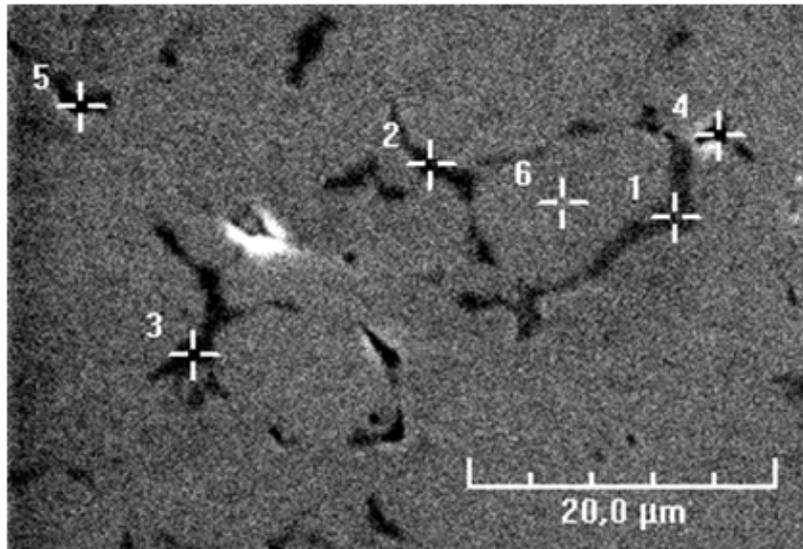


Fig.66 : Micrographie prise en électron rétrodiffusés (BSE back scattered electron) de la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C

Tab.6 : Résultats de l'analyse à l'EDX de la phase δ , σ et la phase γ contenues dans la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C. Les points numérotés indiquent la localisation de la microanalyse chimique dans la Fig. 66

Zone	Elément (wt. %)		
	Cr	Ni	Mo
Point 1 (δ)	25,10	4,37	2,51
Point 2 (δ)	25,79	3,78	3,48
Point 3 (δ)	23,94	5,01	3,87
Point 4 (δ)	22,10	5,70	4,33
Point 5 (σ)	21,73	4,40	9,71
Point 6 (γ)	18,22	9,61	2,40

Des auteurs comme Mathew et ses collègues en 91 [23] ont montré qu'à 600°C, 50% de la ferrite est transformée après 1000 heures. D'autres comme Gill et ses collègues en 89 [68] dans le cadre d'un vieillissement de 5000 heures à 500 °C, observent un réseau presque continu de carbures très fins le long du joint γ/δ . Rappelons que la précipitation des carbures se fait généralement en premier stade. Ces mêmes auteurs, pour un vieillissement de 5000 heures à 700°C cette fois, observent un réseau presque continu de phase σ le long du joint γ/δ . En revanche pour un même temps de vieillissement à

600°C, ils observent de gros îlots de phase σ entourés de fins carbures en régression ; il n'y a plus de continuité de réseau pour la phase σ . D'autres encore [80] ne trouvent de la phase σ qu'après 3800 heures de fluage à 600°C sous charge. Rappelons, dans ce cas de figure, que le vieillissement sous charge accélère la précipitation de cette phase. Il y a aussi des auteurs comme Farrar et ses collègues en 85 [67] qui ont étudié le vieillissement d'une nuance 17-8-2, à 600°C et pendant les 20000 premières heures, ils n'ont observé que des carbures suivis de la formation d'une phase intermétallique χ plutôt que σ . Donc, nous remarquons bien que cette phase n'apparaît en général qu'après de longues durées.

Les Fig. 67, Fig.70 et Fig.71 montrent qu'après un long maintien à 700 °C (500 h et 1000 h), presque la totalité des grains de la ferrite sont transformés. Après 1000 h de maintien, le réseau de la phase σ qui a envahie les régions ferritiques s'est transformé en particules arrondies (voir Fig. 71). Cette sphéroïdisation est due au phénomène de minimisation de l'énergie de surface au niveau de la phase σ et l'apparition de l'austénite secondaire « γ_2 » [73]. Dans ces figures, nous constatons que seule la ferrite s'est transformée durant le vieillissement à 700 °C. Les grains ferritiques sont remplacés par la phase σ et l'austénite secondaire « γ_2 ». Par contre les grains austénitiques paraissent plus stables lors du maintien à cette température.

Les résultats de l'analyse chimique ponctuelle réalisée au niveau de la phase σ indiquée dans la Fig.67 sont donnés dans la Fig.68. Ces résultats montrent une phase σ riche en Cr et en Mo. Elle est de nature chimique Fe-Cr-Mo. Un balayage à l'EDX a été effectué transversalement à cette particule (Voir Fig. 67). Les résultats de ce balayage sont montrés dans le schéma indiqué dans la Fig.69. La distribution des éléments chimiques (Cr, Ni, Mo) au voisinage de la phase σ est représentée dans cette figure. La composition des grains d'austénite γ n'est pas affectée par le vieillissement; elle reste identique à celle de l'austénite du métal de base. A l'approche du précipité σ , les teneurs en Cr et Ni diminuent alors que celle du Mo augmente légèrement : le domaine correspond à de l'austénite secondaire (γ_2). Comparée au reste de la matrice, la phase σ est enrichie en éléments alphas (Cr et Mo) et appauvrie en Ni. La ferrite non transformée contient en moyenne les teneurs de la ferrite avant vieillissement.

L'austénite secondaire se forme à l'interface γ/σ sous forme d'un film mince d'une épaisseur d'environ $1\mu\text{m}$ dans le cas de la soudure vieillie pendant 500 h.

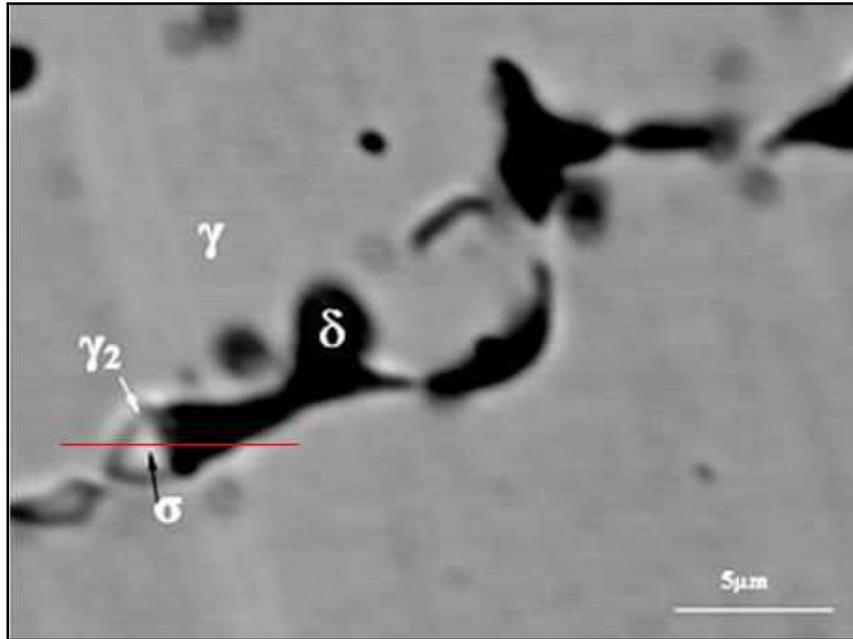


Fig.67 : Micrographie prise en électron rétrodiffusés (BSE back scattered electron) dans la soudure vieillie pendant 500 h à 700 °C montrant les particules de la phase σ occupant le réseau ferritique. La nouvelle austénite (γ_2) se trouve entre la phase σ et l'austénite mère (γ)

Les Fig. 65-67, et les Fig. 70,71 illustrent la précipitation de la phase σ , qui reste localisée dans le réseau de ferrite dans la zone fondue, après un vieillissement prolongé à 700°C. La valeur du $\text{Cr}_{\text{éq}}$ estimée à partir de la formule de Hull [118] est de 29,1 et 31,5 respectivement pour la ferrite non vieillie et celle vieillie pendant 500 h à 700 °C. Ces résultats confirment la tendance à la décomposition de la ferrite δ qui croit avec le temps de maintien à cette température.

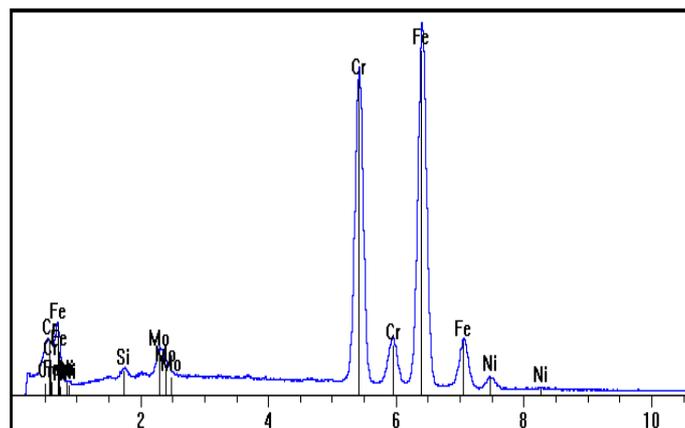


Fig. 68 : Analyse chimique ponctuelle de la phase σ indiquée dans la Fig.67.
Composition pondérale : Fe = 56 ; Cr = 32,5 ; Ni = 2,2 ; Mo = 6,5 ; Si = 1,0 ; Mn = 1,5

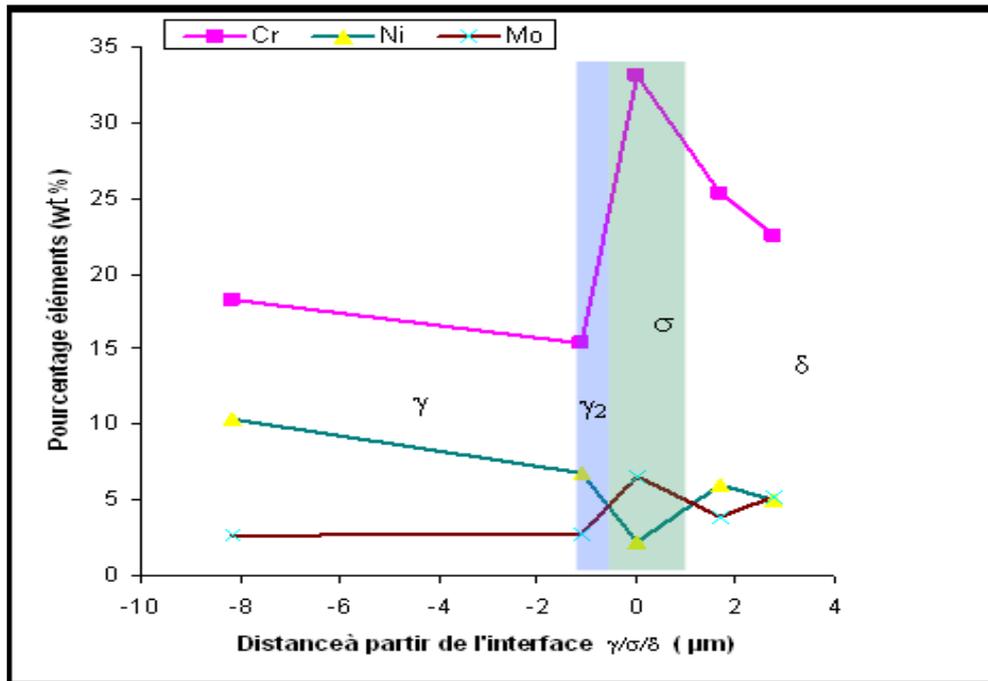


Fig.69 : Profil chimique des éléments Cr, Ni et Mo au voisinage de la phase σ dans la soudure vieillie durant 500 h à 700 °C tout le long du tracé rouge indiqué dans la Fig.67

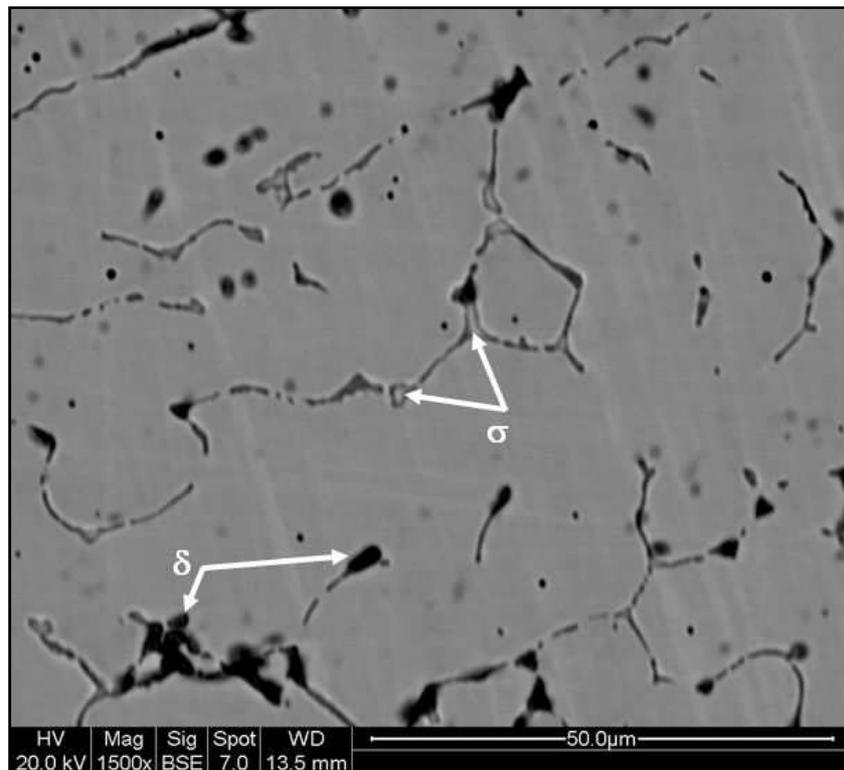


Fig.70 : Micrographie prise en électron rétrodiffusés (BSE) dans la soudure vieillie pendant 500 h à 700 °C. La phase σ précipite dans le réseau ferritique

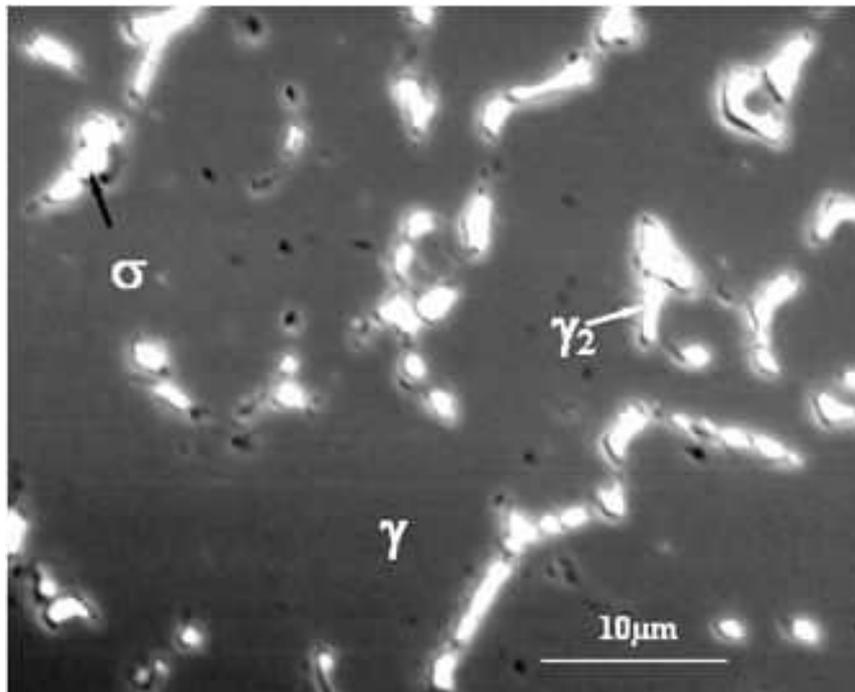


Fig.71 : Micrographie (MEB) dans la soudure vieillie pendant 1000 h à 700 °C. Il ya sphéroïdisation de la phase σ

Hull propose une formule de $Cr_{\text{éq}}$ pour estimer la tendance à la décomposition de la phase δ . Cette formule est la suivante :

$$Cr_{\text{éq}} = Cr + 0,31Mn + 1,76Mo + 0,97W + 2,02V + 1,58Si + 2,44Ti + 1,70Nb + 1,22Ta - 0,266Ni - 0,177Co \quad [118]. \quad (10)$$

Tab.7 : Composition chimique de la ferrite dans la soudure de référence et celle vieillie durant 500 h à 700 °C

Elément	Cr	Mo	Ni	Mn	Si
Ferrite (SR)	23,4	3,0	5,2	2,2	0,7
Ferrite (500h)	21,9	4,9	5,2	2,0	1,0

La valeur du $Cr_{\text{éq}}$ de la ferrite dans la soudure de référence et de celle vieillie durant 500 h à 700 °C est égale à :

$$Cr_{\text{éq}} (\text{SR}) = 23,4 + 0,31 \times 2,2 + 1,76 \times 3 + 1,58 \times 0,71 - 0,266 \times 5,2 = 23,4 + 0,682 + 5,28 + 1,1218 - 1,3832 = \mathbf{29,10} \quad (11)$$

$$\text{Cr}_{\text{eq}} \text{ (500 h)} = 21,96 + 0,31 \times 2,03 + 1,76 \times 4,92 + 1,58 \times 1,02 - 0,266 \times 5,17 = 21,96 + 0,6293 + 8,6592 + 1,6116 - 1,37522 = \mathbf{31,48} \quad (12)$$

En accord avec l'estimation du Cr_{eq} au moyen de la relation de Hull [118], la phase σ privilégie les zones riches en Cr et en Mo. Suivant cette formule et les données du Tab. 5, l'enrichissement en Cr et en Mo des zones de ferrite l'emporte très largement sur leur appauvrissement en Mn et Si qui sont d'autres éléments favorisant la formation de la phase σ [119].

L'analyse par diffraction des rayons X a été également utilisée pour étudier l'évolution microstructurale au sein de la zone fondue de la soudure de référence ainsi que celles des soudures vieilles (voir Fig. 72). Comme mentionné précédemment, la soudure de référence contient une matrice majoritairement austénitique avec une faible teneur en ferrite. La disparition progressive des raies $(110)\delta$ et $(211)\delta$ prouve la décomposition de cette phase lors du vieillissement. Cependant et tenant compte des résultats de travaux récents [73], l'accroissement du pic de diffraction $(222)\gamma$ de l'austénite avec le temps de vieillissement (voir Fig.72) ne peut être attribué qu'à la formation de l'austénite secondaire γ_2 . La limite de cette technique, ne nous a pas permis de détecter la faible teneur de la phase σ après 140 h de vieillissement. A partir de 500 h, de fines raies $(222)\sigma$ et $(421)\sigma$ sont apparues prouvant la croissance de la phase σ avec le temps du vieillissement. Le paramètre cristallin de l'austénite calculé à partir de ces résultats diminue légèrement après vieillissement jusqu'à 1000 h. Il est de 3,5945 Å pour la soudure non vieillée et il devient 3,5904 Å après vieillissement. Cette diminution du paramètre cristallin de l'austénite est due à la formation de la phase σ . Cette dernière a causé un appauvrissement en Cr et en Mo dans la matrice. D'un autre côté et durant la même durée de vieillissement, la raie (pic) $(222)\gamma$ appartient à l'austénite secondaire [73]. Le paramètre cristallin calculé pour cette austénite est de 3,5922 Å. Il est largement supérieur à celui de l'austénite mère (celui de la matrice) qui est de 3.5904 Å. La formation et la croissance de cette nouvelle austénite dans les grains ferritiques est probablement due à l'appauvrissement en Mo de cette ferrite suite à la transformation : $\delta \rightarrow \sigma$. Sa composition chimique diffère de celle de l'austénite mère. Elle contient plus de Cr et plus de Mo, - éléments alphas- que l'austénite mère. Cette différence dans la composition chimique confirme bien l'accroissement de son paramètre cristallin. Cependant, et tenant compte de son origine, l'austénite secondaire γ_2 se trouve bien entre la phase σ et l'austénite mère (l'austénite de la matrice).

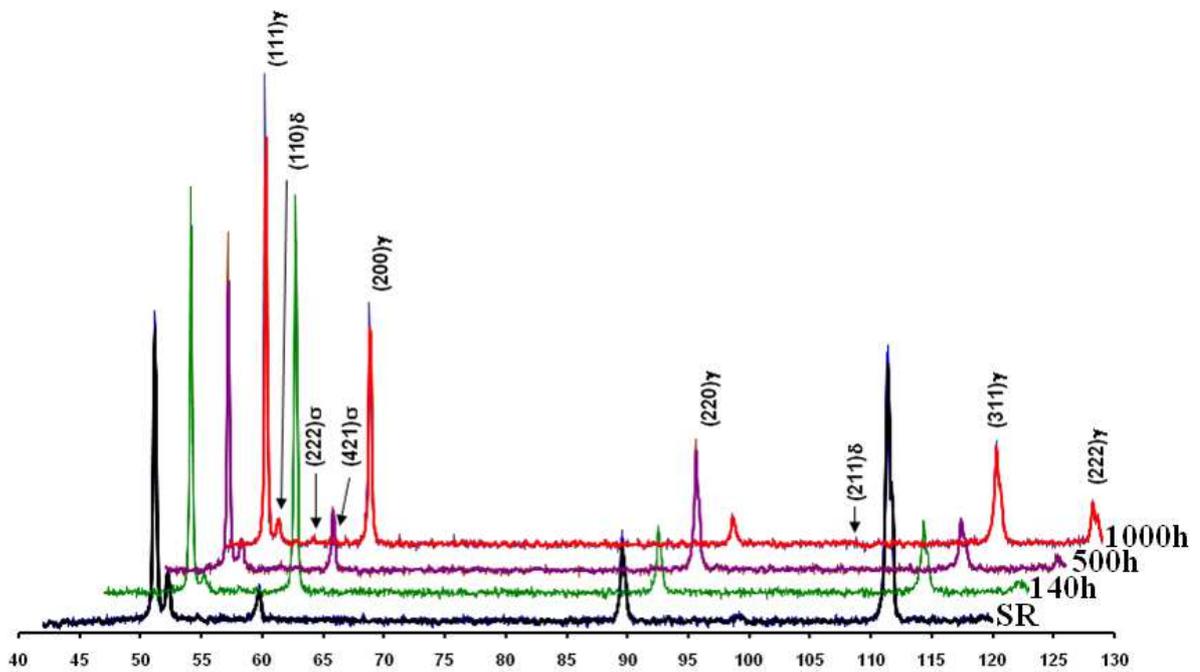


Fig. 72 : Diffractogrammes des rayons X pris au sein de la zone fondue de la soudure de référence (SR) et de celles vieilles à 700 °C durant 140 h, 500 h et 1000 h.

Les observations en microscopie électronique à transmission confirment ces résultats (MO, MEB et DRX). Toutes les microdiffractions réalisées dans les régions séparant l'austénite des précipités (σ dans notre cas) montrent que c'est la ferrite qui s'est décomposée (voir Fig. 73 et Fig.74) et prouvent que seule cette phase s'est transformée lors du vieillissement. L'indexation du cliché confirme bien la nature des précipités (voir Fig. 75). Il s'agit d'une phase σ de structure cristalline tétragonale avec des paramètres cristallins $a = 8,695 \text{ \AA}$ and $c = 4,456 \text{ \AA}$ ($c/a = 0,512$). Il est important de souligner que ces résultats confirment bien ceux donnés pour $\sigma(\text{FeCr})$ ou bien $\sigma(\text{FeCrMo})$ – avec un rapport $c/a = 0,516$ et $c/a = 0,517$ respectivement comparé à celui de $\sigma(\text{FeMo})$ qui est de 0,522 [120, 121]. La composition chimique de la phase σ (voir Tab. 6) montre bien sa nature FeCrMo. La Fig. 75 montre que les axes de zone $[22\bar{1}]_{\sigma}$ et $[011]_{\gamma}$ sont parallèles. Nous constatons l'absence de précipitation d'autres phases telles que : carbures de chromes plus particulièrement M_{23}C_6 , phase η et phase χ . Ces précipités ont été largement abordés dans les travaux de [4, 6]. Dans les aciers inoxydables austénitiques, la précipitation des carbures est nettement plus rapide que celle des phases intermétalliques [6].

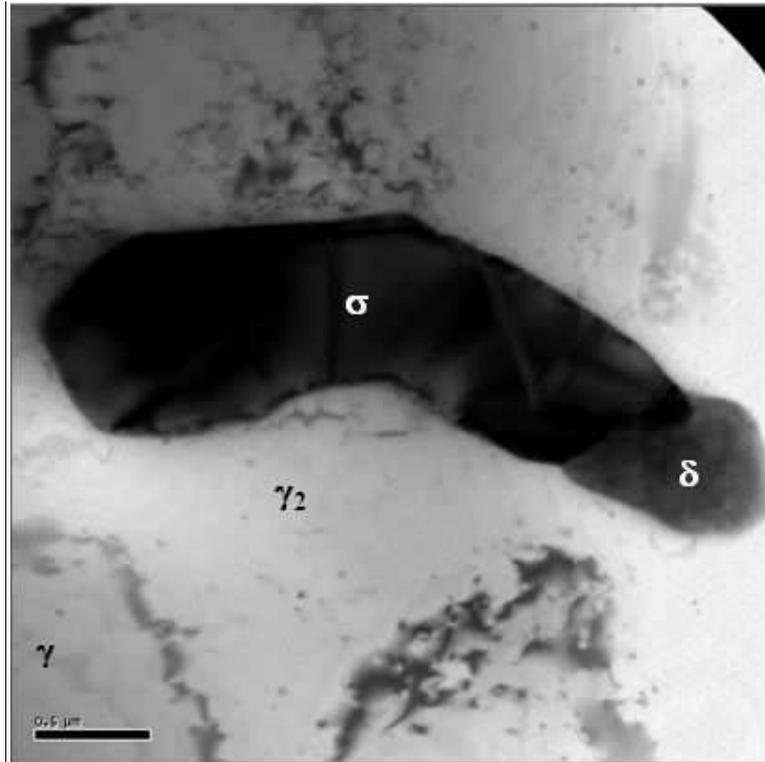


Fig. 73 : Micrographie prise au MET montrant la précipitation de la phase σ dans la ferrite avec la présence de l'austénite secondaire (γ_2) dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C

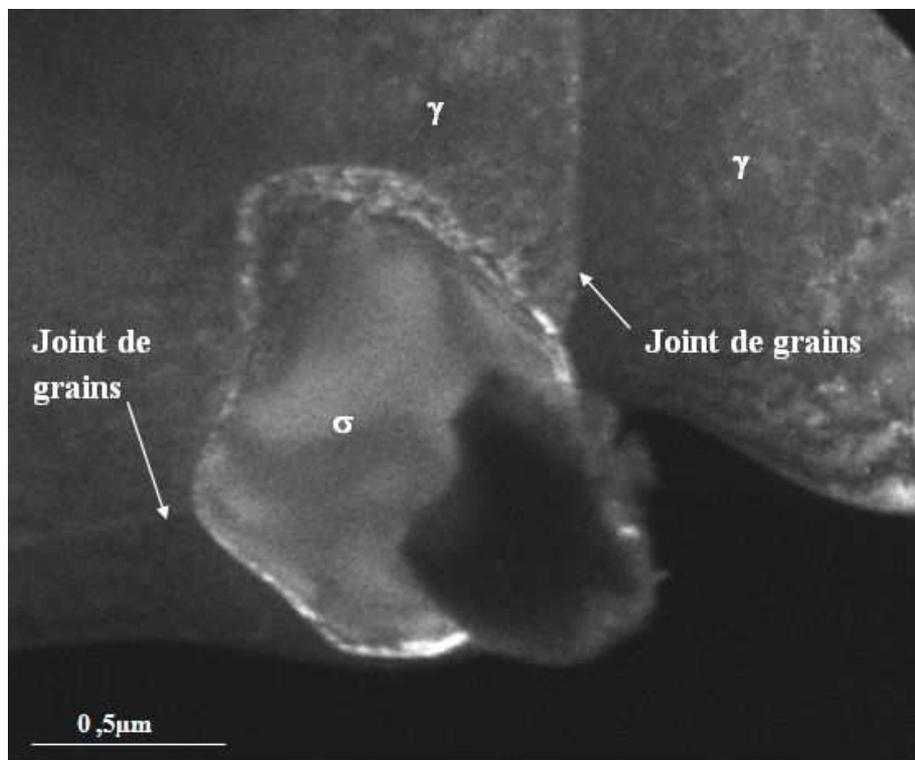


Fig .74 : Image en champ sombre prise au MET de la phase σ dans la soudure vieillie à 700 °C pendant 1000 h

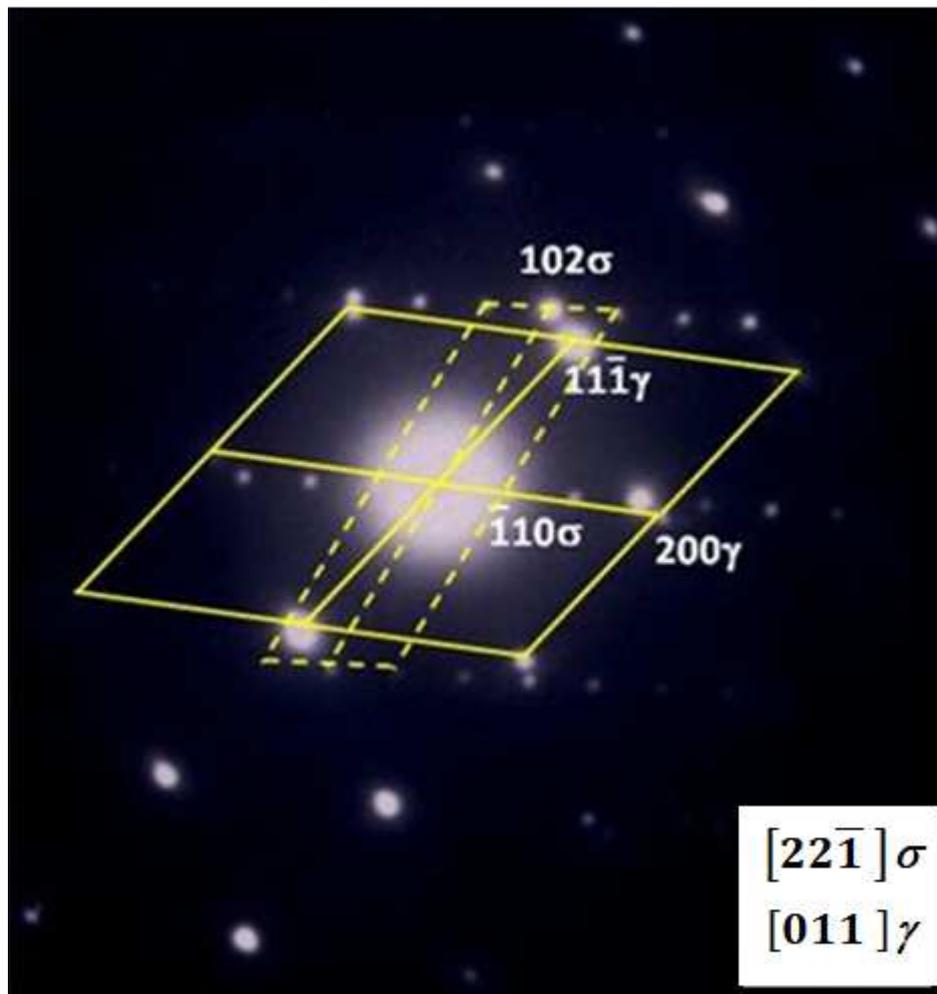


Fig. 75 : Diffractogramme obtenu dans la région séparant la phase σ de l'austénite indiquée dans la Fig.74

2.2. Précipitation dans la zone affectée thermiquement (ZAT)

Cette zone est caractérisée par le grossissement des grains, lors du vieillissement à 700°C. Par ailleurs, après 500 h de maintien à cette température, nous constatons une précipitation de particules riches en molybdène et en chrome au niveau des joints de grains austénitiques c.-à-d. au sein des régions ferritiques (voir Fig.76 et Tab. 8). Cette micrographie prise au MEB nous montre une phase σ du type FeCrMo de même nature chimique que celle qui a précipité au sein de la zone fondue.

Nous constatons également d'après cette même figure que seule la ferrite est instable lors du vieillissement à 700 °C. Le Tab. 8 confirme la précipitation de phase σ riche en chrome et en molybdène.

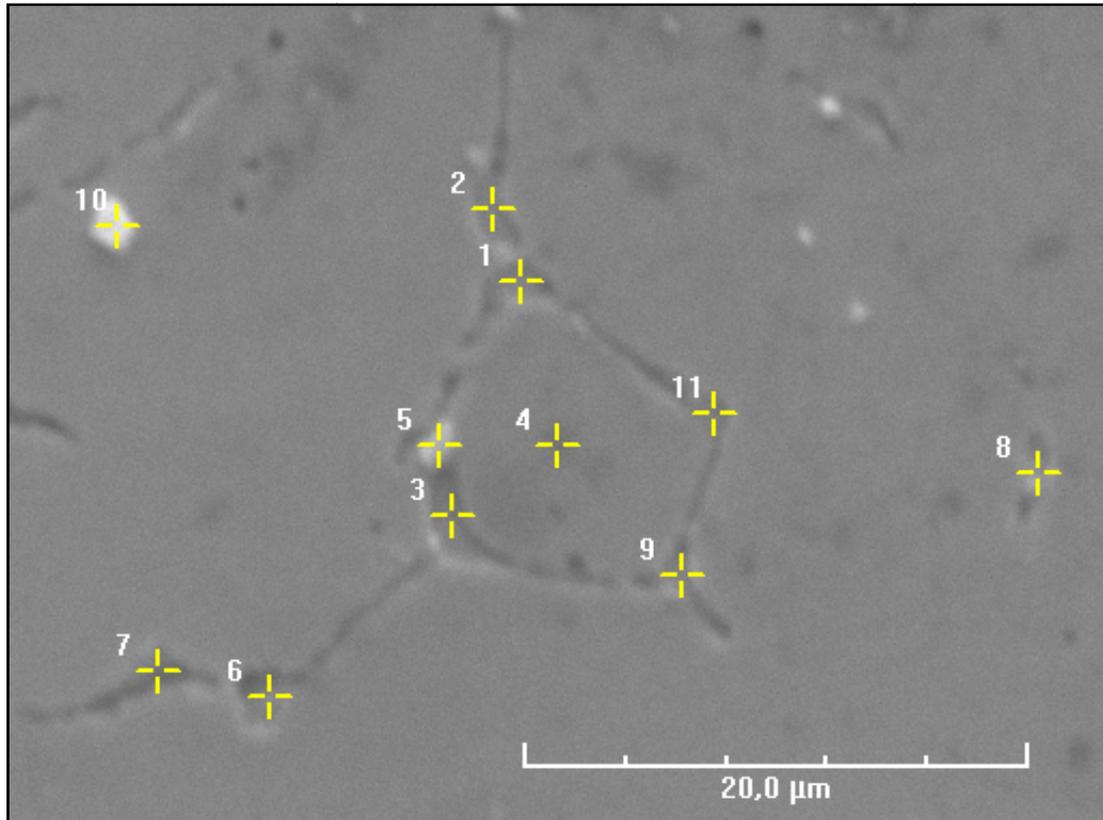


Fig. 76 : Micrographie (MEB) montrant la précipitation de phase σ au niveau des joints de grains d'austénite (au sein des régions ferritiques) dans la ZAT de la soudure vieillie durant 500 h à 700 °C.

Par ailleurs, un balayage sur le plan (XZ) de la soudure vieillie pendant 1000 h nous révèle la présence d'une particule très riche en chrome (environ 60%) (Voir Fig.77). Selon certains auteurs [122] une ferrite δ très riche en chrome se transforme de l'austénite et est désignée α' dans la matrice après maintien à haute température ou long séjour. Cette phase α' se transforme à son tour en phase σ car l'énergie libre de Gibbs de cette dernière est faible comparée à celle de la ferrite α' (voir Fig. 78). Bannister et Farrar rapportent [72] que la phase σ se transforme de la ferrite α' à cause de leurs compositions chimiques qui sont similaires et qui sont du type Fe - Cr. La cinétique de cette transformation $\alpha' \rightarrow \sigma$ est rapide.

Tab.8 : Microanalyse chimique à l'EDX de la phase δ , σ , γ_2 et la phase γ contenues dans la ZAT de la soudure vieillie pendant 500 h à 700 °C. Les points numérotés indiquent la localisation de la microanalyse chimique dans la Fig. 76.

Zone	Élément (wt. %)		
	Cr	Ni	Mo
Point 1 (σ)	30,04	2,34	10,74
Point 2 (σ)	27,12	3,61	7,05
Point 3 (δ)	24,88	4,87	5,75
Point 4 (γ)	17,65	9,69	2,72
Point 5 (δ)	20,55	4,75	5,72
Point 6 (σ)	27,87	2,89	11,29
Point 7 (δ)	22,59	5,31	5,57
Point 8 (σ)	24,08	4,79	6,25
Point 9 (σ)	28,28	3,46	7,81
Point 10 (γ_2)	14,50	8,22	2,66
Point 11 (σ)	30,26	2,47	8,51

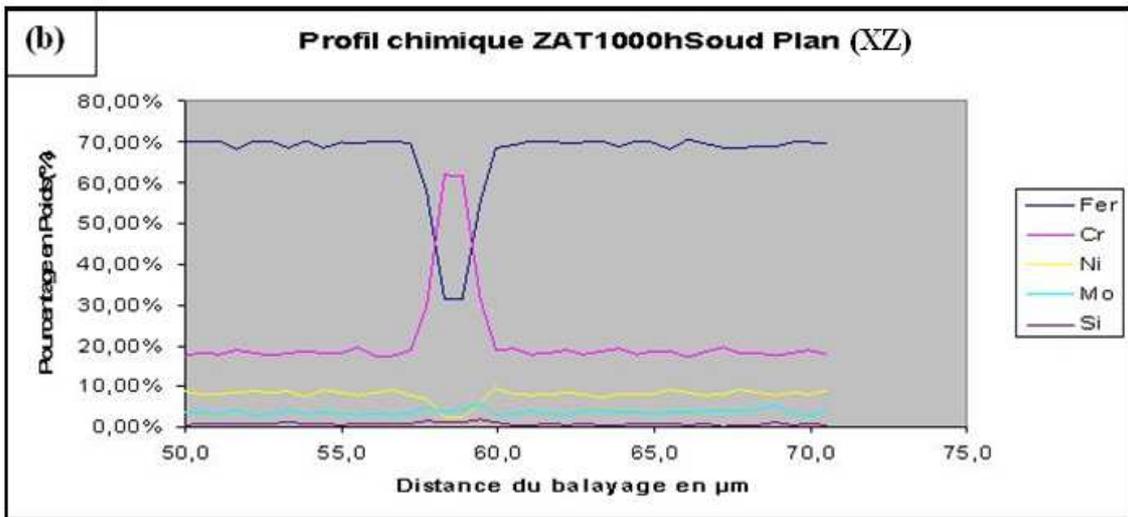
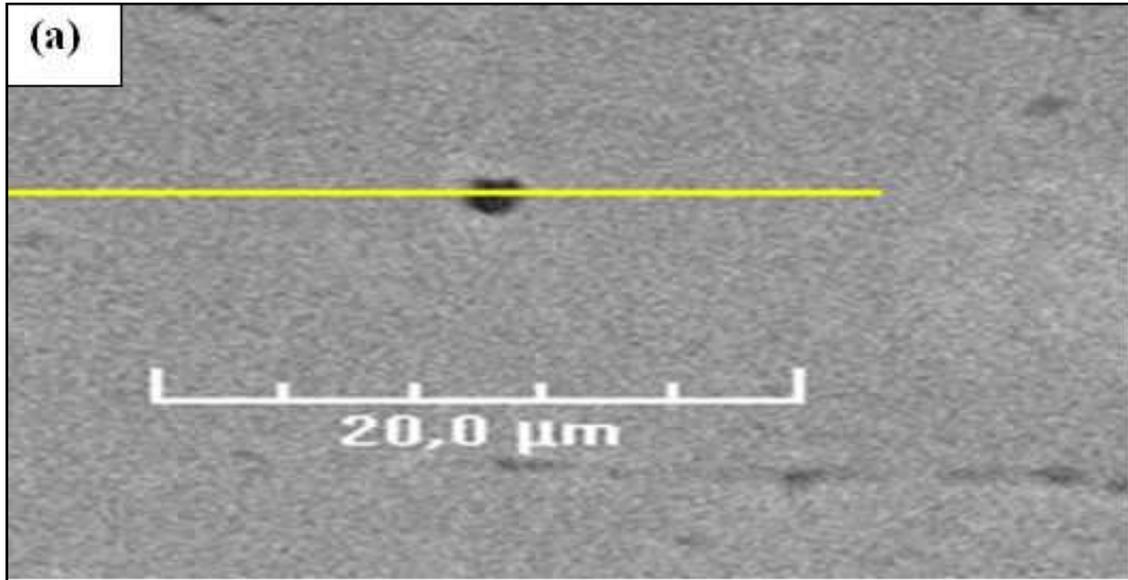


Fig. 77 : Précipité riche en chrome dans la ZAT de la soudure vieillie à 700 °C pendant 1000 h (selon le plan XZ) : a) image du tracé de balayage, b) Profil chimique sur ce tracé indiquant l'évolution des teneurs en Fe, Cr, Ni, Mo et Si

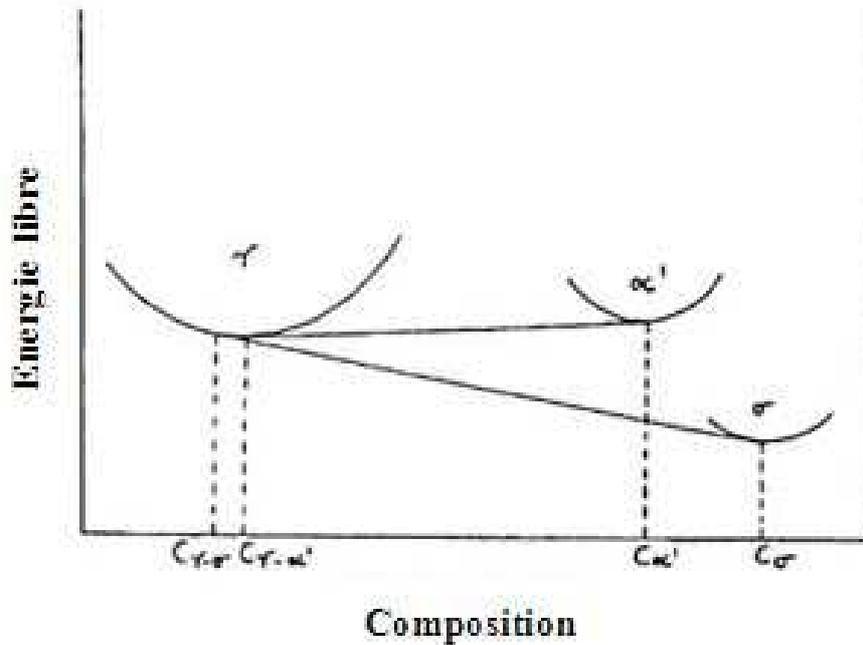


Fig. 78 : Courbes d'énergie libre de Gibbs des phases austénite, ferrite α' et phase σ [71]

2.3. Précipitation dans le métal de base

Lors du vieillissement à 700 °C le métal de base non affecté par l'opération de soudage subit un grossissement des grains. Une phase σ similaire dans l'aspect micrographique à celle qui a précipité dans la zone fondue (en couleur brun orange) apparaît (voir Fig.79).

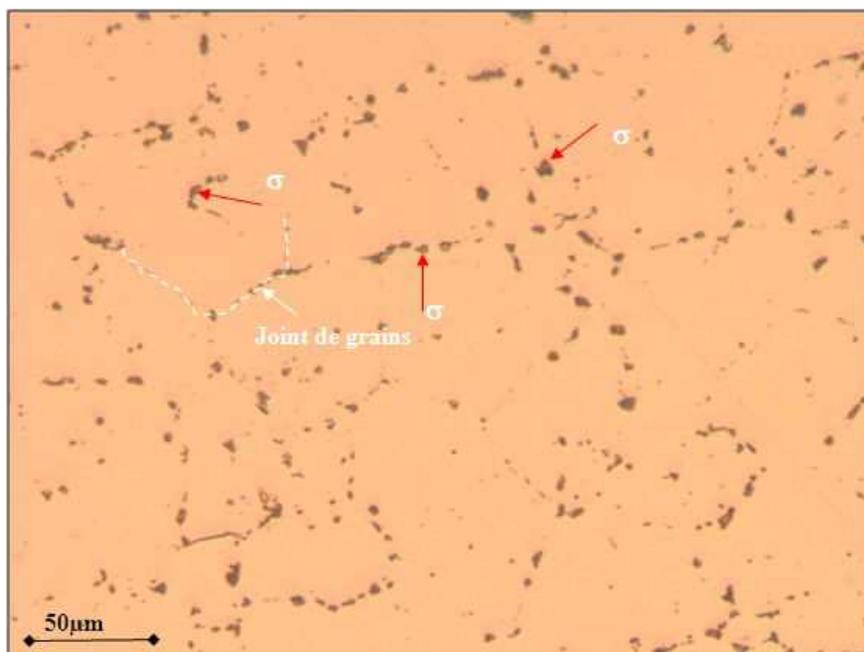


Fig.79 : Précipitation de phase σ en couleur brun orange au niveau des joints de grains de l'austénite dans le métal de base vieilli durant 1000 h à 700 °C.

La Fig.80 montre une micrographie prise au niveau de la zone de liaison séparant la zone fondue du métal de base. Dans cette figure nous constatons un grossissement des grains austénitiques avec la présence de particules de couleur brun orange au niveau des joints de ces grains. Il s'agit de la phase σ de même nature et couleur que celle qui a précipité au sein de la ZAT et la zone fondue. Cette précipitation s'est faite au sein des régions de la ferrite. La quantité de la phase σ dans la ZAT et dans la zone de liaison est faible comparée à sa quantité dans la zone fondue. Le grossissement des grains et la faible teneur en ferrite dans ces régions expliquent cette faiblesse dans la quantité de cette phase. Selon les travaux de [137] les structures de grains fins accélèrent la précipitation de la phase σ à cause de la distance de diffusion qui est courte dans ces structures comparées aux structures ayant une granulométrie grossière. Rappelons que la formation de la phase σ est contrôlée par la diffusion des éléments chimiques entrant dans sa formation.

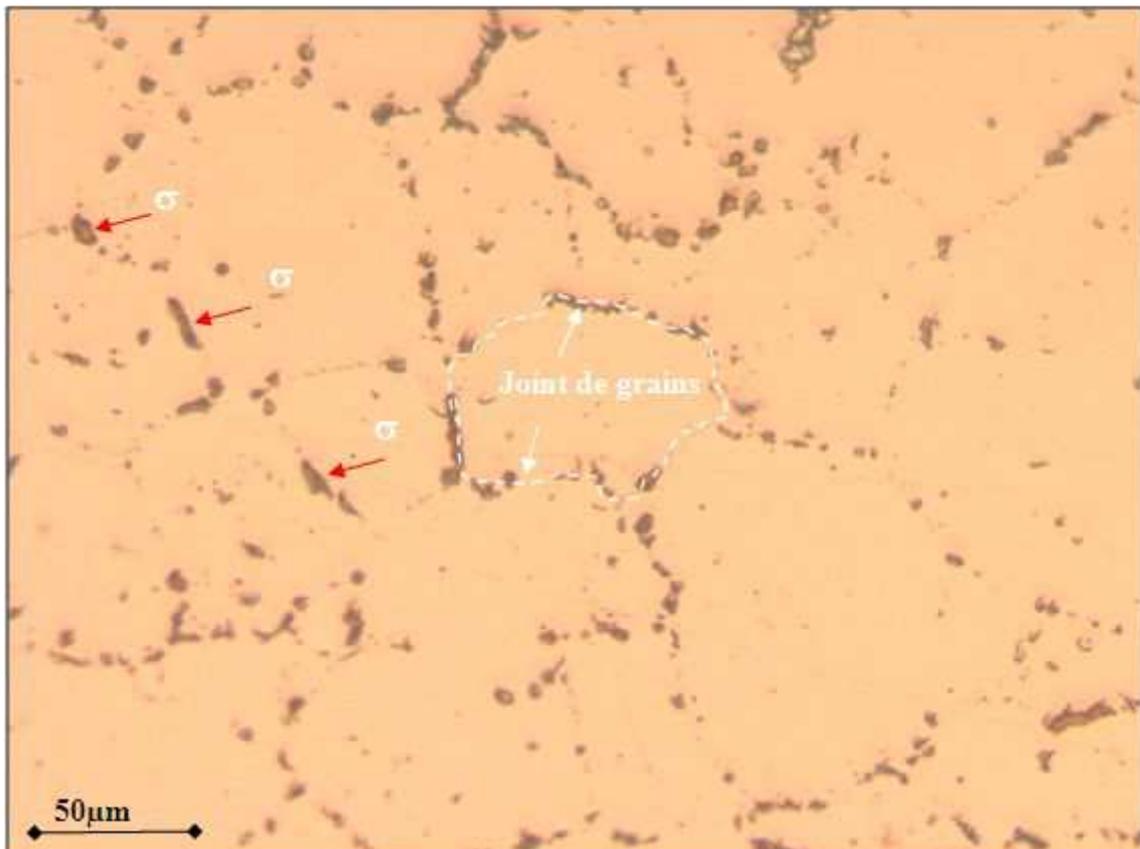


Fig.80 : Précipitation de phase σ en couleur brun orange au niveau des joints de grains de l'austénite dans la zone de liaison séparant le métal de base de la zone fondue dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C.

3. Mécanisme de formation de la phase σ

Les résultats ci-dessus confirment les données de la littérature sur la formation de la phase σ à partir de la ferrite dans les aciers inoxydables austénitiques dans le domaine de température entre 600 °C et 800 °C [122,36]. Dans cette étude, la morphologie de la ferrite est initialement dendritique avec la présence de l'austénite dans les espaces interdendritique. Cette conclusion concorde d'une part, avec la valeur du rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} qui stipule que le mode de solidification primaire est ferrito-austénitique pour le métal de base et le métal d'apport [110], et d'autre part, avec l'observation de ferrite sous forme de dendrites squelettiques piégées dans la matrice austénitique. La germination et la croissance de la phase σ se font dans les grains de ferrite comme le montrent les micrographies précédentes. Le Mo provenant des bords du joint de soudure, joue un rôle déterminant dans la formation de la phase σ (voir Tab. 6 et Tab.8). Par conséquent, le remplacement du réseau ferritique par celui de la phase σ est dicté par la forte teneur en Cr et en Mo de la ferrite. La faible énergie de l'interface σ/γ dans les aciers inoxydables austénitiques [123] comparée à celle de l'interface δ/γ avec la présence de défauts dans cette interface complexe et semicohérente facilite encore la transformation de la ferrite en phase σ [123]. Sa cinétique de précipitation dans la ferrite est deux fois supérieure que celle dans l'austénite [6]. Cette différence de cinétique peut s'expliquer par la différence de densité des mailles cristallines des deux phases. La vitesse de diffusion du Cr et du Mo est 100 fois supérieure dans la ferrite que dans l'austénite [6]. Ainsi, la croissance de la phase σ entraîne l'appauvrissement de la ferrite résiduelle en Cr et Mo et par conséquent sa transformation en austénite secondaire. La Fig. 81 montre un schéma indiquant le processus de transformation de la ferrite δ en phase σ et en austénite secondaire.

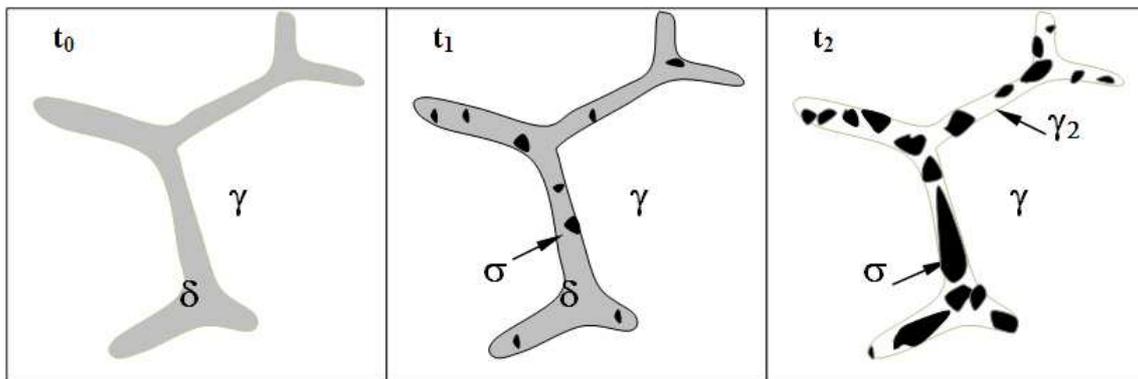


Fig.81 : Schéma indiquant le processus de formation de la phase σ et l'austénite secondaire « γ_2 » ($t_2 > t_1 > t_0$)

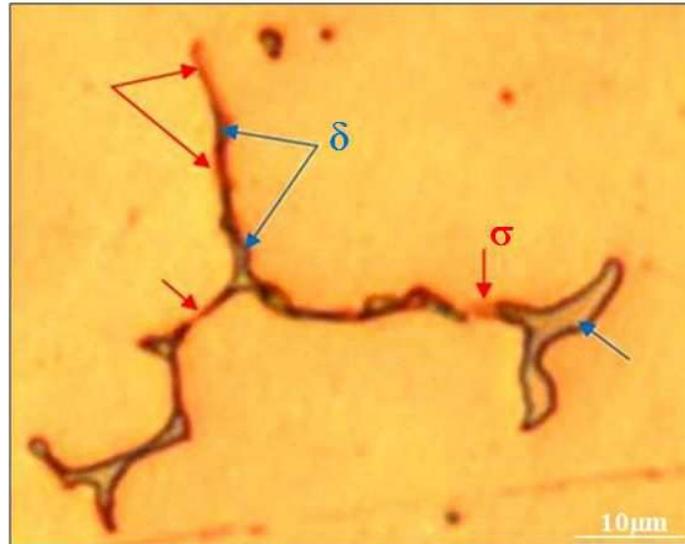


Fig.82 : Micrographie prise dans la zone fondue de la soudure vieillie durant 140 h à 700 °C. Précipitation de la phase σ dans le réseau ferritique

La Fig.82 montre une micrographie optique prise dans la zone fondue de la soudure vieillie pendant 140 h à 700 °C. Dans cette figure nous observons clairement la précipitation de la phase σ dans le réseau ferritique. Cette figure confirme bien le schéma de croissance de cette phase indiqué dans la Fig. 81.

Le Tab. 9 montre la composition chimique de la phase σ durant les différents temps de maintien. Dans ce tableau nous constatons la diminution de la teneur du Mo après maintien à 700 °C de 9% après 140 h à 5% après 1000 h. Nous pouvons expliquer cela par la décroissance de cet élément au niveau de l'interface δ/γ avec l'augmentation du séjour à cette température. Les auteurs [3], dans leur étude ont constaté la décroissance du Si au niveau de cette même interface avec l'augmentation de la température de traitement du 308L. Nous rappelons que dans ces conditions le Si joue le même rôle que le Mo. Sachant que la nature chimique de la phase σ qui a précipité est du type Fe-Cr-Mo, et que le Mo est un élément très catalyseur de la précipitation de cette phase, la croissance de cette dernière durant 1000 h à 700 °C va faire chuter la teneur de cet élément dans la zone fondue.

Tab.9 : Composition chimique de la phase σ issue des traitements de vieillissement

<i>Elément</i>	<i>140h</i>	<i>500h</i>	<i>1000h</i>
<i>Fe</i>	61	60,3	66
<i>Cr</i>	24,2	29	21,6
<i>Ni</i>	4,2	3	5,9
<i>Mo</i>	9	6,5	5

4. Mécanisme de formation des carbures

Dans le cadre de cette étude, les carbures n'ont pas été observés. La littérature accorde un temps très court (de l'ordre de quelques minutes) pour la précipitation des carbures qui se fait généralement aux premiers stades du processus [4,76]. En contradiction avec ces données littéraires, Wasnik et al. [77] trouvent que les carbures précipitent en dernier stade du processus de précipitation dans l'acier 316L. Pour les phases intermétalliques qui suivent la précipitation des carbures, les temps de précipitation sont plus long et peuvent atteindre des milliers d'heures [23, 67, 68,80]. Normalement, lorsque les températures dépassent 550 °C dans les aciers inoxydables austénitiques en l'occurrence l'acier 316L, il y a précipitation de carbures de chrome (Cr_{23}C_6) et /ou précipitation de phases intermétalliques tel que σ , χ , η ,... etc. [4,6, 62]. Il est également connu que la précipitation de ces carbures nécessite la diffusion du carbone vers les sites à forte concentration en éléments carburigènes tel que Cr, Mo etc [125,126]. Dans cette étude, les carbures n'ont pas été observés dans la soudure. Il est fort probable, que ces derniers soient formés au début du traitement à haute température comme le reporte certains travaux réalisés sur le 316L [4,76]. Ces derniers seraient transformés en phase σ vu les longues durées de séjour à 700 °C. D'un autre côté, dans les soudures à bas carbone (<0.03 % C), comme c'est le cas de notre soudure, il est peu probable, que précipitent des carbures stables comme il a été observé dans une étude récente [22]. Pour confirmer ces faits, il est nécessaire de faire des traitements de vieillissement à 700 °C pour des durées très courtes.

CHAPITRE IV

Caractérisation mécanique des soudures

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de la caractérisation mécanique des soudures (brute et vieilles). Cette caractérisation concerne la microdureté Vickers, l'essai de traction uniaxiale et les résultats de la corrélation d'image (champs de déplacement local et de déformations locales dans les différentes zones des soudures). Ce chapitre regroupe quatre (04) paragraphes :

- ✓ Le premier concerne l'analyse de l'effet du vieillissement sur la dureté Vickers.

- ✓ Le second concerne l'analyse de l'effet du vieillissement sur le comportement global des soudures à la traction.

- ✓ Le troisième est consacré à l'analyse de l'effet du vieillissement sur les déformations locales dans les différentes zones des soudures.

- ✓ Le dernier et quatrième paragraphe est consacré à l'étude des faciès de rupture dans les deux soudures : la soudure brute non vieillie et la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C.

1. Effet du vieillissement sur la dureté Vickers

Après 1000 h de maintien à 700 °C, on note une diminution sensible de la dureté des soudures vieillies comparée à celle de la soudure de référence (Voir Fig.83). Deux facteurs font diminuer cette caractéristique mécanique pendant le vieillissement : d'un côté le grossissement des grains qui augmentent avec l'augmentation de la durée de séjour à 700 °C et d'un autre côté, l'appauvrissement de la matrice austénitique et ferritique en éléments durcissant tel que le Mo et le Cr à cause de la précipitation de la phase σ qui est une phase riche en ces éléments [51]. Par ailleurs, durant cette période, la relaxation des contraintes résiduelles issues du soudage, va permettre encore un adoucissement du matériau ce qui entraîne une diminution de la dureté (voir la même Figure).

2. Comportement à la traction des soudures

2.1. Effet du vieillissement sur les propriétés globales

Les propriétés globales comprennent le cordon de soudure avec le métal de base. Par ailleurs, Les formules que nous avons utilisées dans le tracé des courbes conventionnelles et rationnelles sont, après les considérations suivantes :

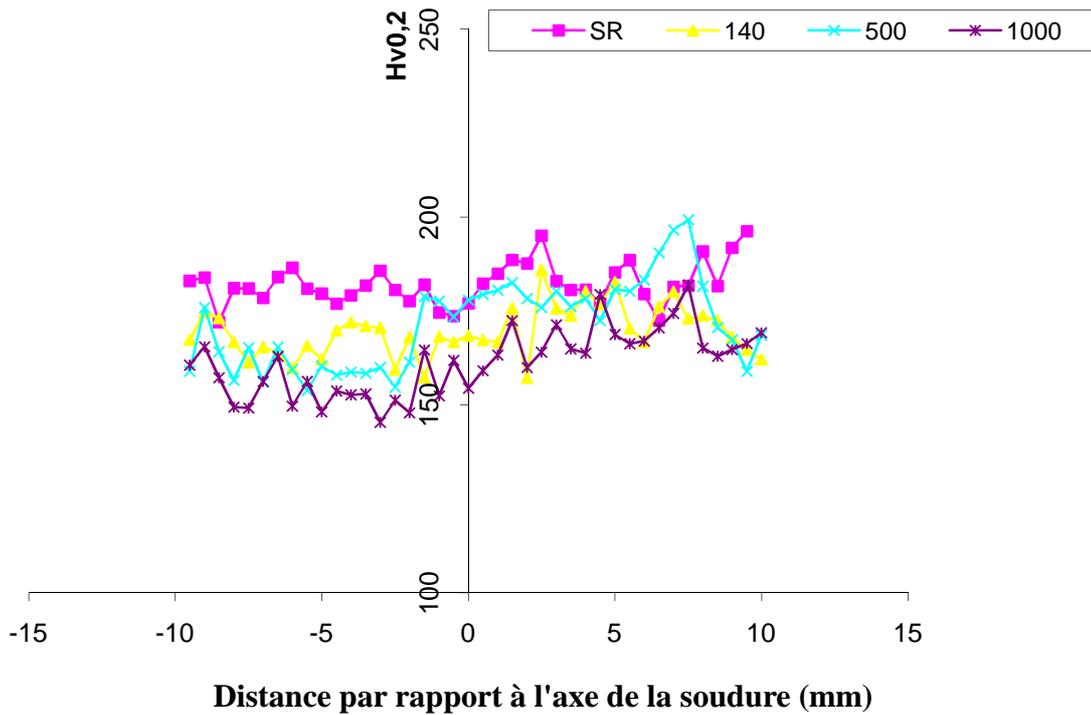


Fig. 83 : Profil de dureté Vickers dans les soudures : SR (Soudure de Référence non vieillie), 140, 500, et 1000 (temps de vieillissement des soudures en heure).

F : force de traction lors de l'essai

S_0 : Section initiale de l'éprouvette de traction

S : Section finale de l'éprouvette de traction (après rupture de l'éprouvette)

L_0 : La longueur de l'éprouvette de traction avant essai

L : La longueur de l'éprouvette de traction après rupture

Nous pouvons calculer l'allongement relatif ou conventionnel (ϵ_c)

$$\epsilon_c = \frac{L-L_0}{L_0} \quad (13)$$

Nous pouvons également calculer la contrainte conventionnelle (σ_c)

$$\sigma_c = \frac{F}{S_0} \quad (14)$$

Il est bien établi que la déformation plastique se fait sans variation de volume, alors nous pouvons écrire :

$$S L = S_0 L_0 \quad (15)$$

Et on a:

$$\frac{S}{S_0} = \frac{L_0}{L} \quad (16)$$

La loi de Hooke s'exprime sous la forme :

$$\sigma = E \varepsilon \quad (17)$$

Tel que **E** est le module de Young

Nous avons également la réduction relative rémanente de section nommée « striction » qui est égale à :

$$Z = 100 \frac{S}{S_0} \quad (18)$$

Z : est la réduction rémanente de section

Pour le tracé des courbes rationnelles, nous avons :

$$\varepsilon_r = \ln (L/L_0) = \ln (1+ \varepsilon_c) \quad (19)$$

ε_r = Déformation rationnelle

$$\sigma_c = F/S_0 \quad (20)$$

σ_c = Contrainte conventionnelle

$$\sigma_r = \sigma_c (1+ \varepsilon_c) \quad (21)$$

σ_r = Contrainte rationnelle

En traction uniaxiale, le taux de consolidation correspond à la pente $d\sigma/d\varepsilon$ de la courbe de traction rationnelle [127].

Dans la pratique, le comportement en traction des aciers est souvent déduit de façon simplifiée par une loi en puissance de type Hollomon [127] :

$$\sigma = K \varepsilon^n \quad (22)$$

n : Coefficient d'écrouissage

K : Coefficient caractérisant le matériau

$$n = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \epsilon} \quad (23)$$

Ce coefficient est relié au taux de consolidation par la relation :

$$n = \left[\frac{\epsilon}{\sigma} \right] \left[\frac{d\sigma}{d\epsilon} \right] \quad (24)$$

Afin de calculer le coefficient d'écrouissage (**n**) on a tracé les courbes **Ln (σ_r)** en fonction de **Ln (ε_r)**. La pente de ces courbes nous donne la valeur du coefficient d'écrouissage (**n**). Plus la valeur de **n** est grande plus la déformation plastique sans striction est grande [127]

n > 0.5 pour les nuances austénitiques
0.2 < n < 0.25 pour les nuances ferritiques
K = 4.4 pour les aciers

L'analyse des résultats des essais de traction (voir Tab. 10) montre que les propriétés mécaniques sont meilleures pour les soudures vieilles comparées à celles de la soudure non vieilles. Le vieillissement de la ferrite provoque une légère augmentation de la limite d'élasticité et une forte augmentation de la résistance maximale à la traction, ce qui a pour conséquence d'augmenter l'écrouissage du matériau [51]. Après 140 h de maintien à 700 °C la soudure présente les meilleurs résultats quant à la limite élastique, la résistance mécanique et l'allongement. Par ailleurs, cette soudure présente le plus fort coefficient d'écrouissage (n = 4,7). Plus la valeur de n est grande plus la déformation plastique sans striction est grande [127]. On note également le début de la dissolution de la ferrite avec un appauvrissement de la matrice austénitique en chrome (Cr), molybdène (Mo) et en carbone(C), à cause de la formation de la phase σ et éventuellement la précipitation des carbures dès les premières minutes du vieillissement. La distribution de fines particules rigides dans la matrice ductile lors de la croissance de la phase σ permet à la soudure vieilles durant 140 h d'avoir relativement de bonnes propriétés mécaniques, comparée aux autres soudures. Toutefois, plus le temps de vieillissement augmente, plus ces propriétés se dégradent à

cause des mécanismes cités précédemment à savoir i) Grossissement des grains, ii) dissolution de la ferrite, iii) appauvrissement de la matrice en éléments durcissant tel que Cr et Mo, iv) Germination et croissance de la phase σ .

Dans le Tab.10 et également dans la Fig. 84 nous constatons que la soudure vieillie durant 500 h possède le module de Young le plus élevé. Ce module de Young représente la pente de la limite élastique de la courbe tracée à partir des données de la machine de traction. Cette valeur peut être entachée d'erreur due à la machine, à la géométrie de l'éprouvette et autres. Nous constatons également que le coefficient d'érouissage (n) pour les soudures vieilles concorde avec celui préconisé pour les aciers austénitiques (n étant supérieur à 0.5 pour les aciers inoxydables austénitiques). Ce constat n'est pas vérifié pour celui de la soudure de référence non vieillie [127].

Tab.10 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction du temps de vieillissement

<i>t (h)</i>	<i>R_{e(0,2)} (MPa)</i>	<i>R_m (MPa)</i>	<i>R_r (MPa)</i>	<i>A_r (%)</i>	<i>E (MPa)</i> <i>(x 10³)</i>	<i>Coeff.</i> <i>d'écr. (n)</i>
<i>SR</i>	286,5	419	380	32	87	0,164
<i>140</i>	329,65	543	528	43	125	4,7
<i>500</i>	298	498	474	28	161	0,42
<i>1000</i>	287	474	454	24,5	97	1,75

La Fig. 85 montre l'allure des courbes rationnelles de traction des différentes soudures. Cette figure confirme les résultats du Tab. 10 dans lequel le comportement mécanique de la soudure vieillie jusqu'à 140 h paraît le meilleur. Lorsque le matériau est très faiblement vieilli, la ferrite rompt de manière ductile et ce, quelle que soit la température d'essai [51]. Le mécanisme de rupture de l'austénite reste ductile. Dans cette soudure, nous avons une microstructure constituée principalement d'austénite avec de la ferrite et une faible quantité de phase σ . Par contre dans la soudure vieillie durant 500 h, lors de l'essai de traction, les dislocations créées dans le matériau lors de cet essai vont rencontrer plus d'entraves dans leur déplacement. Il y a la présence de trois types de joints (joint δ/γ , joint δ/σ et joint γ/σ) ce qui consolide le matériau. Il y a aussi les écarts de cohérence entre les réseaux cristallins des phases présentes qui introduisent des contraintes internes et qui réduisent à leur tour la mobilité des dislocations. Comparées aux valeurs trouvées dans la littérature, les valeurs du module de Young

trouvées dans le cas de nos soudures paraissent relativement faibles. Par ailleurs, la disparition de la ferrite et la sphéroïdisation des particules de la phase σ après 1000 h de vieillissement ont permis aux coefficients d'érouissage de cette soudure de s'améliorer légèrement comparés à ceux de la soudure vieillie durant 500 h et la soudure de référence.

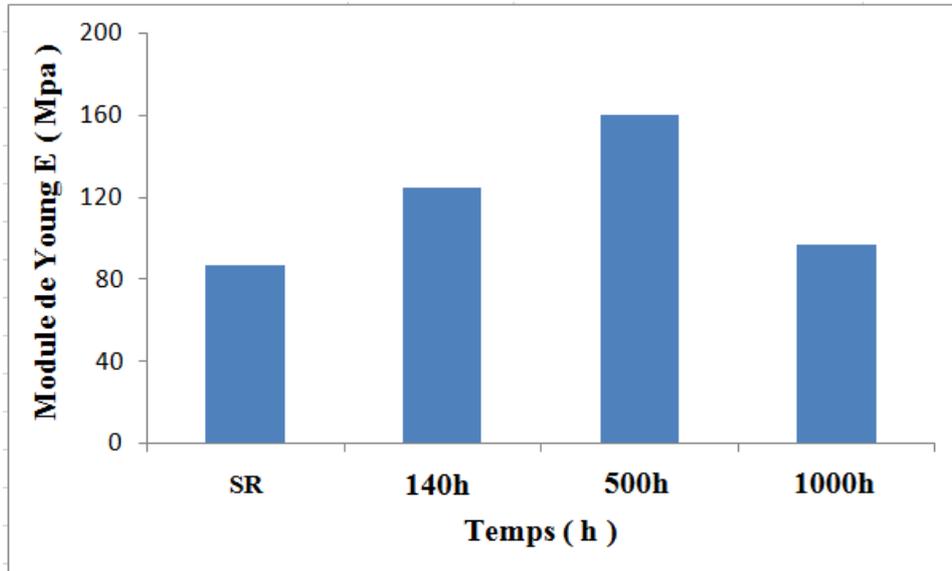


Fig. 84 : Module de Young en fonction du temps de vieillissement à 700 °C

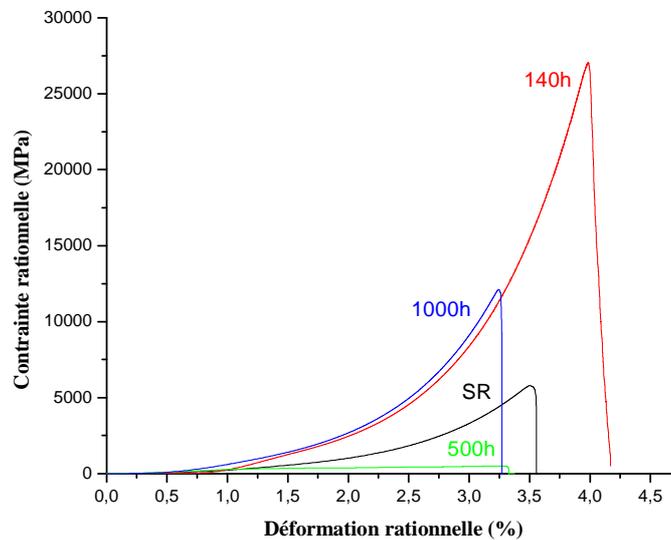


Fig. 85 : Courbes rationnelles de traction des soudures de référence (SR) et des soudures vieillies à 700 °C

Il faut signaler que l'énergie élastique de la dislocation dépend des constantes d'élasticité locales du réseau cristallin et de la grandeur des distorsions de dilatation et de contraction du réseau qui lui sont propres. Lorsqu'un atome étranger se trouve près de la dislocation, les distorsions autour de celle-ci sont partiellement compensées par la distorsion autour de l'atome étranger (*effet de taille*). Par conséquent, l'énergie de la

dislocation est abaissée, et cela d'autant plus fortement que l'atome étranger est proche du cœur de la dislocation où les distorsions propres à celle-ci sont les plus importantes. Par ailleurs, les solutés modifient localement les constantes d'élasticité de la matrice et cela conduit également à une force d'interaction entre la dislocation et le soluté (*effet de module*). Cette force est attractive ou répulsive selon que la présence de l'atome étranger augmente ou diminue les constantes d'élasticité. Les calculs théoriques indiquent que la force d'attraction due à l'effet de taille est presque toujours prédominante sur la force d'interaction due à l'effet de module, de sorte que la force de liaison entre dislocations et atomes étrangers est presque toujours attractive. La Fig.86 indique clairement l'effet de la taille des grains sur le mode de déplacement des dislocations. Elle indique également l'influence de la fraction volumique des précipités sur le déplacement et la mobilité des dislocations dans la matrice.

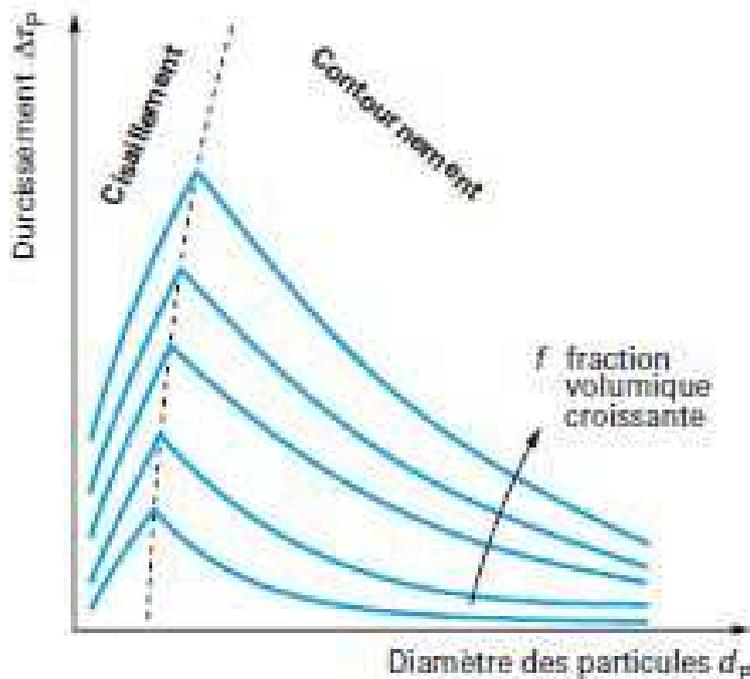


Fig. 86 : Effet schématisé de la taille des particules sur le mécanisme de durcissement et sur la grandeur du durcissement pour des valeurs croissantes de la fraction volumique de particules [128]

Dans les Fig. 88 et Fig. 90 l'allure de la courbe présentant la loi de comportement est linéaire dans le cas des soudures vieilles durant 140 h et 1000 h. Les courbes de la loi de comportement des soudures de référence (SR) et celle vieillie jusqu'à 500 h présentent une allure presque linéaire pour la première et non linéaire pour la seconde (voir Fig.87 et Fig.89). Ces deux soudures possèdent un coefficient d'érouissage faible

comparé à celui des soudures vieilles durant 140 h et 1000 h. La soudure vieillie durant 140 h présente le coefficient d'écroissage le plus élevé. Cette dernière possède la plus grande résistance mécanique (voir Fig.85 et Tab.10).

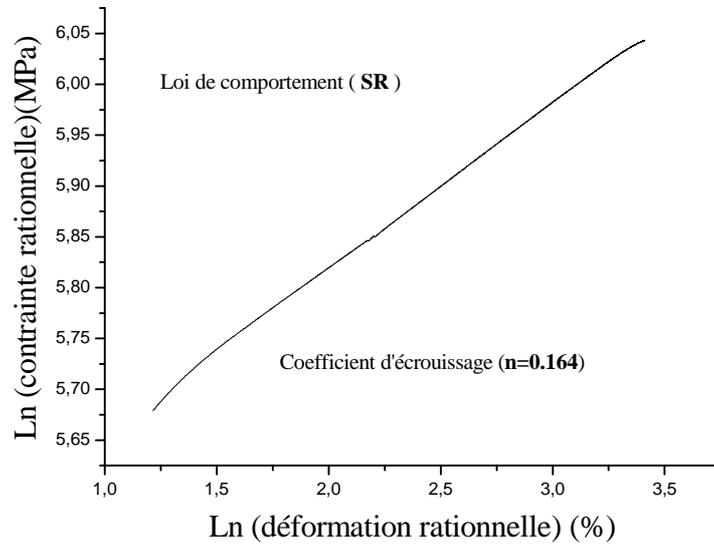


Fig.87 : Courbe de la loi de comportement de la soudure de référence (SR) lors des essais de traction.

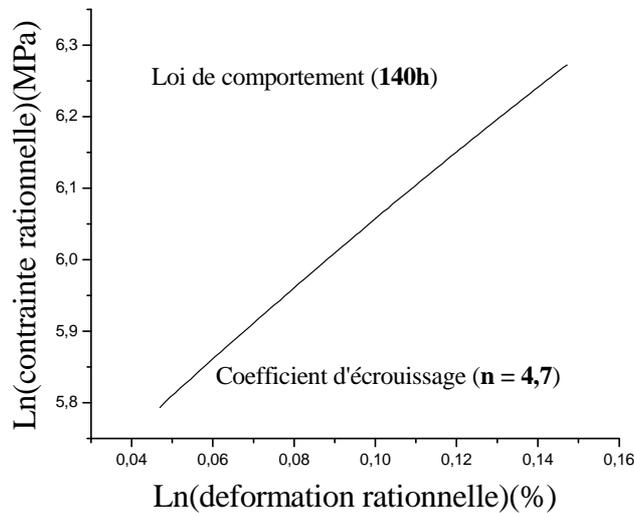


Fig.88 : Courbe présentant la loi de comportement de la soudure vieillie durant 140 h à 700 °C lors des essais de traction

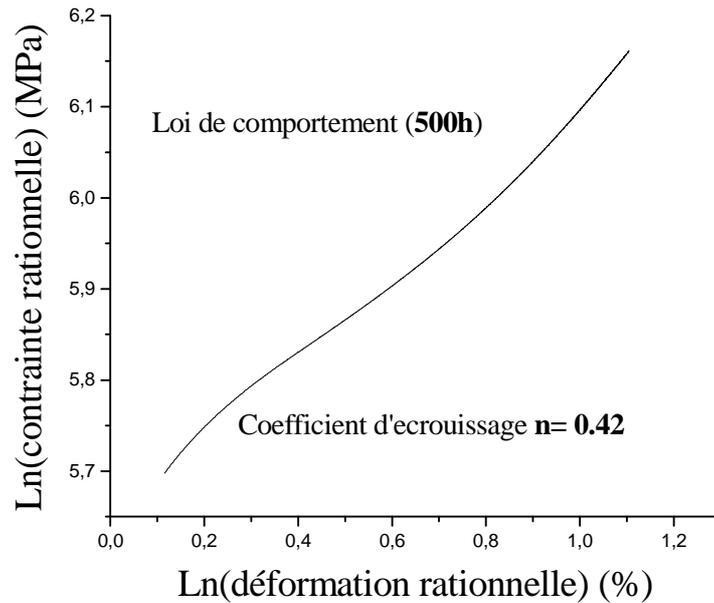


Fig.89 : Courbe présentant la loi de comportement de la soudure vieillie durant 500 h à 700 °C lors des essais de traction

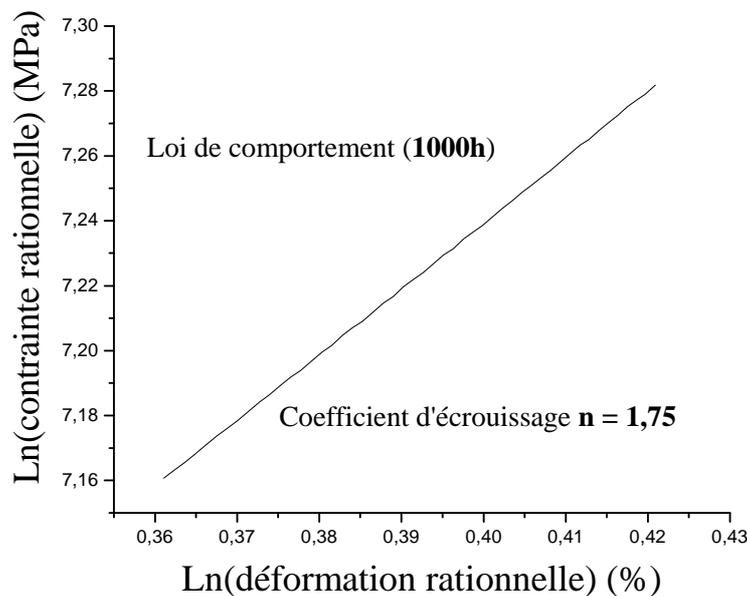


Fig.90 : Courbe présentant la loi de comportement de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C lors des essais de traction

Par ailleurs, dans le tracé des courbes conventionnelles de traction pour les soudures de référence et de celle vieillie durant 1000 h à 700 °C (voir Fig. 91), et en se basant sur les données de la corrélation d'image, nous pouvons remarquer que les temps des domaines

élastique et plastique sont relativement égaux pour les deux soudures. Par contre, si on observe la durée séparant l'amorce de la rupture et la fin de cette dernière dans les deux soudures (voir la même figure) nous constatons que cette durée est plus longue dans le cas de la soudure de référence. Ce temps est de 35 secondes dans le cas de cette soudure, il n'est que de 8 secondes dans le cas de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C. Nous pouvons dire alors que cette soudure (vieillie 1000 h) présente une rupture plus fragile que celle de la soudure de référence. Cette dernière, présente une rupture ductile. L'analyse de la nature des faciès de rupture à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB) pour les deux soudures confirme ce constat (voir Fig.104). Nous constatons également, que la soudure vieillie pendant 1000 h présente une bonne résistance mécanique comparée à la résistance mécanique dans le cas de la soudure de référence. Ce constat est également vérifié par les résultats présentés dans les courbes rationnelles de traction pour les deux soudures (voir Fig.85).

La présence de la phase σ dans cette soudure, conduit à l'augmentation des interfaces à franchir par une microfissure et consolide ainsi le matériau. De plus, la structure de cellules de dislocations formées dans la matrice austénitique mais associées à la morphologie de la phase σ équivaut de fait à une forte réduction de la taille de grains effective. Cette réduction de taille de grains effective entraîne un meilleur comportement vis-à-vis de la déformation, de la relaxation de contrainte et finalement, vis-à-vis du niveau de concentration des contraintes aux interfaces à même de provoquer la germination de cavités. Par conséquent la déformation est mieux répartie.

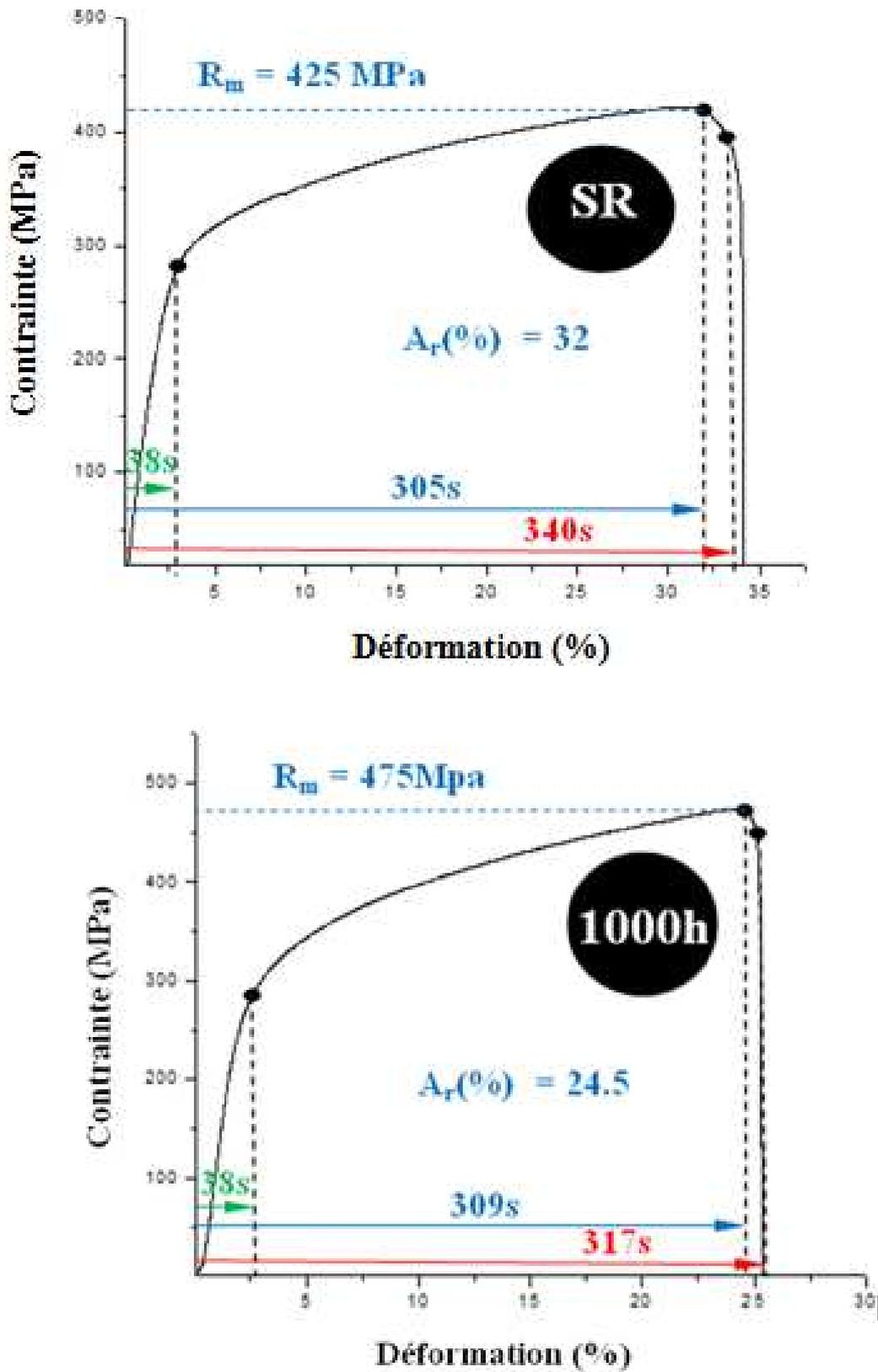


Fig. 91 : Temps des domaines élastique, plastique et durée jusqu'à rupture dans les soudures : de référence (SR) et vieillie durant 1000 h à 700°C

Si on examine le lieu de rupture dans ces deux soudures (voir Fig.92), ces micrographies prises au MEB présentent le lieu de rupture dans les deux soudures. Nous constatons dans ces micrographies que la rupture s'est faite dans la zone fondue dans le cas de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C. Les raisons de cette rupture sont liées principalement à la présence de la phase σ dans cette région de la soudure. Elle s'est faite au niveau de la zone de liaison séparant le métal de base de la zone fondue dans le cas de la soudure de référence (Voir toujours la même figure). Les raisons qui ont provoqué la rupture dans la zone de liaison séparant le métal de base de la zone fondue dans la soudure de référence sont liées probablement à l'appauvrissement local en molybdène c-à-d à l'hétérogénéité chimique dans cette région de la soudure. Rappelons que des piqures de corrosion ont été constatées dans cette région (voir Fig.64). Le phosphore ségrège au niveau des joints de grains et fragilise l'acier en produisant une rupture intergranulaire donc fragile. Le Mo a pour rôle de le piéger et d'éviter qu'il précipite au niveau des joints ce qui a pour effet d'augmenter la ductilité de l'acier. Nous pouvons signaler aussi le grossissement des grains dans cette région lors du soudage, car ce sont des régions dont la température dépasse les 1000 °C pendant l'opération de soudage.

Dans cette soudure, la zone de rupture a été bien explorée à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB). La Fig. 93 illustre bien les différentes microzones présentes dans la région de rupture dans cette soudure. Nous en constatons quatre microzones. Dans la micro zone « A » nous constatons des stries de fatigues. Dans la microzone « B » nous constatons des cupules indiquant une rupture ductile. Dans la microzone « C » la rupture est fragile car nous observons des zones de clivage et nous constatons également la présence de plusieurs fissures. Enfin dans la microzone « D » nous constatons des régions de clivage. Cette microzone est une continuité de la microzone « C ».

Nous constatons également dans les deux soudures, que la rupture s'est faite hors métal de base. Les résultats de la corrélation d'image ont confirmé ce constat. Le métal de base s'est faiblement déformé comparé aux autres zones dans les deux soudures.

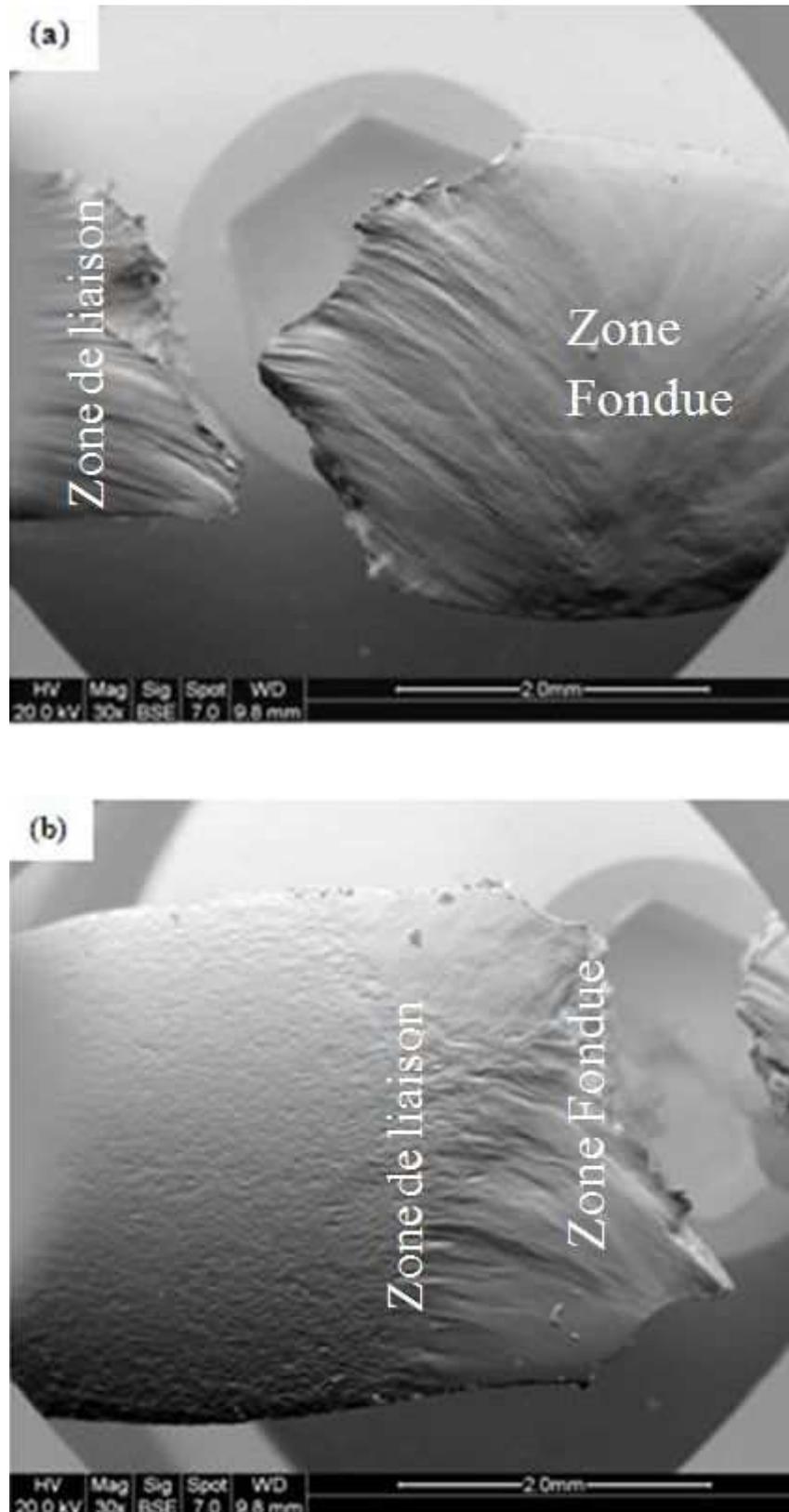


Fig.92 : Micrographie BSE présentant la rupture dans les deux soudures .
a) Rupture dans la ZL pour la soudure de référence, b) Rupture dans la ZF pour la soudure vieillie 1000 h à 700 °C

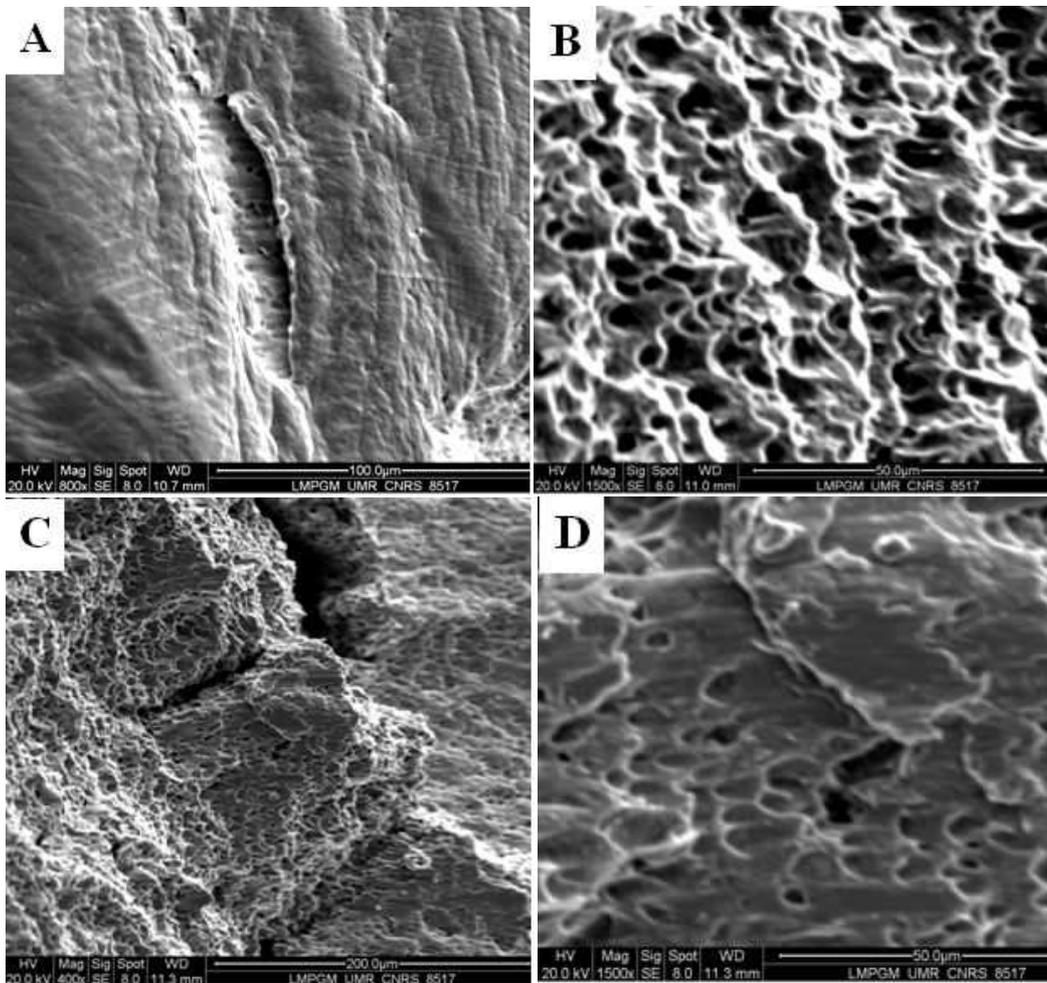
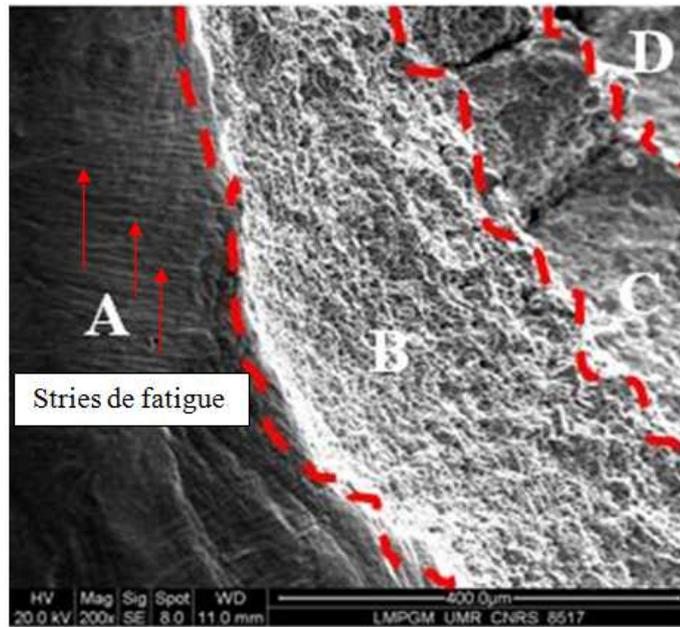


Fig.93 : Images micrographiques en MEB prises dans la région de rupture (ZL) dans la soudure de référence : Micrographie A montrant un arrachement de particule avec la présence de stries de fatigue, Micrographie B indiquant une zone de rupture ductile, Micrographie C montrant l'amorçage de fissures, Micrographie D indiquant une zone de rupture fragile (présence de clivage).

2.2. Effet du vieillissement sur les déformations locales dans les soudures

Les résultats de la corrélation d'image nous ont permis de calculer les champs de déplacements ainsi que les déformations locales dans la zone transversale à la soudure (voir Fig. 94,97,98). Pour des raisons de disponibilités du matériel de la corrélation d'image, nous avons procédé aux calculs seulement sur deux soudures : la soudure de référence et la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C. Au sein d'une même soudure la zone fondue paraît plus déformée que les autres zones plus particulièrement le métal de base (voir Fig.97,98).

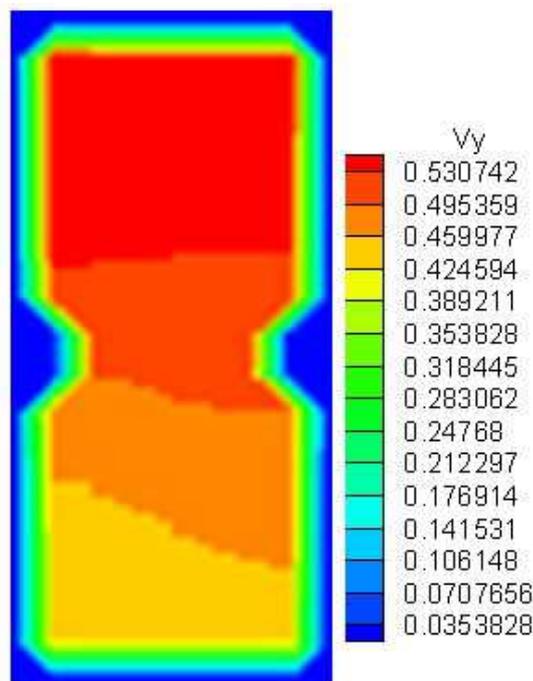


Fig.94 : Champs de déplacement à travers les différentes zones de la soudure de référence après 60 secondes du démarrage de l'essai de traction

2.2. 1. Calcul du champ de déplacement

Sur les images obtenues, nous avons choisi un ensemble de points où on souhaite faire une mesure. Chacun de ces « points » de mesure est une petite surface de l'image de $(270 \times 270) \mu\text{m}^2$ contenant un nombre suffisant de motifs aléatoires pour être unique dans le champ de l'image. Ainsi, lors de la corrélation entre deux images, chaque « point » va fournir la valeur du vecteur déplacement. Tout le traitement des images est réalisé par le logiciel Davis 7.2. Ce logiciel assure l'interface avec l'utilisateur, exécute les calculs de corrélation entre les images numériques en chaque nœud du maillage. Les

paramètres d'entrée du logiciel, à choisir par l'utilisateur, sont : l'ensemble des « points » de mesure (nœuds du maillage), la taille moyenne du motif aléatoire en pixels, la valeur seuil de la corrélation, et le nom des deux images à traiter. Le déplacement est obtenu par interpolation parabolique de la fonction de corrélation, ce qui permet d'avoir une résolution sub-pixel. Le vecteur déplacement est défini par sa direction, son sens et sa norme. Il est la somme de deux composantes : le déplacement d'ensemble de la pièce et le déplacement dû à la différence de chargement entre les deux images. La composante liée au déplacement d'ensemble disparaît par dérivation lorsque les déformations sont calculées. Chacun des « points » de mesure est une petite fenêtre de l'image de $(N \times N)$ pixels contenant un nombre suffisant de motifs aléatoires pour être unique dans le champ de l'image. Dans notre cas les dimensions de la fenêtre sont de (32×32) Pixel avec un recouvrement des deux fenêtres de 50%. Considérons un point P, de coordonnées (x_P, y_P) , dans la première image (Voir Fig. 95). La fenêtre f_P extraite de l'image autour du point P se compose d'un ensemble de pixels de coordonnées $(x_P + i, y_P + j)$, i et j variant de $-N/2$ à $N/2$. Chacun de ces pixels présente un niveau de gris noté $I_{f_P}(x_P + i, y_P + j)$. Cette fenêtre est comparée par corrélation à des fenêtres f_M extraites d'une seconde image, centrées sur le point M de coordonnées $(x_P + u_M, y_P + v_M)$. La valeur maximale de la corrélation est obtenue lorsque les deux fenêtres sont superposées. Le vecteur déplacement du point P entre la première et la seconde image est déterminé en maximisant le coefficient de corrélation entre f_P et f_M . Les coordonnées du point M correspondant seront alors $(x_P + u_P, y_P + v_P)$, où u_P et v_P sont les composantes du vecteur déplacement recherché. La valeur du coefficient de corrélation entre les fenêtres f_P et f_M est donnée par l'équation suivante [128]:

$$C_P(M) = \frac{C_i(f_P, f_M)}{\sqrt{C_a(f_P) \cdot \sqrt{C_a(f_M)}}} \quad (25)$$

Où C_i et C_a représentent respectivement les fonctions d'intercorrélation et d'autocorrélation définies par [128]:

$$C_i(f_P, f_M) = \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} I_{f_P}(x_P + i, y_P + j) \cdot I_{f_M}(x_P + i + u_M, y_P + j + v_M) \quad (26)$$

$$C_a(f_Q) = \frac{1}{N^2} \sum_{i=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} \sum_{j=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}} I_{f_Q}(x_Q + i, y_Q + j) \cdot I_{f_Q}(x_Q + i, y_Q + j) \quad (27)$$

Où Q est un point de coordonnées (x_Q, y_Q) .

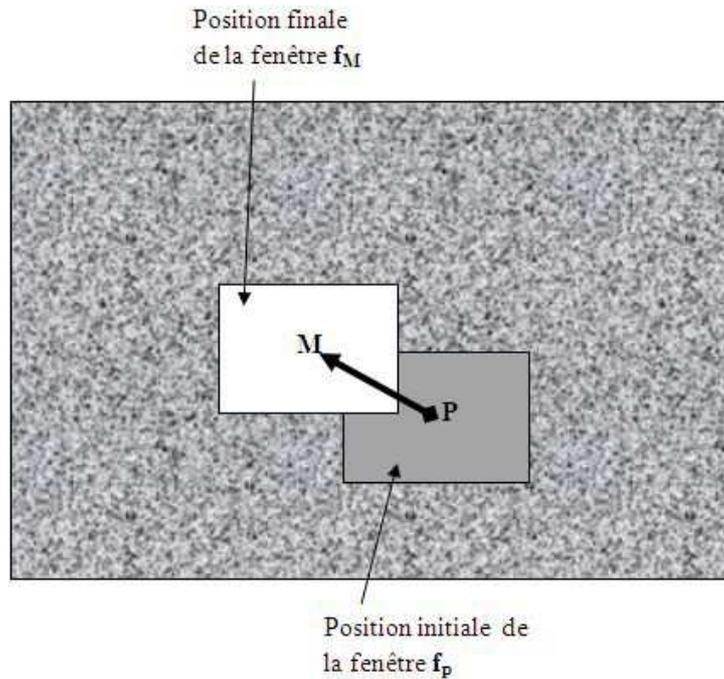


Fig. 95 : Principe du calcul de corrélation directe entre les fenêtres extraites de l'image de la surface de l'échantillon avant et après chargement

A partir des images enregistrées, on peut maintenant procéder au calcul du champ des déplacements. Beaucoup d'options sont réglables, mais agissent à des niveaux de calculs différents. Pour se rendre compte de leurs rôles réels, il faut faire beaucoup de tests et de calculs en ne changeant qu'un paramètre à la fois. On trouve d'abord des options de correction d'image, puis un pré-traitement, ensuite le calcul de corrélation en lui même, et enfin le post traitement. Les différents paramètres du logiciel « DaVis » utilisés sont optimisés pour obtenir un champ de déplacement correct et cohérent d'une part, et un temps de calcul raisonnable d'autre part.

2.2. 2. Calcul du champ de déformation

Les différentes composantes du tenseur de déformation E_{ij} dans le plan (X, Y) sont définies par :

- E_{xx} et E_{yy} sont les déformations normales qui décrivent la déformation locale unidimensionnelle $\frac{dL}{L}$, respectivement, dans la direction X et Y.
- E_{xy} et E_{yx} sont les déformations qui décrivent le cisaillement local en projection sur X (ou Y) d'une surface de normale Y (ou X).

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés uniquement à la composante verticale E_{yy} (suivant la direction de la traction).

A partir du tenseur de déformation généralisé E_{ij} (écrit dans une base quelconque dans le plan (X, Y)), les valeurs des déformations principales (Voir Fig. 96) ainsi que l'angle θ_p définissant les directions associées sont donnés par les relations suivantes [128]:

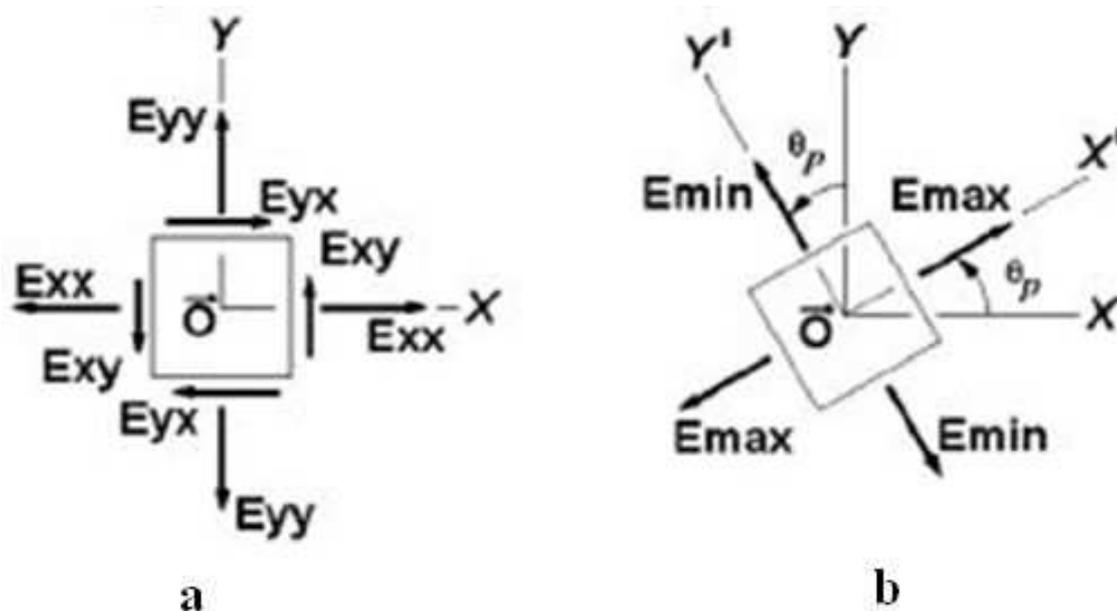


Fig. 96 : Composante du tenseur de déformation E_{ij} dans le plan (XY) .
 a) Avant application de charge, b) Après application d'une charge [128]

$$\left\{ \begin{array}{l} E_{\min}^{\max} = \frac{E_{xx} + E_{yy}}{2} \pm \sqrt{\left| \frac{(E_{xx} - E_{yy})^2}{4} \right| + E_{xy}'^2} \\ \tan(2\theta_p) = \frac{2E_{xy}'}{E_{xx} - E_{yy}} \end{array} \right. \quad \text{avec} \quad E_{xy}' = \frac{E_{xy} + E_{yx}}{2} \quad (28)$$

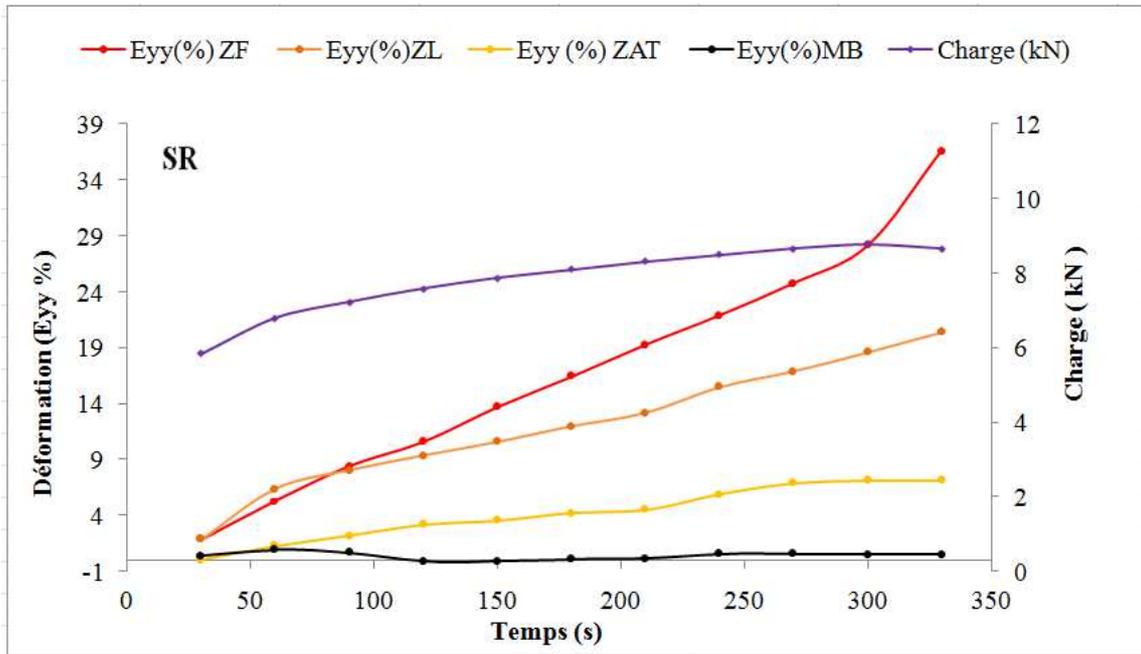


Fig. 97 : Déformations locales dans les différentes zones de la soudure de référence (SR)

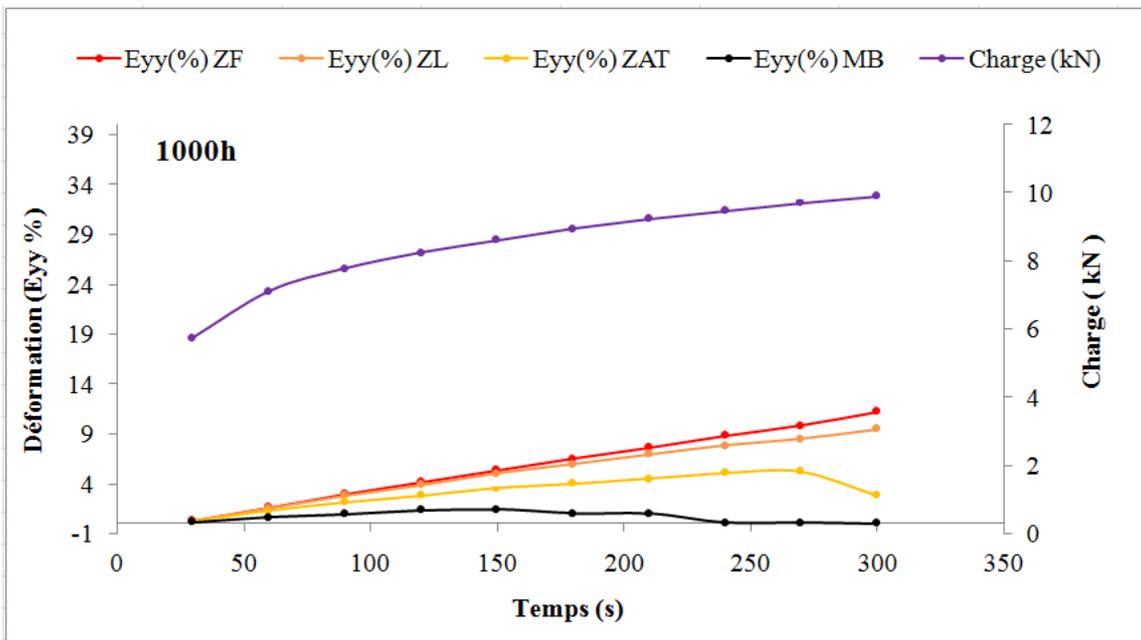


Fig. 98 : Déformations locales dans les différentes zones de la soudure vieillie pendant 1000 h à 700 °C

Les différentes zones de la soudure de référence se sont plus déformées que leurs semblables dans la soudure vieillie durant 1000 h. La présence de la phase σ dans la soudure vieillie que ce soit dans la zone fondue ou bien dans la ZAT ou alors au niveau du métal de base est la cause principale de ce comportement.

2.3. Endommagement et facies de rupture

2.3.1. Endommagement dans la région adjacente de la zone fondue

Une observation au microscope électronique à balayage (MEB) sur la surface transversale des deux soudures ainsi que sur les faciès de rupture, nous ont permis de faire quelques constats. Dans la Fig.99 prise dans le métal de base, dans une région proche de la zone fondue dans la soudure de référence, nous constatons de petites particules noires confinées dans les régions ferritiques d'aspect gris foncé. Ces particules peuvent être des amas de cavités ou de microfissures qui se sont produit dans la ferrite [129]. Dans cette même figure, nous observons une structure austénitique isotrope avec des joints de grains bien apparents. Nous constatons également une grande densité de macles et de bandes de glissement dans les grains de l'austénite. Pour certains grains, deux systèmes de glissement se sont manifestés (bandes de glissement croisées).

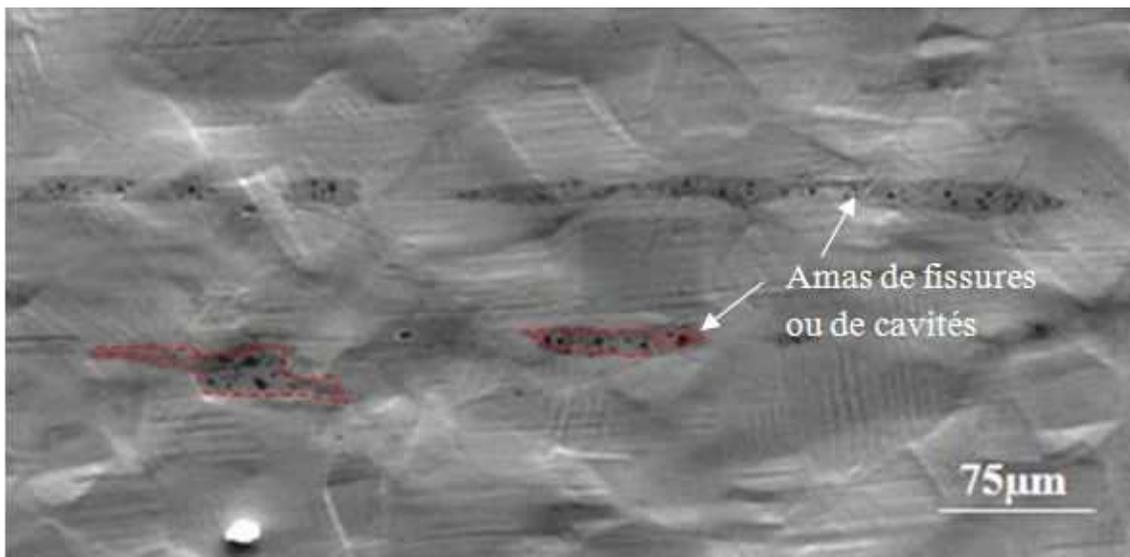


Fig.99 : Micrographie montrant des amas de fissures ou de cavités dans les régions ferritiques du métal de base déformé proche de la zone de rupture dans la soudure de référence

Plusieurs auteurs [89-91, 129,130] ont étudié en détail les mécanismes d'endommagement et de rupture, sous sollicitation monotone, des aciers austéno-ferritiques. Ces auteurs trouvent que le mécanisme de rupture de l'austénite reste ductile, alors que la ferrite rompt selon trois modes différents suivant son niveau de vieillissement et la température d'essai (Voir Fig.100). Lorsque le matériau est très faiblement vieilli, la ferrite rompt de manière ductile et ce, quelle que soit la température d'essai [51].

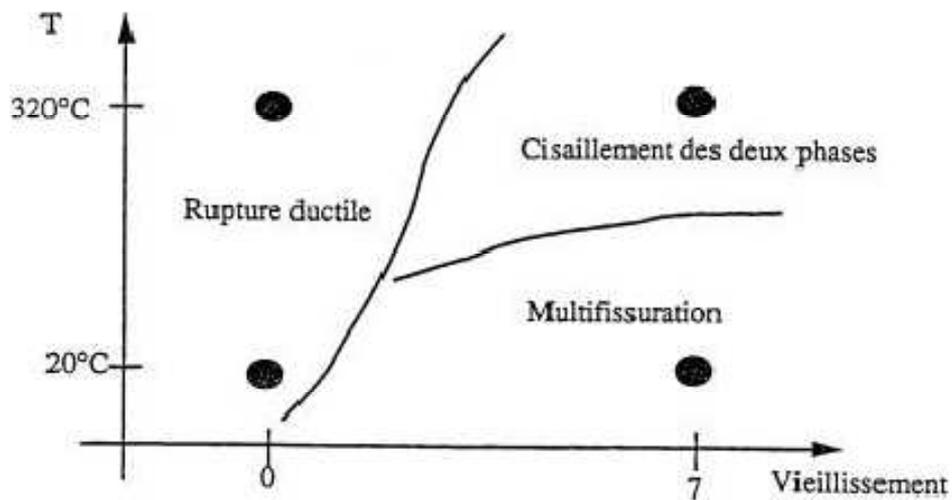


Fig. 100 : Mécanismes d'endommagement et de rupture d'un acier austéno-ferritique en fonction de son degré de vieillissement variant de 0 à 7 et de la température d'essai [91]

Slama et al. [92] trouvent qu'à l'ambiante, la rupture de l'acier austéno-ferritique vieilli se déroule en trois étapes (Voir Fig. 101). Des microfissures de clivage $\{100\}\alpha$ apparaissent tout d'abord dans la ferrite. Puis ces microfissures se propagent dans l'austénite qui se déforme plastiquement. Les ligaments d'austénite finissent alors par rompre suite à la coalescence des cavités. L'orientation de la ferrite mais aussi celle de l'austénite par rapport à la direction macroscopique de traction vont conditionner l'apparition du clivage dans la ferrite [90]. L'endommagement apparaît préférentiellement dans les zones où la ferrite est bien orientée pour cliver ou dans les zones où les incompatibilités de déformation entre les deux phases sont grandes. Le mécanisme de rupture de l'austénite n'est pas affecté par le vieillissement. Celui de la ferrite dépend à la fois du niveau de vieillissement (ductile/fragile) et de la température d'essai (clivage/cisaillement).

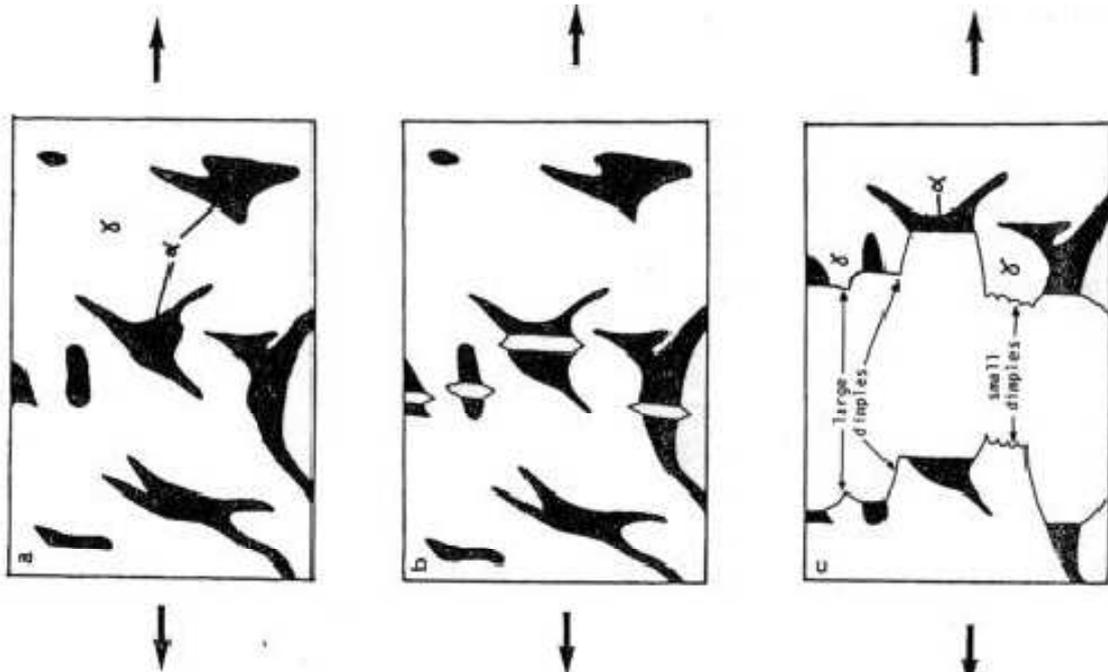


Fig. 101 : Mécanisme d'endommagement et de rupture des aciers austéno-ferritiques vieillis testés en traction à l'ambiante [92]

Verhaeghe [91] trouve que le vieillissement des aciers austéno-ferritiques (duplex) par traitement thermique conduit à une fragilisation de la ferrite. Ces derniers ont caractérisé par diffraction des rayons X le comportement mécanique local de l'austénite et de la ferrite au sein d'un grain. Ils ont ensuite caractérisé l'état de contrainte dans la ferrite qui provoquait l'apparition de fissures de clivage.

Dans la Fig. 102, nous observons une micrographie (MEB) montrant la déformation du métal de base proche de la zone de rupture lors de l'essai de traction de la soudure de référence. Rappelons que la rupture dans cette soudure s'est faite dans la zone de liaison séparant le métal de base de la zone fondue. Par ailleurs on sait que l'activation des systèmes de glissement par rapport à la sollicitation mécanique ne se fait pas d'une manière aléatoire. En effet, les bandes de glissement sont orientées dans des directions bien déterminées (ce qui est observé clairement dans cette micrographie). Ces dernières sont parfois croisées. De plus, d'un grain à un autre elles changent de direction, cela est dû à l'orientation cristallographique propre à chaque grain (par exemple G_1 et G_2 dans la même figure).

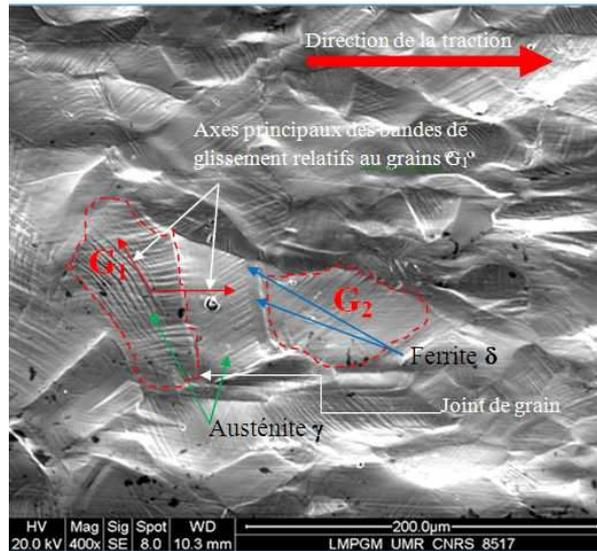


Fig.102 : Micrographie MEB indiquant la déformation du métal de base proche de la zone de rupture (ZL) lors de l'essai de traction de la soudure de référence

La Fig.103 montre les zones d'endommagement dans la ZAT de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C proche de la zone de rupture c-à-d proche du centre de la zone fondue de cette soudure. Cette image prise au MEB en électrons rétrodiffusés (BSE) nous montre clairement l'hétérogénéité chimique qu'il y a entre le métal de base avoisinant la zone fondue et la composition chimique de cette dernière. Cette figure nous montre également la différence de texture entre la microstructure dans la ZAT et celle de la zone fondue.

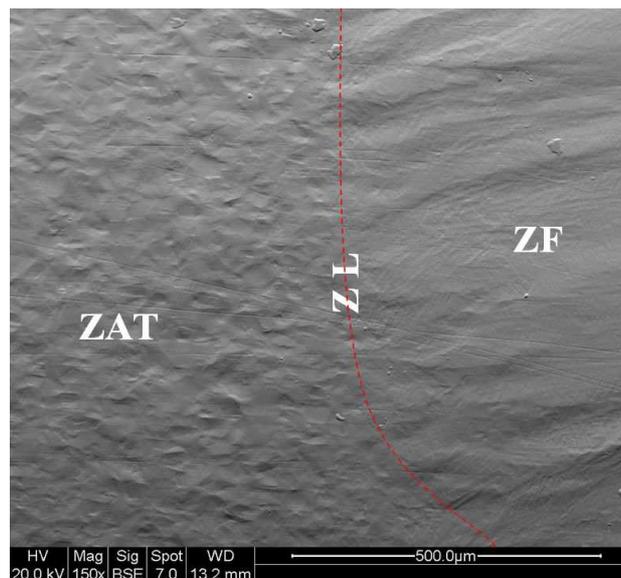


Fig. 103 : Micrographie MEB en BSE montrant l'endommagement dans la ZAT de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C proche de la zone de rupture (centre de la ZF)

2.3.2. Analyse des faciès de rupture

L'usage des termes ductile ou fragile est très courant, mais peut prêter à confusion : il est basé sur l'observation à l'œil de la déformation plastique macroscopique, qui est appréciable ou non. Ainsi observe-t-on des cassures par clivage (fragile à l'échelle du grain) précédées d'une déformation notable; inversement, une cassure par traction d'une pièce fortement entaillée se produit brusquement par glissement ductile avec une déformation macroscopique quasi nulle. Par ailleurs, un aspect granulaire peut être de faciès ductile. Malgré ces difficultés liées à la terminologie, ces termes ductile/ fragile sont à conserver dans la pratique courante, car toute déformation préalable à la rupture prévient l'utilisateur et apparaît donc sécurisante. La matière cristalline est en général composée d'une multitude de petits cristaux (ou grains) accolés les uns aux autres, comme soudés entre eux. Dans certains cas, la rupture fragile se fait par décollement des cristaux les uns des autres, les faces que l'on voit sont les faces de ces cristaux ; on parle de rupture inter-granulaire. Lorsque les cristaux sont bien adhérents entre eux, ou bien lorsqu'il n'y a qu'un seul cristal (cas des pierres précieuses), la rupture a lieu au sein des cristaux, selon des plans cristallographiques denses ; on parle alors de rupture trans-granulaire, ou encore de clivage [131]. Les faciès de rupture dans la soudure de référence (SR) sont à dominance (majoritairement) ductiles (voir Fig. 104a). Les cupules (nervures) caractéristiques de la rupture ductile ont des tailles qui varient de quelques microns à quelques dizaines de microns en forme équiaxes. On note aussi la présence de quelques endroits où le faciès est lisse caractéristique de rupture ductile. Par contre les faciès de rupture dans la soudure vieillie pendant 1000 h à 700 °C sont majoritairement fragiles (voir Fig.104b).

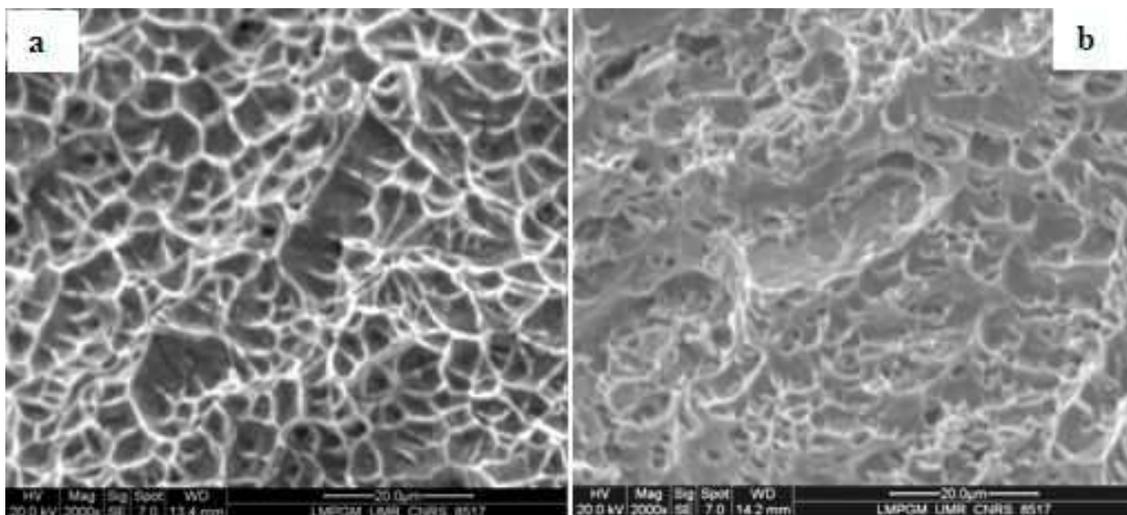


Fig. 104 : Micrographies MEB montrant les faciès de rupture dans : a) soudure de référence, b) soudure vieillie à 700 °C pendant 1000 h

En général, nous constatons dans les deux soudures des zones de transition constituées (zones à mode de rupture mixte) de plages où la rupture est fragile (intergranulaires et transgranulaires). Toutefois, les aciers inoxydables austénitiques présentent souvent des modes de rupture du type ductiles dont les faciès sont orientés le plus souvent suivant la direction de traction. La rupture fragile se fait par décollement des cristaux les uns des autres, les faces que l'on voit sont les faces de ces cristaux (dans notre cas il s'agit du précipité σ) (voir Fig.104b) ; on parle de rupture inter-granulaire. Il ya moins de cupules dans le faciès de rupture de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C. On constate la présence de zone non cupulée dans ce faciès de rupture (cisaillement de plans qui témoignent de la présence de phase σ). Lors du vieillissement une grande partie du Mo dans la zone fondue est consommée lors de la précipitation de la phase σ . Cet élément aura moins d'effet sur le piégeage du phosphore (P) et par conséquent sur la fragilisation dans cette zone.

Certains auteurs [89] ont constaté que l'endommagement par clivage apparaissait sous forme d'amas et que ces amas correspondaient bien souvent aux grains austénitiques (voir Fig. 105). Ils ont donc étudié l'influence de la direction macroscopique de sollicitation vis-à-vis des orientations relatives de la ferrite et de l'austénite. Deux situations pouvaient être distinguées :

✓ Lorsque l'axe de traction est proche d'une direction $\langle 100 \rangle_{\delta}$, le clivage de la ferrite est facile. Ce sont ces grains ferritiques qui vont s'endommager fortement.

✓ Lorsque l'axe de traction n'est pas proche d'une direction $\langle 100 \rangle_{\delta}$, le clivage de la ferrite va dépendre de la compatibilité ou non de déformation des deux phases. Lorsque le système dense commun (au sens de Kurdjumov-Sachs) à la ferrite et à l'austénite présente un facteur de Schmid élevé (> 0.4), l'incompatibilité de déformation est faible ce qui réduit l'apparition du clivage. En revanche, si le facteur de Schmid est plus faible (< 0.3), le clivage peut apparaître suite à l'incompatibilité de déformation qui provoque une augmentation de contrainte ou de déformation dans la ferrite.

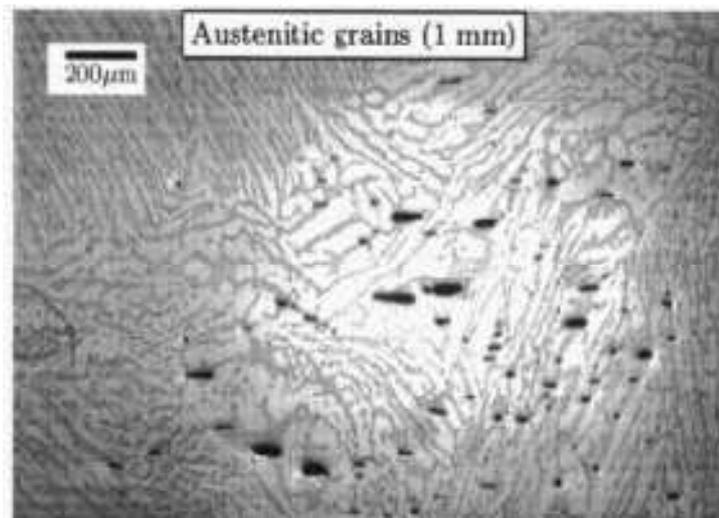


Fig. 105 : Amas de fissures de clivage dans la section d'une éprouvette de traction polie et attaquée au réactif de Murakami [129]

Dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C, nous observons des domaines qui présentent des signes d'arrachement par clivage (domaine fragiles). Ces domaines sont les zones occupées par la phase σ (phase fragilisante) (voir Fig.106a). Nous constatons également une fissuration au sein de cette même phase (voir Fig. 106b).

Les déchirures par glissement et par décollement (décohésion sans clivage) peuvent aussi se produire le long des joints de grain lorsque certains éléments d'alliage y sont concentrés soit en solution, soit sous forme de particules (précipités). Dans ce dernier cas, la surface des grains de la cassure est garnie de cupules centrées sur la phase σ dans le cas des aciers inoxydables austénitiques sensibilisés vers 650-800 °C [131] (voir Fig.108).

Nous remarquons également une sensible orientation dans les faciès de rupture au niveau de la soudure vieillie comparée à celle non vieillie (soudure de référence) (Voir Fig.107).

Les résultats de la microanalyse chimique réalisée à l'EDX au niveau de la particule se trouvant dans un des creux du faciès de la soudure vieillie jusqu'à 1000 h montre une composition chimique similaire à celle de la phase σ du type Fer/Cr (49/41) (voir Fig.108 et Tab. 11).

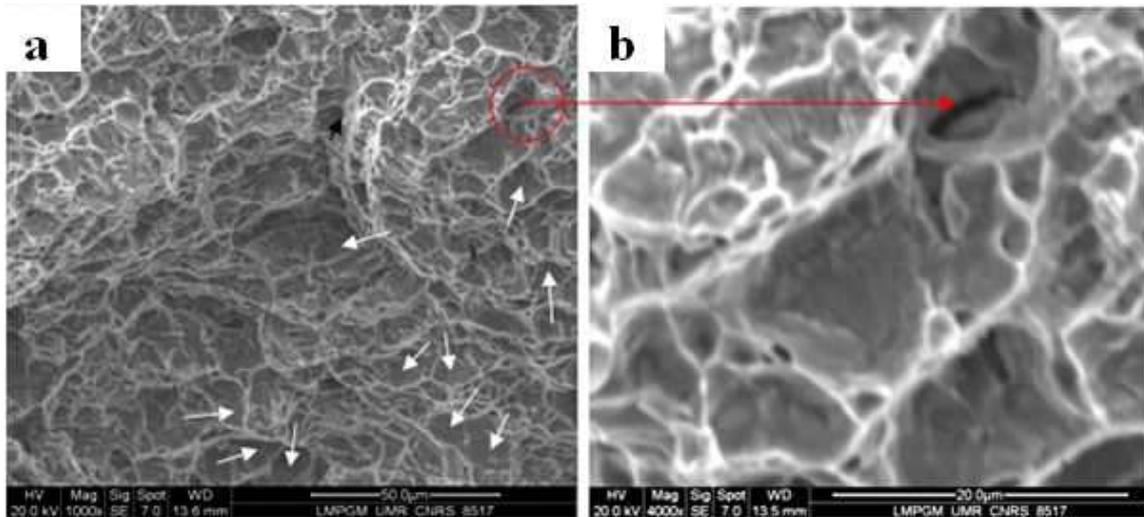


Fig. 106 : a) Rupture fragile par clivage dans les zones de précipitation de la phase σ , b) fissuration dans la phase σ

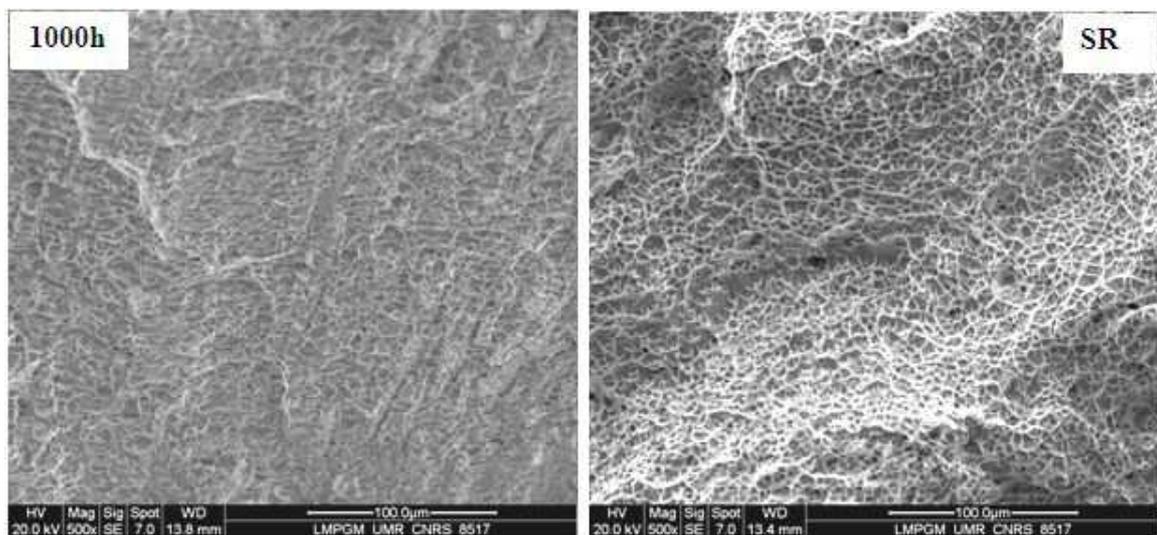


Fig. 107 : Orientation marquée du relief des faciès de rupture dans la soudure vieillie comparée à celui de la soudure de référence (non vieillie).

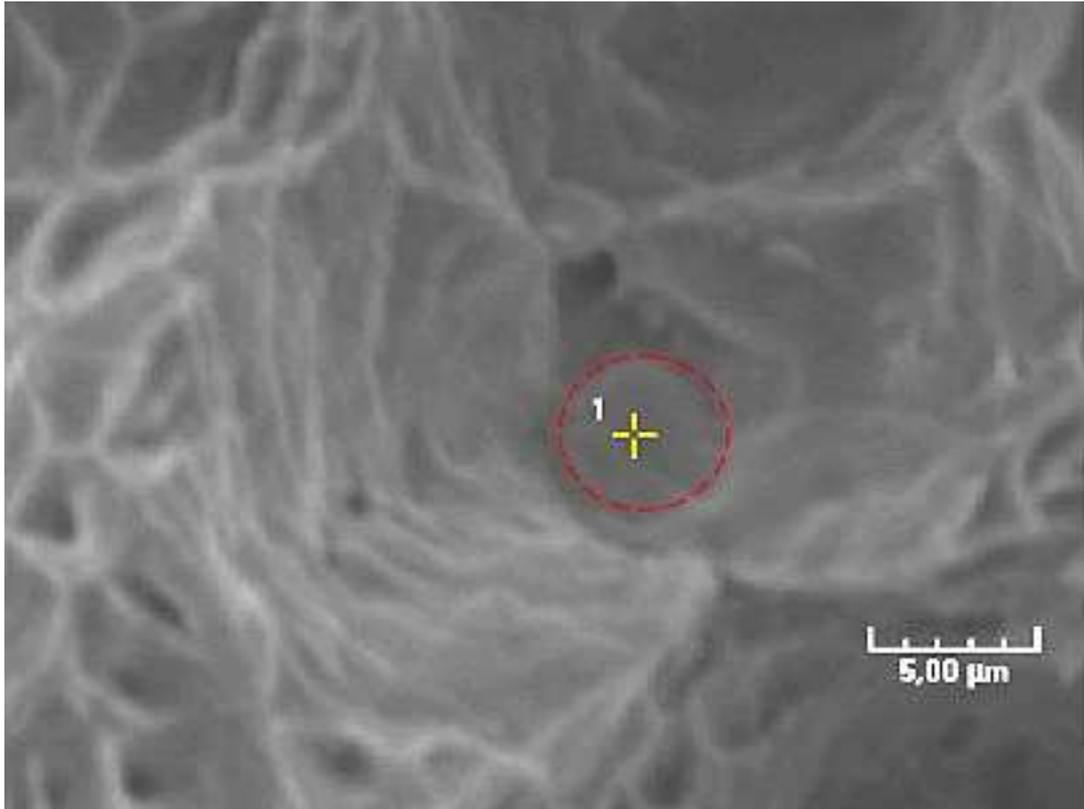


Fig. 108 : Micrographie (MEB) en électrons rétrodiffusés (BSE) indiquant une particule dans le creux d'une cupule dans le faciès de rupture de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C

Tab.11 : Composition chimique de la particule se trouvant dans le creux d'une cupule dans la Fig. 108

<i>Elément</i>	<i>Si</i>	<i>Cr</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>
<i>Wt(%)</i>	0.17	40.93	48.89	3.67	0.95

Janovec et al. [69], ont traité la fractographie des aciers inoxydables austénitiques non stabilisés AISI 316 obtenue suite à des essais de traction. Des études de microscopie optique et de microscopie électronique à balayage et à transmission ont été effectuées afin de caractériser les relations entre la microstructure de l'acier, les propriétés mécaniques et le mode de rupture. Le mode de rupture transgranulaire ductile s'est avéré dominant dans la rupture de l'acier à des températures de 20°C et 650°C. Les faciès de rupture d'échantillons soumis à des essais de traction à 20°C ont révélé des fissures intergranulaires qui sont typiques d'un mode de rupture par clivage. Une bonne

corrélation fut établie entre la présence de grosses particules sur les bordures de grains et l'apparence de clivage. Les fractographies réalisées sur l'acier 316L à l'état écroui [132] indiquent que la rupture en traction est transgranulaire ductile à cupules.

Selon les analyses faites dans plusieurs régions de la zone fondue de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C, nous avons constatés la présence de phase σ différente d'un endroit à un autre. Nous avons trouvé une phase σ de nature chimique Fe-Cr-Mo comme nous avons trouvé une autre de nature chimique Fe-Cr. Ceci revient probablement à la présence du Mo dans la zone fondue qui n'est pas homogène dans toutes les régions de cette zone. Les conditions de soudage, à savoir la vitesse de soudage et la nature des cycles thermiques n'ont pas permis à cet élément de diffuser d'une manière homogène dans toute la zone fondue lors de l'opération de soudage. Enfin, l'histoire thermique locale au sein de la zone fondue a conditionné l'hétérogénéité chimique au sein de cette zone, laquelle à son tour, va conditionner la précipitation de la phase σ et imposer sa nature chimique.

L'apparence de clivage dans les faciès de rupture dans la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C a été bien confirmée par la présence de particules de phase σ dans ces régions de la zone fondue de cette soudure.

***CONCLUSION GENERALE
ET PERSPECTIVES***

Dans cette étude nous avons exploité différentes techniques (MO, MEB, EDX, MET et DRX) pour l'observation et la caractérisation des transformations survenues dans la soudure lors de son maintien à 700 °C. Nous avons également utilisé des techniques nouvelles dans la caractérisation mécanique de ces soudures. Des essais de traction assistés par la technique de la corrélation d'image digitale (CID) nous ont permis le calcul des déformations locales au sein des différentes zones des soudures. Les conclusions suivantes peuvent être retenues:

1. Le métal d'apport du type 308L contenant plus d'éléments alphas que le métal de base du type 316L n'est pas mieux indiqué pour être utilisé dans les soudures travaillant à haute température.
2. La solidification primaire en mode ferritique ainsi que la diffusion du Mo vers la ZF favorisent la précipitation de la phase σ .
3. Contrairement à l'austénite, les régions ferritiques sont instables.
4. Une phase σ riche en Cr et en Mo a précipité dès les premières heures (140 h) de maintien à 700 °C.
5. Le Mo présent dans la zone fondue provient des bords de la soudure lors du soudage.
6. Vraisemblablement, la phase σ a germé dans les joints d'interphases γ/δ , ensuite les particules de cette phase ont continué leur croissance dans les régions ferritiques.
7. A la fin de cette transformation une austénite secondaire (γ_2) riche en Cr et Mo apparaît séparant la phase σ de l'austénite mère. Après 1000 h de maintien, toute la ferrite s'est transformée selon la réaction suivante : $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$.

- 8.** Dans cette étude et dans les conditions de notre travail les carbures n'ont pas été observés malgré leur forte cinétique de précipitation comparés à la phase σ . Ces derniers, peuvent selon certains auteurs [4,6,76] avoir précipité durant les premiers stades du vieillissement.
- 9.** Les différentes zones de la soudure de référence (soudure non vieillie) se sont plus déformées que celles de la soudure vieillie durant 1000 h à 700 °C. Dans les deux soudures la déformation dans la zone fondue est plus importante que celle dans les autres zones de la soudure.
- 10.** Les faciès de rupture sont en mode fragile (présence de clivage) dans le cas de la soudure vieillie, contrairement à ceux de la soudure de référence (non vieillie) qui sont majoritairement ductiles (présence de cupules). Le relief de ces faciès de rupture montre une orientation bien apparente dans la soudure vieillie, contrairement à celui de la soudure non vieillie.
- 11.** La rupture s'est faite dans la zone fondue dans la soudure vieillie durant 1000 h. L'amorce de fissure s'est faite dans la phase σ . Par ailleurs, la rupture dans la soudure de référence (soudure non vieillie), s'est faite dans la ZL séparant le MB de la ZF. L'appauvrissement local en Mo avec le grossissement des grains peuvent être la cause principale de la rupture dans cet endroit. Les joints de phase austénite/ferrite peuvent être probablement le lieu d'amorce des premières fissures.
- 12.** Dans la régions adjacente à la zone fondue (lieu de la rupture) dans la soudure non vieillie, les régions ferritiques montrent la présence de particules noirs. Ces dernières, selon la littérature [92], peuvent être des amas de cavités ou bien des microfissures qui se sont amorcées au sein de la ferrite pour se propager ensuite dans l'austénite.
- 13.** La ferrite présente une fragilisation comparée à l'austénite lors de l'essai de traction. Ceci est confirmé par la littérature.

Tenant compte de toutes ces conclusions et concernant les points qui restent encore sombres et à clarifier dans cette étude, les perspectives suivantes peuvent être dégagées :

- ✓ Un travail d'analyse thermique différentielle est envisageable, il permettrait de détecter les températures seuil d'apparition des deux phases lors de la solidification et de décrire plus précisément le processus.
- ✓ Un travail de filiations de composition au MET, à la recherche d'éventuelles ségrégations d'impuretés au cœur des grains. Ces ségrégations constitueraient des empreintes du liquide interdendritique solidifié en dernier avant la croissance de l'austénite au détriment de la ferrite.
- ✓ Confirmer ou infirmer la précipitation des carbures, en maintenant les soudures à 700 °C durant des temps très courts (inférieur à 1 h).
- ✓ Afin de connaître avec précision les sites de germination de la phase σ dans les différentes zones de la soudure, il est nécessaire d'explorer les interfaces δ/γ et les joints de grains ferritiques.
- ✓ Enfin, il serait intéressant de se pencher sur la texture de la dernière passe de la soudure et de déterminer son impact sur le comportement mécanique de cette dernière.

***REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES***

- [1] **Vitek J.M., David S.A.** « Effect of initial composition distribution on the phase transformation behaviour in the Fe-Cr-Ni system ». Material Research Society Symposium Proceeding. 1996, Vol. 398, p. 507-512.
- [2] **Farrar R.A., Thomas R.G.** « The microstructure and phase transformations in Duplex 316L submerged arc weld metals ». Journal of Materials science. 1983, Vol.18, p. 3461-3474.
- [3] **Liu F., Hwang Y.H., Nam S.W.** « Precipitation of σ -phase and creep-fatigue behaviour of 308L steel weldments ». Materials Science and Engineering A. 2008, Vol.483-484, p. 418-421.
- [4] **Weiss B., Stickler R.** « Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel ». Metallurgical Transactions. 1972, Vol.3, p. 851-866.
- [5] **Lai JKL.** « A study of precipitation in AISI type 316 stainless steel ». Materials Science and Engineering. 1983, Vol. 58, p.195-209.
- [6] **Padilha A.F., Escriba D.M., Materna-Morris E., Rieth M., Klimenkov M.** « Precipitation in AISI 316L (N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years ». Journal of Nuclear Materials. 2007, Vol. 362, p. 132-138.
- [7] **Gill T.P.S., Vijayalakshmi M., Gnanamoorthy J.B., Padmanabhan K.A.** «Transformation of delta-ferrite of type 316L stainless steel welds metal ». Welding Journal Research Supplement. Mai 1986, Vol. 65, n°5, p.122-128.
- [8] **Shankar V., Gill T.P.S., Mannan S.L., Sundaresan S.** « Effect of nitrogen addition on microstructure and fusion zone cracking in type 316L stainless steel weld metals ». Materials Science and Engineering A. 2003, Vol. 343, p. 170-181.
- [9] **Lippold J.C., Savage, W. F.** « Solidification of austenitic stainless steel weldments. III - The effect of solidification behavior on hot cracking susceptibility ». Welding Journal. 1982, Vol.61 (12), p. 388-396.
- [10] **Brooks J.A., Thompson A.W.** « Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds ». International Materials Reviews. 1991, Vol.36, n°1, p.16-44.
- [11] **Savage W.F.** « Solidification, ségrégation et imperfections des soudures ». Soudage et techniques connexes. 1980, Vol. 34, n°11-12, p. 388-403.
- [12] **Matsuda F.** « Hot Crack susceptibility of weld metal ». Advances in Welding Metallurgy, AWS, JWS and JWES. 1990, p.19-35.

- [13] **Shankar V., Gill T. P. S., Mannan S. L., Terrance A. L. E. et Sundaresan S.** « Relation between Microstructure, Composition, and Hot Cracking in Ti-Stabilized Austenitic Stainless Steel Weldments ». Metallurgical and materials transactions A. 2000, Vol. 31A, p. 3109.
- [14] **Brooks J. A., Robino C. V., Headley T. J., et Michael J. R.** « Weld Solidification and Cracking Behavior of Free-Machining Stainless Steel ». 2003, Supplement to the welding journal, p. 51-64.
- [15] **Nishimoto K., Mori H.** « Hot cracking susceptibility in laser weld metal of high nitrogen stainless steels ». Science and Technology of Advanced Materials. 2004, Vol.5, p. 231-240.
- [16] **Kerrouault N.** « Fissuration à chaud en soudage d'un acier inoxydable austénitique stabilisé au titane ».Thèse ECP soutenue le 9 octobre 2000 en collaboration avec le CEA Saclay, France.
- [17] **Cieslak M.** « Solidification cracking and analytical electron microscope of austenite stainless steel weld metals ». Welding Journal. 1982, Vol.61 p.1-8.
- [18] **Kujanpaa V.P., David S. A., White C. L.** « Formation of hot cracks in austenitic stainless steel welds - solidification cracking ». Welding Journal Research Supplement. 1986, Vol. 65, n°8 p. 203-212.
- [19] **Finlan G .T., Lin Y.P., Steeds J.W.** « Microstructure and creep properties of type 316 stainless steel welds ». Materials for nuclear core applications. 1987, BNES, London, p. 147-152.
- [20] **Cieslak M. J., Ritter A. M.** « Precipitate formation in austenitic stainless steel welds ». Scripta Metallurgica. 1985, Vol.19 (2) p. 165-168.
- [21] **Gill T.P.S., Shankar V., Pujar M.G., Rodriguez P.** « Effect of composition on the transformation of δ -Ferrite to σ in type 316 stainless steel weld metals » Scripta Metallia Materialia. 1995, Vol. 32, p.1595-1600.
- [22] **Mathew M.D., Sasikala G., Mannan S .L., Rodriguez P.** « Transformation of δ -ferrite in type 316 stainless steel weld metal during creep deformation ». Materials Science and Technology. Juin 1991, Vol. 7, p. 533-535.
- [23] **Cui Y., Lundin Carl.D.** « Creep behavior of austenitic stainless steel weld metals as a function of ferrite content ». Materials Science and Engineering A. 2007, Vol. 452- 453, p. 284-291.

- [24] **Chen, M.H., Chou C.P.** « Effect of Thermal Cycles on Ferrite Content of Austenitic Stainless Steel ». Science and Technology of Welding and Joining. 1999, Vol.4, p. 58-62.
- [25] **Lothongkum G., Viyanit E., Bhandhubanyong P.** « Study on The Effects of Pulsed TIG Welding Parameters on δ -Ferrite Content, Shape Factor and Bead Quality in Orbital Welding of AISI 316L Stainless Steel Plate ». Journal of Materials Processing and Technology. 2001, Vol. 110 p. 233-238.
- [26] **Kumar S., Shahi A.S.** « Effect of heat input on the microstructure and mechanical properties of gas tungsten arc welded AISI 304 stainless steel joints ». Materials & Design. 2011, Vol. 32, p. 3617-3623.
- [27] **Her-Yueh Huang.** « Effects of shielding gas composition and activating flux on GTAW weldments ». Materials & Design. 2009, Vol. 30, p. 2404-2409.
- [28] **Jun Yan, Ming gao, Xiaoyan Zeng.** « Study on microstructure and mechanical properties of 304 stainless steel joints by TIG, laser and laser-TIG hybrid welding ». Optics and Lasers in Engineering. 2010, Vol. 48, p. 512-517.
- [29] **Prasad Rao K. Rama Rao V.** « Effect of welding parameters and gas composition on ferrite content of austenitic weld and clad metals ». Métallographie. 1995, vol. 32, n°6, p. 312-324.
- [30] **Rehouma K., Bouabdallah M.** « Influence des paramètres de soudage sur la distribution de la ferrite delta dans les joints soudés en aciers inoxydables austénitiques (304 L) ». 17ème Congrès Français de Mécanique, Troyes, Septembre 2005, France.
- [31] **Okamoto Kazutaka, Yoshinari Akira, Aono Yasuhisa et Kato Takahiko.** « Effects of Alloying Elements on Single Crystal Growth and Microstructure of Austenitic Stainless Steels ». Journal of the Japan Institute of Metals. 1999, Vol. 63(12), p. 1591-1599.
- [32] **Lippold J.C., Savage W.F.** « Solidification of austenitic stainless steel : Part I - A proposed mechanism ». Welding Journal Research Supplement. 1979, p. 362-374.
- [33] **Suutala N.** « Effect of solidification conditions on the solidification mode in austenitic stainless steels ». Metallurgical and Materials Transactions A. 1983, Vol.14 (1), p. 191-197.
- [34] **Rajasekhar K., Harendranath C. S., Raman R., Kulkarni S. D.** « Microstructural evolution during solidification of austenitic stainless steel weld

- metals: A color metallographic and electron microprobe analysis study ». Materials characterization. 1997, Vol.38 (2), p. 53-65.
- [35] **Lippold John C., Kotecki Damian J.** « Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels ». 2005, John Wiley & Sons Inc.
- [36] **Singhal,L.K.; Mattin,J.W.** « The formation of ferrite and sigma phase in some austenitic stainless steels ». Acta Metallurgica. 1968, Vol. 16, p. 1441-1451.
- [37] **Barcik J.** « Comparative study on sigma phase precipitation of three types stainless steel ». Materials Sciences and Technology. 1988, Vol. 4 p .5-15.
- [38] **David, S. A., Goodwin, G. M., and Braski, D. N.** « Solidification behavior of austenitic stainless steel filler metals ». Welding Journal .1979, 58(11), p. 330-336.
- [39] **Marshall P.** « Austenitic stainless steels: microstructure and mechanical properties ». 1984, Elsevier.
- [40] **Folkhard E.** « Welding Metallurgy of Stainless Steels”. Springer-Verlag, Wien. 1988, New York, p. 167.
- [41] **Depradeux L.** « Simulation numérique du soudage -Acier 316L. Validation sur cas tests de complexité croissante » Thèse de doctorat, 2004. Institut national des sciences appliquées de Lyon, France.
- [42] **Bouche G.** « Modélisation de l’endommagement à haute température dans le métal d’apport des joints soudés d’acier inoxydable austénitique » Thèse 18 Mai 2000, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [43] **David S .A.** « Ferrite morphology and variations in ferrite content in austenitic stainless steel welds ». Welding Journal Research Supplement. 1981, Vol. 60, n° 4, p. 63-71.
- [44] **Kotecki D. J., Siewert T. A.** « WRC-1992 constitution diagram for stainless steel weld metals: a modification of the WRC-1988 diagram ». Welding Journal. 1992, Vol. 71(5), p. 171s -178s.
- [45] **Vitek J.M., David S.A.** « Phase Stability in Austenitic Steels - New Approaches, Results, and Their Relation to Properties ». Trends in Welding Research, Proceeding of the 4th International Conference. 5- 8 June 1995, Gatlinburg, Tennessee.
- [46] **Schaeffler A. L.** « Constitution diagram for stainless steel weld metal ». Progress. 1949, Vol. 56(11), p. 680.

- [47] **DeLong W. T.** « Calibration procedure for instruments to measure the delta ferrite content of austenitic stainless steel weld metal ». *Welding Journal*.1973, Vol. 52(2), p. 69s.
- [48] **Rehouma K., Bouabdallah M.** « Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé ». 6ème Congrès de mécanique, 15-18 avril 2003, FST Tanger, Maroc.
- [49] **Sourmail T.** « Precipitation in creep resistant austenitic stainless steel » *Materials Science and Technology*. 2001, Vol.17, p. 1-14.
- [50] **Martin Matula, Ludmila Hyspecka, Milan Svoboda, Vlastimil Vodarek, Catherine Dagbert, Jacques Galland, Zuzana Stonawska, Ludek Tuma.** « Intergranular corrosion of AISI 316L steel ». *Materials Characterization* ». 2001, Vol.46, p. 203-210.
- [51] **Calonne Virgine.** « Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austenoferritiques moules : Influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai » Thèse de doctorat 2001. Ecole des mines de paris, France.
- [52] **Lu B.T., Chen Z.K., Luo J.L., Patchett B.M., Xu Z.H.** « Pitting and stress corrosion cracking behavior in welded austenitic stainless steel ». *Electrochemical Acta* 50. 2005, p. 1391-1403.
- [53] **Cui Y., Lundin Carl D.** « Austenite-preferential corrosion attack in 316 austenitic stainless steel weld metals ». *Materials and Design*. 2007, Vol.28, p. 324-328.
- [54] **Cieslak MJ, Ritter AM, Savage WF.** « Solidification cracking and analytical electron microscope of austenite stainless steel weld metals ». *Weld Journal*. 1982, Vol.61, p.1s-8s.
- [55] **Kanokwan Saengtattiyut.** « Effects of Nitrogen on Pitting Corrosion of AISI 304 and AISI 316L Austenitic Stainless Steel Weld Metals in NACE and 3.5 Wt% NaCl ». Thèse June 2000.
- [56] **Trillo E.A., Murr L.E.** « Effects of carbon content, deformation, and interfacial energetic on carbide precipitation and corrosion sensitization in 304 stainless steel ». *Acta materialia*. 1999, Vol.47, p. 235-245.
- [57] **Fihey Jean-Luc.** « Pourquoi les assemblages fissurent-ils ? ».
- [58] **Lee D. J., Byun J. C., Sung J. H., Lee H. W.** « The dependence of crack properties on the Cr/Ni equivalent ratio in AISI 304L austenitic stainless steel

- weld metals ». *Materials Science and Engineering A*. 2009, Vol. 513-514, p. 154 - 159.
- [59] **Jang A. Y., Lee D. J., Lee S. H., Shim J. H., Kang S. W., Lee H. W.** « Effect of Cr/Ni equivalent ratio on ductility-dip cracking in AISI 316L weld metals ». *Materials & Design*. 2011, Vol.32, p. 371-376.
- [60] **Hall E.O., Algie S.H.** « The sigma phase ». *Metallurgical Review*. 1966, Vol.11, p. 61-88.
- [61] **Amari Allahyari A., Farhangi H. S., Hadavi M. M.** « Investigation of aging heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel weld metal ». *WIT Transactions on Engineering Sciences*. 2005, Vol. 51.
- [62] **Kaishu, Guan, Xiaodong Xu, Hong Xu, Zhiwen Wang.** « Effect of aging at 700°C on precipitation and toughness of AISI 312 and 347 austenitic stainless steel welds ». *Nuclear Engineering and Design*. 2005, Vol. 235, p. 2485-2494.
- [63] **Thomas R.G., Yapp D.** « The effect of heat treatment on type 316 stainless steel weld metal ». *Welding Journal research supplement*. 1978, Vol. 57, n°12, p. 361-366.
- [64] **Schwind M., Kallqvist J., Nilsson J.-O., Agren J., Andren H.-O.** « σ -Phase precipitation in stabilized austenitic stainless steels ». *Acta materialia*. 2000, Vol. 48 p. 2473-2481.
- [65] **Rehouma K., Shabadi Raja Shekhara, Taillard R., Bouabdallah M., Imad A.** « Effect of ageing at 700°C on Ferrite Transformation in a 316L/308L weldments ». *Materials and Manufacturing Processes*. 2012, Vol.27, Issue 12, p.1370-1375.
- [66] **Kallqvist, J.; Andren, H.O.** « Microanalysis of a stabilised austenitic stainless steel after long term ageing ». *Materials Science and Engineering A*. 1999, Vol. A 270, p. 27-32.
- [67] **Farrar R.A., Huelin C., Thomas.** « Phase transformation and impact properties of type 17-8-2 austenitic weld metals ». *Journal of Materials science*. 1985, Vol.20, p. 2828-2838.
- [68] **Gill T.P.S., Vijayalkshmi M., Rodriguez P., Padmanabhan K.A.** « On microstructure-property correlation of thermally aged type 316L stainless steel weld metal ». *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1989, Vol .20(6), p. 1115-1124.

- [69] **Janovec J., Blach J., Zahumensky P., Magula V., Pecha J.** « Role of intergranular precipitation in the fracture behaviour of AISI 316 austenitic stainless steel ». Canadian Metallurgical Quarterly. 1999, Vol. 28, N°1 p. 53-59.
- [70] **Kim Y. H., Lee D. J., Byun J. C., Jung K. H., Kim J. I., Lee H. J., Shin Y. T., Kim S. H., Lee H. W.** « The effect of sigma phase formation depending on Cr/Ni equivalent ratio in AISI 316L weldments ». Materials & Design. 2011, Vol.32, p. 330-336.
- [71] **Dong-Yih Lin, Tao-Chih Chang, Guan Ling Liu.** « Effect of Si contents on the growth behavior of σ phase in SUS 309L stainless steels », Scripta Materialia. 2003. Vol. 49, p. 855-860.
- [72] **Bannister S .R., Farrar R.A.** « The effects of creep strain on the kinetics and microstructural transformations of 316 stainless steel weld metals ». Conference on applications of stainless steels, Vol. 1, Stockholm, 1992.
- [73] **H.C. Hsieh, Dong-Yih Lin, Weite Wu.** « Precipitation behaviour of σ phase in 19Cr-9Ni-2Mn and 18Cr-0.75Si stainless steels hot-rolled at 800 °C with various reduction ratios ». Materials Sciences and Engineering A. 2007, Vol.467, p. 181-189.
- [74] **Murr L.E., Advani S., Shankar S., Atteridge D.G.** « Effects of deformation (strain) and heat treatment on grain boundary sensitization and precipitation in austenitic stainless steels ». Materials characterization. 1990, Vol. 24, p.135-158.
- [75] **A.V. Kington and F.W. Noble.** « Formation of σ Phase in Wrought 310 Stainless Steel ». Materials Science and Technology.1995, Vol. 11, p. 268-275.
- [76] **Gill, T.P.S.; Gnanamoorthy, J.B.** « Kinetics of precipitation of $M_{23}C_6$ carbide and chi-phase in type 316 stainless steel ». Transaction Indian Institute of Metallurgy. 1981, Vol. 36, p. 269-273.
- [77] **D.N. Wasnik, G.K. Dey, V. Kain, I. Samajda.** « Precipitation stages in a 316L austenitic stainless steel ». Scripta Materialia. 2003, Vol. 49, p. 135-141.
- [78] **Thomas R.G., Yapp D.** « The effect of heat treatment on type 316 stainless steel weld metal ». Welding Journal research supplement. Décembre 1978, Vol. 57, n°12, p. 361-366,
- [79] **J .N.Calvet, A.Leclou, P. Pétrequin.** « Propriétés mécaniques à haute température de joints soudés en aciers inoxydables austénitiques ». Métaux-Corrosion Industrie. Janvier 1977, Vol.53, p.12.

- [80] **Mathew M .D ., Sasikala G., Mannan S .L ., Rodriguez P.** « A comparative study of the creep rupture properties of type 316 stainless steel base and weld metals ». *Journal of Engineering Materials and Technology*. Avril 1993, Vol. 115, p. 163-170.
- [81] **Degallaix S., Foct J.** « L'azote dans les aciers inoxydables austénitiques, 1ère partie : influence sur les caractéristiques métallurgiques ». *Mémoires et Etudes Scientifiques, Revue de Métallurgie*. décembre 1987, p. 645-653.
- [82] **Sato Y.S., Kokawa H.** « Preferential precipitation site of sigma phase in duplex stainless steel weld metal ». *Scripta Materialia*. 1999, Vol.40, n°6, p. 659-663.
- [83] **G.Sasikala, S.K.Ray, S.L. Mannan.** « Kinetics of transformation of delta ferrite during creep in a type 316(N) stainless steel weld metal ». *Materials Sciences and Engineering A359*. 2003, p. 86-90.
- [84] **H. Shaikh, H. S. Khatak, S. K. Seshadri, J. B. Gnanamoorthy, P. Rodriguez** « Effect of ferrite transformation on the tensile and stress corrosion properties of type 316 L stainless steel weld metal thermally aged at 873°K ». *Metallurgical and Materials Transactions A*.1995, Vol. 26, N° 7, p. 1859-1868.
- [85] **King R.T., Stiegler J .O., Goodwin G .M.** « Relation between mechanical properties and microstructure in CRE Type 308 weldments ». *Welding Journal Research Supplement*. 1974, Vol. 53, p. 307-313.
- [86] **Mathew, M .D., Latha S., Sasikala G ., Mannan S .L., Rodriguez P.** « Creep properties of three heats of type 316 stainless steel for elevated temperature nuclear applications ». *Nuclear Technology*. Avri11988, Vol. 81, p.114-121.
- [87] **Tetsumi Yuri Toshio Ogata, Masahiro Saito, Yoshiaki Hirayama.** « Effect of welding structure and delta ferrite on fatigue properties for TIG welded austenitic stainless steels at cryogenic temperatures ». *Cryogenics*. 2000, Vol.40, p. 251-259.
- [88] **Mcirdi Latifa.** « Comportement et endommagement sous sollicitation mécanique d'un acier austéno-ferritique moulé vieilli ». Thèse de doctorat, 2000. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers, Paris, France.
- [89] **Joly P.** « Etude de la rupture d'aciers inoxydables fragilisés par vieillissement à 400°C ». Thèse de Doctorat, 1992. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France.

- [90] **Duval C.** « Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers austénoferritiques Vieillis ». Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris, Janvier 1992.
- [91] **Verhaeghe B.** « Etude microstructurale des modes de déformation et de rupture d'un acier austéno-ferritique vieilli thermiquement » Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1995.
- [92] **Slama G., Petrequin P., Mager T.** « Effect of aging on mechanical properties of austenitic stainless steel castings and welds ». Light Water Reactor Structural Integrity. Ed. Stahlkopf K.E., Steel L.E, Elsevier Applied Science Publishers. 1984, p. 211-240.
- [93] **King R.T., Stiegler J .O., Goodwin G .M.** « Relation between mechanical properties and microstructure in CRE Type 308 weldments ». Welding Journal Research Supplement. 1974, Vol. 53, p. 307-313.
- [94] **Nassour A., Bose W.W., Spinelli D.** « Creep Properties of Austenitic Stainless Steel Weld Metals » .Journal of Materials Engineering and Performance. 2001, Vol. 10, N°. 6 p. 693-698.
- [95] **Sasikala G., Ray S.K., Mannan S.L.** « Evolution of damage in tertiary creep of type 316(N) S.S. weld metal ». Acta Materialia. 2004, Vol.52 (19), p. 5677-5686.
- [96] **Sasikala G., Ray S.K., Mannan S.L.** « Assessment of Creep Behaviour of Austenitic Stainless Steel Welds ». Indira Gandhi centre for Atomic Research. 2006, India.
- [97] **Madi Y.** « Comportement et durée de vie d'une jonction tubulaire soudée en 316L à 600°C ».Thèse de doctorat. Université Blaise Pascal - Clermont II, 18 mai 2001, Ecole des mines de Douai, France.
- [98] **Lacombe P., Baroux B., Beranger G.** « Les aciers inoxydables ». Edition de physique, 1990.
- [99] **Vitek J.M., David S.A.** « Using neural network to describe complex phase transformation behavior ». International Conference on Solid-Solid Phase Transformation. 1999, May 24-28, Kyoto, Japan.
- [100] **Tissot F.X.** « Etude phénoménologique et modélisation du comportement du bain de fusion en soudage TIG en vue d'une application au contrôle de procédé ». Thèse de doctorat, CEA.1998, 184p. France.

- [101] **Michalska J., Sozanska M.** « Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel ». *Materials Characterization*. 2006, Vol. 56, p. 355-362.
- [102] **Gill T.P.S., Gnanamoorthy J.B.** « Kinetics of precipitation of $M_{23}C_6$ carbide and chi-phase in type 316 stainless steel ». *Transaction Indian Institute of Metallurgy*. 1981, Vol. 36, p. 269-273.
- [103] **Jackson E.M.L.E.M., Visser P.E., Cornish L.A.** « Distinguishing Between Chi and Sigma Phases in Duplex Stainless Steels Using Potentiostatic Etching ». *Materials Characterization*. 1993, Vol.31, p.185-190.
- [104] **Henri Paqueton et Jacky Ruste** . « Microscopie électronique à balayage - Principe et équipement- ». *Technique de l'ingénieur*.
- [105] **Bernard JOUFFREY, Miroslav KARLÍK.** « Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Microscope, échantillons et diffraction ». *Technique de l'ingénieur*. 2008, Référence M4134.
- [106] **Mornioli J.P.** logiciel « Electron diffraction version 7.1 »
- [107] **Granjon H.** « Bases métallurgiques du soudage ». 2ème édition. Publication du soudage et de ses applications.1995, 251p.
- [108] **Dadian M.** « Contribution du soudage à la connaissance des phénomènes métallurgiques ». *Soudage et techniques connexes*. 1985, vol. 39, n° 9-10, p. 323-346.
- [109] **Lippold J .C., Savage W.F.** « Solidification of austenitic stainless steel: Part I- A proposed mechanism ». *Welding Journal Research Supplement*, 1979, p. 362-374.
- [110] **Elmer J.W., Allen S.M., Eagar T.W.** « Microstructural Development during Solidification of Stainless Steel Alloys ». *Metallurgical and Transactions A*. 1989, Vol.20A, p. 2117-2131.
- [111] **Ferrandini P. L., Rios C.T., Dutra A. T., Jaime M. A., Mei P. R., Caram R.** « Solute segregation and microstructure of directionally solidified austenitic stainless steel ». *Materials Science and Engineering A*. 2006, Vol.435-436, p. 139-144.
- [112] **Vilpas, Martti.** « Prediction of microsegregation and pitting corrosion resistance of austenitic stainless steel by modelling.Espoo ». *Technical Research Centre of Finland*. 1999, VTT Publication 390, 139p. + app.27p.

- [113] **Elmer J.W., Allen, S.M., Eagar T.W.** « Single-phase solidification during rapid-resolidification of stainless steel alloys ». Proceeding of the Materials Weldability Symposium Park, OH.1990, p. 143.
- [114] **Nakagawa, Ryuichi; Ootoguro, Yasuo; Kawabe, Yoshikuni.** « The partition of alloying elements between phases and the relation between the amount of δ -ferrite and magnetic property of chromium-nickel stainless steel ». Transaction National Research Institute of Metals.1963, Vol.5 (6), p. 259-266.
- [115] **Smithells Metals Reference Book.** « Diffusion in metals ». Seventh Edition. 1992, E.A.BRANDES & .B.BROOK. p.13/1-13/118.
- [116] **Pal K., Surjya K.** « Monitoring of Weld Penetration Using Arc Acoustics ». Materials and Manufacturing Processes. 2011, Vol. 26, p. 684-693.
- [117] **Balasubramanian V., Lakshminarayanan A.K., Varahamoorthy R., Babu S.** « Understanding the parameters controlling plasma transferred arc hardfacing using response surface methodology ». Materials and Manufacturing Processes. 2008, Vol. 23, p. 674-682.
- [118] **Hull F. C.** « Effects of composition on embrittlement of austenitic stainless steel ». Welding Journal. 1973, Vol.52, p.193-203.
- [119] **Bavy J.C.** Chapitre « Aciers inoxydables austénitiques » de l'ouvrage " les aciers inoxydables" les éditions de physique, les Ulis, p.565-610, France, 1990.
- [120] **Andrews K.W.; Dyson D J; Keown S R.** « Interpretation of Electron Diffraction Patterns ». 2nd edition. Adam Hilger LTD, London, 1971.
- [121] **Joubert J.M.** « Crystal chemistry and Calphad modeling of the σ phase ». Progress in Materials Science. 2008, Vol. 53, p. 528-583.
- [122] **Hsieh C.C., Lin Dong-Yih, Chang Tao-Chih.** « Microstructural evolution during the $\delta/\sigma/\gamma$ phase transformation of the SUS 309LSi stainless steel after aging under various nitrogen atmospheric ratios ». Materials Science and Engineering A. 2008, Vol. 475, p. 128-135.
- [123] **Berecz T.; Szabó Péter J.** « Misorientation between austenite and σ -phase in duplex stainless steel ». Periodica Polytechnica, Service Mechanical Engineering. 2005, Vol. 49(2), p. 123-130.
- [124] **Rees W.P., Burns B.D., Cook A. J.** Journal of Iron Steel Institute. 1949, Vol. 162, p.325.
- [125] **Porter D.A., Easterling K.E.** « Phase Transformation in Metals and Alloys », Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1981, p.147-150.

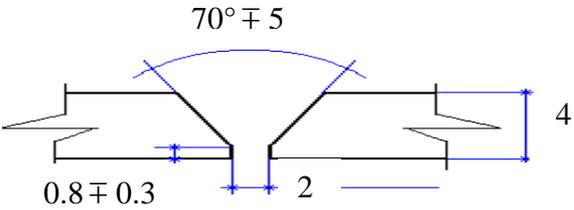
- [126] **Grover H.K., Wickens A.** « Effect of minor elements on long term creep rupture properties of 316 austenitic stainless steel ». Proceedings de la conference international. The Metals Society London, 1982, p.81-87.
- [127] **Briant C.L.** « Sensitization of partially martensitic stainless steel at very low temperatures ». Corrosion. 1982, Vol. 38, p. 596-598.
- [128] **Barry Thomas et Jean-Hubert Schmitt.** « Durcissement des aciers-Rôle de la microstructure ». Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques.
- [129] **Thong Dang-Hoang.** « Rupture et endommagement d'un assemblage boulonné : approche expérimentale et simulation numérique ».Thèse de doctorat. Juillet 2009. laboratoire de mécanique de Lille, France.
- [130] **Bugat S.** « Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis : une approche micromécanique ». Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.
- [131] **Devillers-Guerville L.** « Rupture d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés, fragilisés par vieillissement à 350-400°C : Aspects microstructuraux – Simulation numérique de la dispersion et des effets d'échelle». Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.
- [132] **Pokorny A., Pokorny J.** « Fractographie : Morphologie des cassures ».Technique de l'ingénieur, M 4 121.
- [133] **Auzoux Q.** « Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques - influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire ».Thèse de doctorat. Janvier 2004. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. France.

ANNEXES

Annexe 1 : FICHE TECHNIQUE DE SOUDAGE (F.T.S)**PROCEDE DE SOUDAGE : T .I. G**

ATELIER : Soudo-mécanique
C.S.C Chéraga

POSTE DE SOUDAGE : S.A.F

<p>METAL DE BASE</p> <p>Nuance : 316 L (selon AISI) sous forme de tôle Fournisseur : Raffinerie de Skikda</p>	<p>METAL D'APPORT</p> <p>Nuance : Acier inoxydable austénitique du type 308 L (Z2CN 19 -10) Fil rond : $\phi = 1.6$ mm</p>
<p>JOINT</p> 	<p>POSITION : Tôle fixe en position horizontale, soudage à plat. Courant continu et polarisation positive.</p>

Chanfrein : en V à $70^\circ \mp 5$.

Dimensions des tôles à assembler : deux pièces découpées d'une tôle, ces pièces sont de mêmes dimensions : longueur 500 mm, largeur 150mm et épaisseur 4mm.

TRAITEMENT AVANT SOUDAGE

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

PARAMETRES DE SOUDAGE

Procédé	Intensité (A)	Tension (V)	Energie de soudage (kJ/mm)	Vitesse de soudage (mm/mn)	Diamètre de fil rond (mm)	Débit de gaz de protection (Argon) (l/mn)
T.I.G	80/100	13	1.3	70	1.6	13

Annexe 2 : Paramètres de calcul du champ de déplacement

A partir des images enregistrées, on peut procéder au calcul du champ des déplacements. Beaucoup d'options sont réglables, mais agissent à des niveaux de calculs différents. Pour se rendre compte de leurs rôles réels, il faut faire beaucoup de tests de calculs en ne changeant qu'un paramètre à la fois.

On trouve tout d'abord des options de correction d'images, puis un pré traitement, ensuite le calcul de corrélation, enfin, le post traitement.

❖ Image Preprocessing :

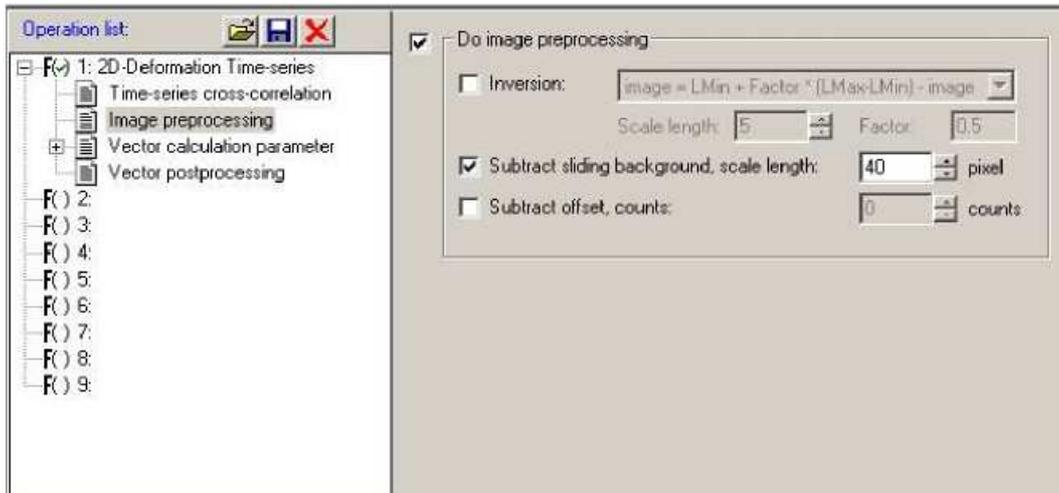


Fig. 1 : Image Preprocessing

En utilisant l'**Image Preprocessing** on a la possibilité de modifier l'image (résolution, netteté) avant que le calcul de vecteur ne soit exécuté. Souvent ceci aide à améliorer la qualité des résultats, particulièrement quand on s'intéresse à une zone locale.

❖ Vector Calculation Parameter :

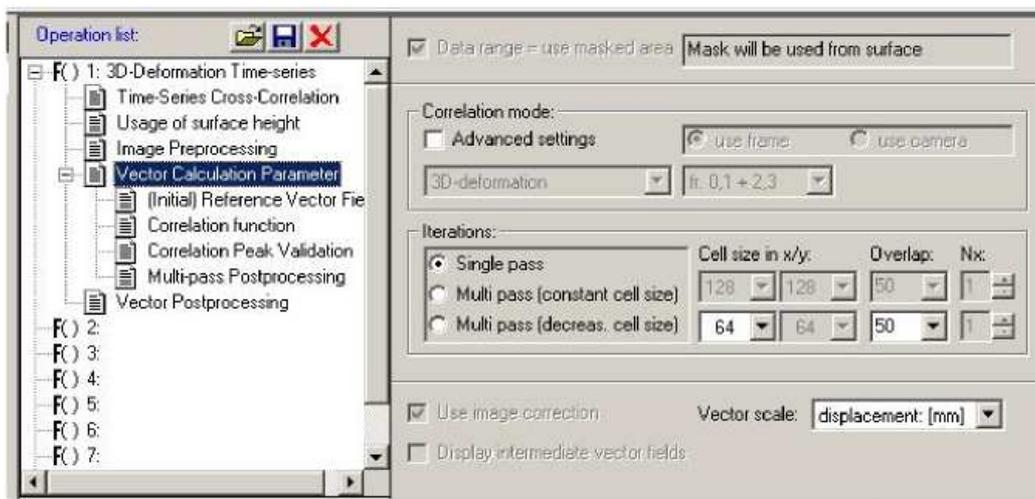


Fig. 2 : Vector Calculation Parameter

En utilisant le **Vector Calculation Parameter** on peut choisir la plage des données, le mode de corrélation et les images qui sont utilisées pour la corrélation. Le calcul peut être fait en un seul pas ou itératif (multi passe). La taille et le chevauchement de fenêtre d'interrogation peuvent aussi être défini. En outre, la correction de l'image permet l'affichage des résultats intermédiaires lors d'un calcul itératif. Enfin, dans ce menu on peut préciser l'unité du déplacement (mm ou pixel).

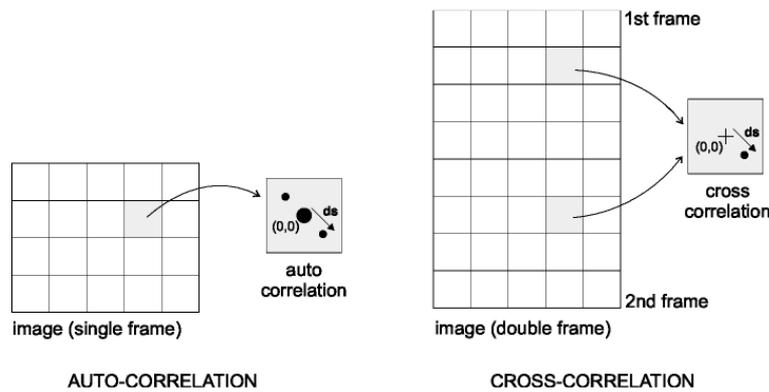


Fig. 3 : Auto- et Cross- Correlation

- **Auto- Correlation** : calcule un champ de déplacement sur une image simple. Dans ce mode, l'image originale se compose d'une grille simple. Il contient l'information de déplacement de particules comme double exposition. L'algorithme calcule l'**Auto-Correlation** de toutes les fenêtres d'interrogation dans l'image originale. Ceci est fait en calculant le « FFT » d'une fenêtre simple, ce qui mène au 2D-auto-correlation. L'**Auto-Correlation** est symétrique et mène à une ambiguïté de direction. C'est l'une des raisons pour laquelle la corrélation croisée est préférable.
- **Cross- Correlation** : calcule un champ de déplacement sur deux images. Dans ce mode, l'image originale se compose de deux grilles. La première grille (0) contient la 1ère exposition tandis que la deuxième grille contient la 2^{ème} exposition. L'algorithme calcule la corrélation croisée de toutes les fenêtres d'interrogation entre l'armature 0 et l'armature 1.

❖ (Initial) Reference Vector Field :

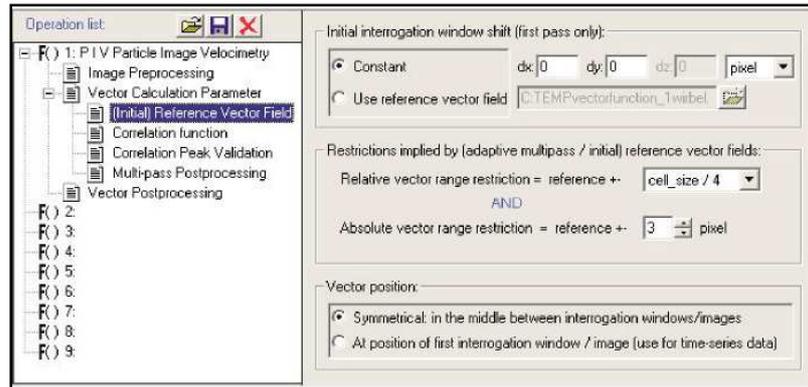


Fig. 4: (Initial) Reference Vector Field

Dans l'option **Reference Vector Field**, on peut choisir la position de la fenêtre d'interrogation pendant le calcul de vecteur pour augmenter le rapport signal/bruit. En plus, on peut choisir les restrictions pour le multi passe en machine et la position du vecteur.

Relative et Absolute Vector Range Restriction déterminent les limitations pour le multi passe. Ces restrictions sont combinées par une opération mathématique. Quand une de ces restrictions n'est pas accomplie le vecteur calculé sera enlevé.

- **Relative Vector Range Restriction = Reference \pm Cell-size/n** indique la déviation du vecteur calculé par rapport au vecteur de référence qui a été calculé dans le passage précédant. Par exemple, si la taille de la fenêtre d'interrogation est 32×32 pixels, la taille de la fenêtre cell-size/10 est indiqué, la déviation du vecteur calculé relativement au vecteur de référence est limitée par les pixel ± 3.2

- **Absolute Vector Range Restriction = Reference \pm n Pixel** fait la même restriction mais avec une gamme donnée directement dans le déplacement de pixel et qui dépend de la taille de fenêtre d'interrogation. Les deux options peuvent être employées simultanément pour ajuster la gamme de vecteur relativement à la taille courante de fenêtre d'interrogation pendant l'algorithme à multi passe. Par exemple, on fait une course de 64×64 vers le bas à la taille de 16×16 et si on sait que les vecteurs ne dévient pas plus de 4 pixels sur une distance 32 pixels, on placerait la gamme absolue au pixel ± 4 . D'autre part on le prévoit qu'en descendant aux plus petites tailles de fenêtre, la déviation entre les vecteurs deviendra plus petite, ainsi une gamme variable

relativement à la taille de fenêtre. ex. : cell-size/16 limiterait les vecteurs aux pixel ± 2 dans la fenêtre 32×32 et au pixel ± 1 dans la fenêtre 16×16 . Pour trouver les meilleures valeurs, on devrait commencer les calculs sans restrictions, ensuite, essayez de limiter le plus possible.

❖ **Correlation Function :**

En utilisant l'option **Correlation Function**, on peut permettre la corrélation de second ordre, le mode élevé d'exactitude et la reconstruction d'image pour le résultat final. En outre on a la possibilité d'enregistrer la carte de corrélation.

❖ **Correlation Peak Validation :**

En utilisant l'option **Correlation Peak Validation**, on peut choisir une gamme dans la taille de fenêtre d'interrogation où la crête de corrélation est acceptée.

❖ **Multi- Pass Postprocessing :**

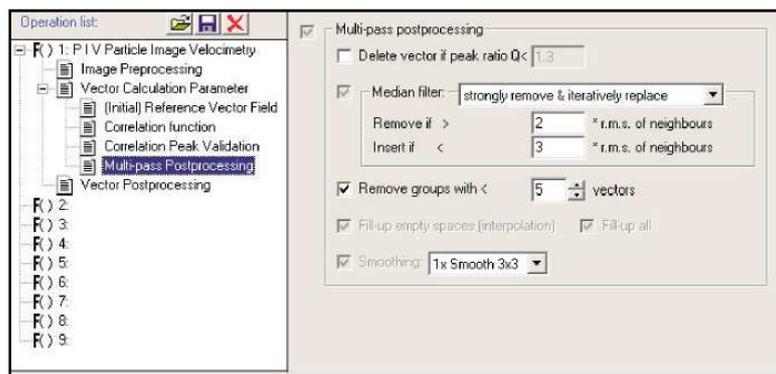


Fig. 5 : Multi- Pass Postprocessing

Dans ce menu, on peut choisir les paramètres pour le post-traitement durant le multi passe. En utilisant le multi- passe, il est recommandé d'effectuer une validation sur chaque champ de vecteur calculé avant d'employer le champ correspondant de vecteur comme référence dans le prochain passage. Quand il y a des « faux vecteurs » ne sont pas supprimés, il est possible que la corrélation avec une taille réduite de fenêtre renvoie de mauvais résultats.

Median Filter, **Fill- Up Empty Spaces (interpolation)**, **Fill- Up All** et **Smoothing** sont des options employées par défaut. En écrivant les valeurs correspondantes on peut choisir le niveau du filtre. Pour des détails voir le paragraphe de **Vector Postprocessing**. **Peak Ratio Q** et **Remove Groups** peuvent être appliqués pour filtrer les champs intermédiaires de vecteur calculés. Pour des détails voyez également le

paragraphe de **Vector Postprocessing**.

❖ **Time- Series Cross- Correlation :**

La corrélation croisée de série de temps est seulement disponible quand l'opération correspondante a été choisie. Il est utile quand on veut enregistrer une série d'images avec une période de temps équidistant.

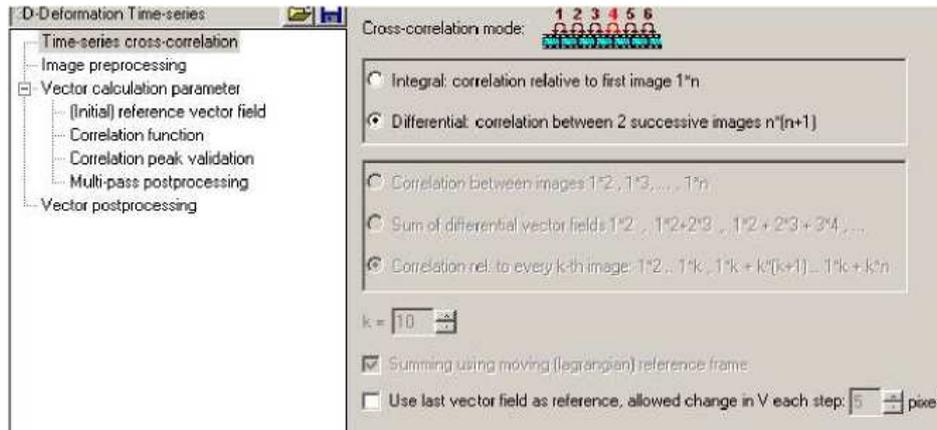


Fig. 6 : Time- Series Cross- Correlation

Integral : **Correlation Relative to First Image 1*n** et option **Sum of Differential Vector Fields 1*2,1*2+2*3,1*2+2*3+3*4,... + Summing Using Moving (Lagrangian) Reference Frame**, ce mode est particulièrement bien adapté pour les grandes déformation.

Les deux paramètres les plus importants pour le calcul de la déformation 2D sont **Time-Series Cross- Correlation** et **Vector Calculation Parameter**.

❖ **Vector Postprocessing :**

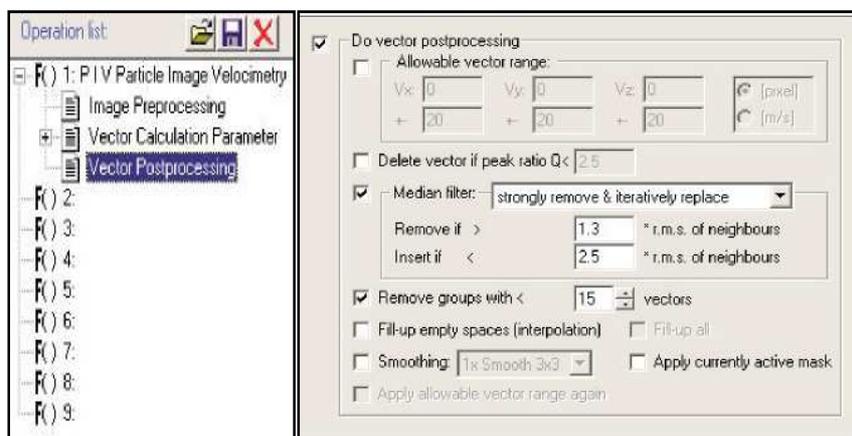


Fig. 7 : Vector Postprocessing

Aussitôt qu'un champ de déplacement a été calculé, des algorithmes de validation de

vecteur peuvent être appliqués pour éliminer les faux vecteurs. Le paramètre pour cette validation peut être choisis dans le menu **Vector Postprocessing**.

❖ **X/Y Plot** :

Le X/Y Plot dialogue peut être atteint en utilisant le bouton de X/Y Plot dans le menu Project Manager. Le dialogue peut être utilisé pour créer une parcelle de terrain de un X/Y Plot de vecteur.

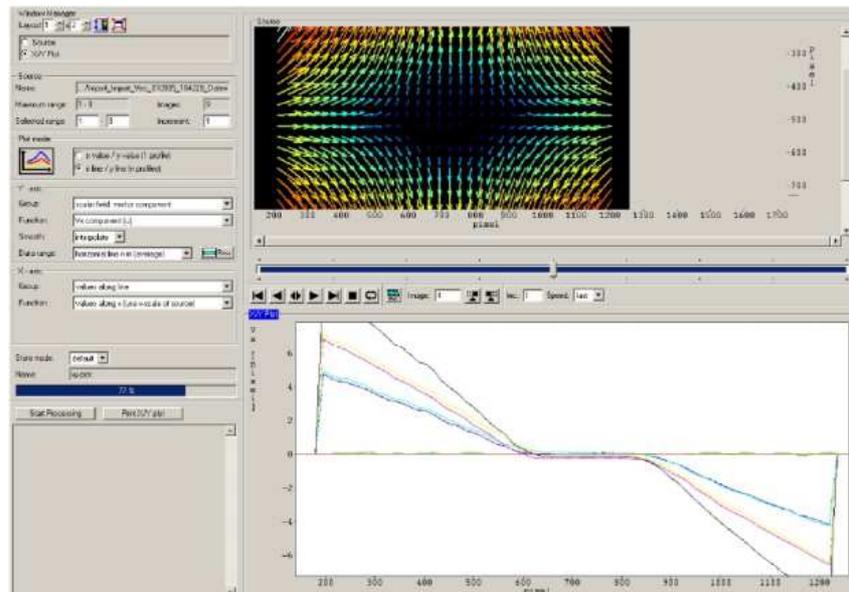


Fig. 8 : X/Y Plot

❖ **Window Manager** :

Le menu **Window Manager** peut être employé pour la configuration d'affichage d'image de la bonne partie du dialogue. Un choix approprié d'images (vertical × horizontal) peut être choisi en utilisant la boîte de textes de disposition dans 1×1 jusqu'à 2×2 de la fenêtre 1. Les types suivants peuvent être montrés :

- **Source** : l'ensemble de données choisi de vecteur qui est employé pour créer le x/y plot
- **X/Y Plot** : résultat de X/Y Plot.

❖ **Plot mode** :

Avant de choisir les données pour le x et y axe des ordonnées, l'utilisateur doit choisir un **Plot Mode**.

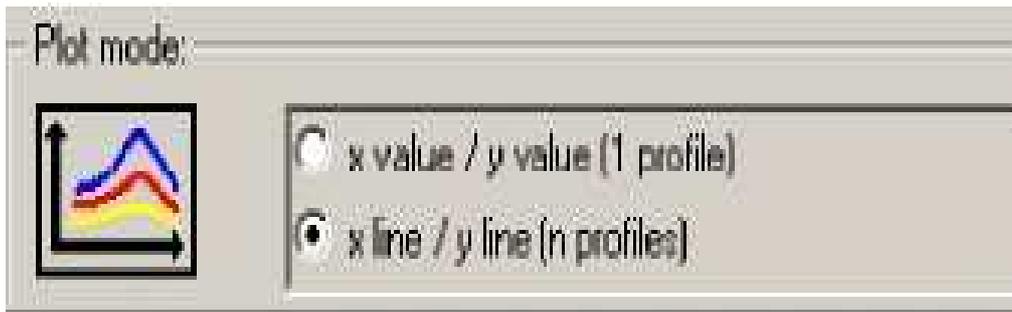


Fig. 9 : Plot Mode

Cette fenêtre permet d'accéder aux choix suivants :

- **X value / Y value (1 profile)** : ce mode qui obtient de chaque point de repères du champ 1 de vecteur de source (la valeur choisie de x et de y) peut créer un profil avec des points de repères de n (nombre de champs de vecteur).

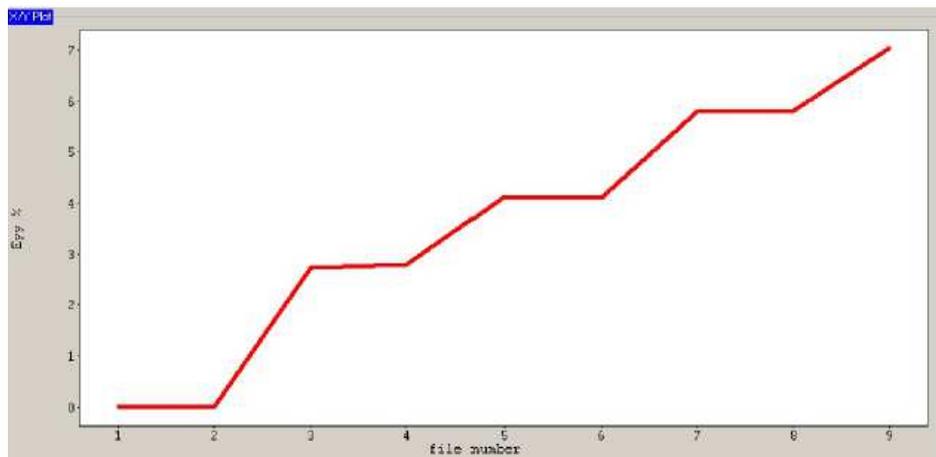


Fig. 10 : Exemple : déformation Eyy pour 9 champs de vecteur

- **X line/ Y line (n profiles)** : ce mode qui obtient de chaque profil du champ 1 de vecteur de source (la ligne des données choisie de x au-dessus de la ligne des données de y) peut créer une parcelle de terrain avec des profils de n (nombre de champs de vecteur).

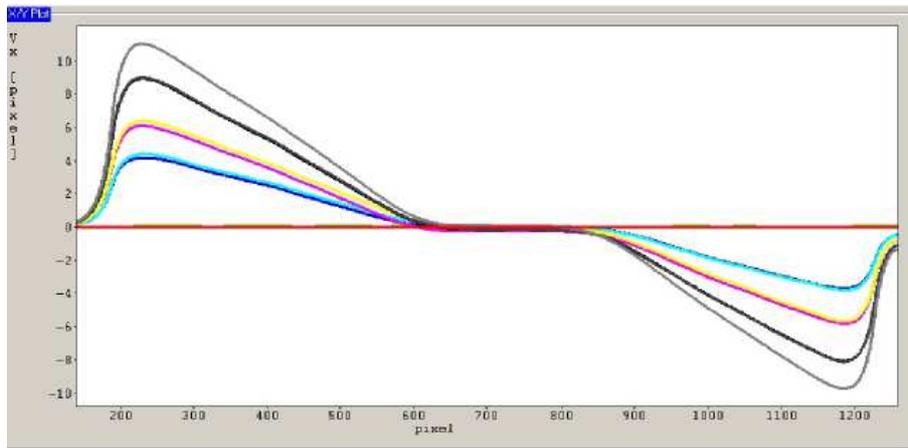


Fig. 11 : Exemple : V_x suivant une ligne indiquée pour 9 vecteurs

❖ Calcul de la déformation :

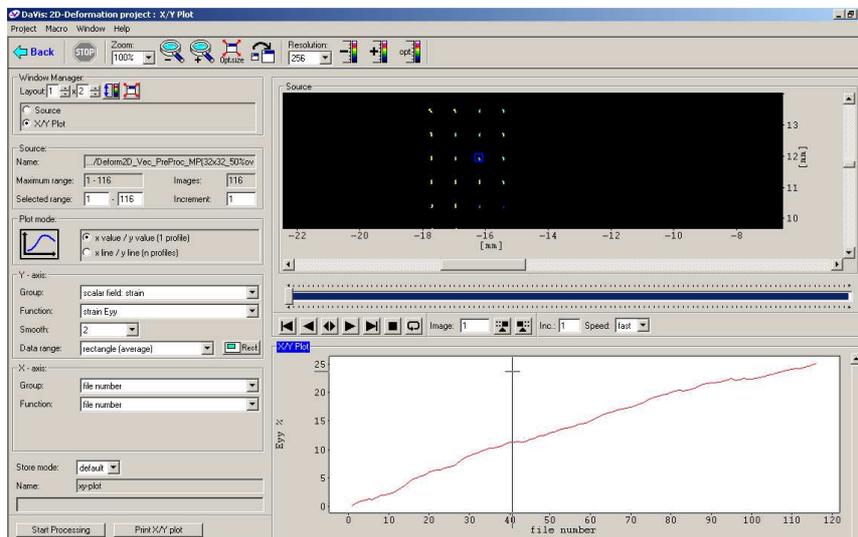
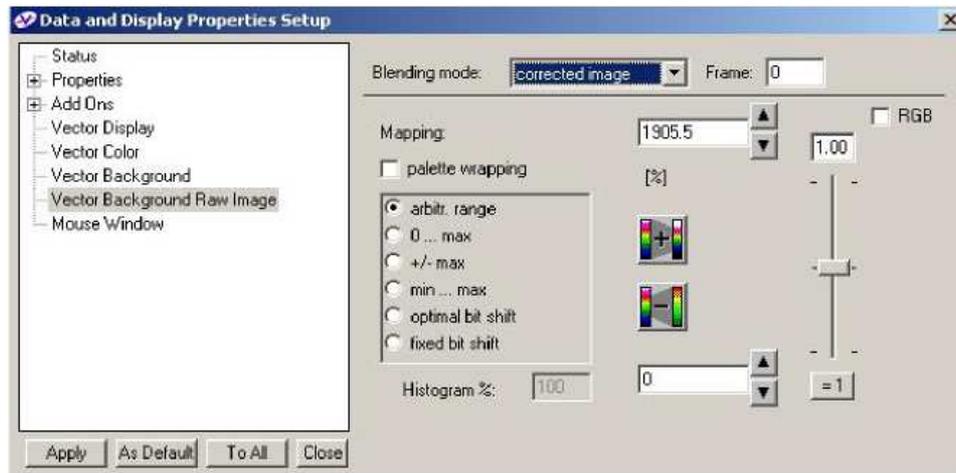


Fig. 12 : Menu de calcul du champ de déformation

❖ Représentation de la déformation :

La fenêtre ci-dessous permet la visualisation graphique du champ de déformation. La cartographie de l'éprouvette est représentée sous forme de couleur fonction de la valeur de la déformation.

Dans certains cas, on peut avoir besoin de faire quelques corrections concernant la représentation graphique du champ de déformation. Ceci est possible avec l'option **Vector Background Raw Image**.



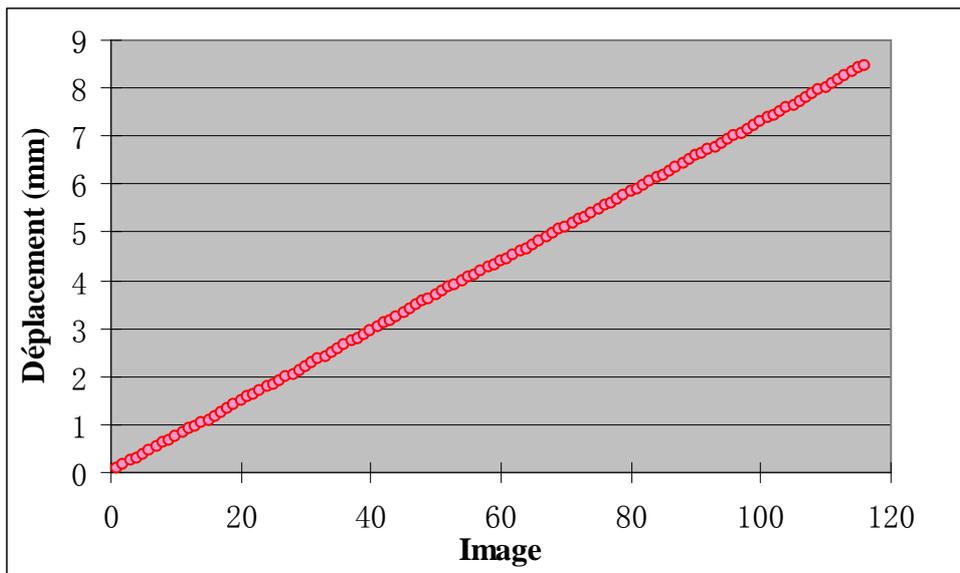
Fi. 13 : Correction de l'image de la déformation

EXEMPLE DE DONNEES « DaVis » : DEPLACEMENT D'UN POINT(A)

X(A)	Y(A)	U(A)	V(A)	X(A)	Y(A)	U(A)	V(A)
-15,0409	13,8004	0,00172867	0,0729797	-15,0409	13,8004	0,0985937	4,31533
-15,0409	13,8004	0,00512399	0,151902	-15,0409	13,8004	0,102194	4,38465
-15,0409	13,8004	0,00783541	0,231782	-15,0409	13,8004	0,0993923	4,44495
-15,0409	13,8004	0,00956825	0,305219	-15,0409	13,8004	0,102042	4,51904
-15,0409	13,8004	0,0132589	0,375915	-15,0409	13,8004	0,104454	4,59143
-15,0409	13,8004	0,0156894	0,454223	-15,0409	13,8004	0,107091	4,66536
-15,0409	13,8004	0,0182965	0,52961	-15,0409	13,8004	0,108975	4,73832
-15,0409	13,8004	0,0205515	0,609022	-15,0409	13,8004	0,112467	4,81547
-15,0409	13,8004	0,0223942	0,672283	-15,0409	13,8004	0,115405	4,89175
-15,0409	13,8004	0,0235667	0,750293	-15,0409	13,8004	0,117316	4,96443
-15,0409	13,8004	0,0251271	0,810871	-15,0409	13,8004	0,118619	5,0396
-15,0409	13,8004	0,0291915	0,895872	-15,0409	13,8004	0,120462	5,11061
-15,0409	13,8004	0,0264715	0,942378	-15,0409	13,8004	0,122087	5,18271
-15,0409	13,8004	0,0315965	1,01697	-15,0409	13,8004	0,118661	5,24929
-15,0409	13,8004	0,0326606	1,09892	-15,0409	13,8004	0,118327	5,32144
-15,0409	13,8004	0,0349286	1,17375	-15,0409	13,8004	0,120698	5,40159
-15,0409	13,8004	0,0369268	1,2419	-15,0409	13,8004	0,122296	5,47366
-15,0409	13,8004	0,0390987	1,31833	-15,0409	13,8004	0,125373	5,54596
-15,0409	13,8004	0,0412164	1,3948	-15,0409	13,8004	0,125198	5,6169
-15,0409	13,8004	0,043993	1,47729	-15,0409	13,8004	0,125767	5,68988
-15,0409	13,8004	0,0455345	1,55686	-15,0409	13,8004	0,127071	5,76607
-15,0409	13,8004	0,0484332	1,63106	-15,0409	13,8004	0,12346	5,83348
-15,0409	13,8004	0,0496434	1,69859	-15,0409	13,8004	0,120309	5,90437
-15,0409	13,8004	0,050071	1,76571	-15,0409	13,8004	0,115887	5,9751
-15,0409	13,8004	0,0529278	1,83797	-15,0409	13,8004	0,113322	6,04661
-15,0409	13,8004	0,0507434	1,90716	-15,0409	13,8004	0,110929	6,12063
-15,0409	13,8004	0,052484	1,98602	-15,0409	13,8004	0,110147	6,19274
-15,0409	13,8004	0,0533186	2,04979	-15,0409	13,8004	0,109871	6,26958

-15,0409	13,8004	0,0499921	2,11612	-15,0409	13,8004	0,109324	6,35786
-15,0409	13,8004	0,0527165	2,20173	-15,0409	13,8004	0,107692	6,43781
-15,0409	13,8004	0,0553283	2,27748	-15,0409	13,8004	0,102278	6,5137
-15,0409	13,8004	0,0510041	2,34918	-15,0409	13,8004	0,0980262	6,58285
-15,0409	13,8004	0,0527011	2,41673	-15,0409	13,8004	0,0918617	6,64597
-15,0409	13,8004	0,0550008	2,49181	-15,0409	13,8004	0,0895348	6,70897
-15,0409	13,8004	0,0564961	2,57145	-15,0409	13,8004	0,089194	6,78001
-15,0409	13,8004	0,0562612	2,64625	-15,0409	13,8004	0,0883005	6,84898
-15,0409	13,8004	0,0593669	2,72116	-15,0409	13,8004	0,0823755	6,92286
-15,0409	13,8004	0,0560041	2,79293	-15,0409	13,8004	0,0783253	6,99251
-15,0409	13,8004	0,0545557	2,87619	-15,0409	13,8004	0,0764922	7,06615
-15,0409	13,8004	0,0585318	2,95013	-15,0409	13,8004	0,0738803	7,13758
-15,0409	13,8004	0,0592674	3,02339	-15,0409	13,8004	0,0624489	7,21928
-15,0409	13,8004	0,0617537	3,0967	-15,0409	13,8004	0,0560109	7,29551
-15,0409	13,8004	0,0645256	3,16813	-15,0409	13,8004	0,053931	7,3645
-15,0409	13,8004	0,0662051	3,24075	-15,0409	13,8004	0,051864	7,43323
-15,0409	13,8004	0,0676944	3,3165	-15,0409	13,8004	0,0494002	7,49934
<hr/>				<hr/>			
-15,0409	13,8004	0,0705982	3,40789	-15,0409	13,8004	0,0507444	7,57128
-15,0409	13,8004	0,071235	3,49246	-15,0409	13,8004	0,0508078	7,65145
-15,0409	13,8004	0,0739278	3,55085	-15,0409	13,8004	0,0500385	7,72711
-15,0409	13,8004	0,0749797	3,61744	-15,0409	13,8004	0,0509278	7,80441
-15,0409	13,8004	0,0769869	3,69028	-15,0409	13,8004	0,0500211	7,87755
-15,0409	13,8004	0,0792906	3,76546	-15,0409	13,8004	0,0522303	7,95016
-15,0409	13,8004	0,0825845	3,8405	-15,0409	13,8004	0,0542801	8,02437
-15,0409	13,8004	0,0833689	3,91705	-15,0409	13,8004	0,0550533	8,09943
-15,0409	13,8004	0,0863896	3,98256	-15,0409	13,8004	0,056687	8,17643
-15,0409	13,8004	0,0888243	4,0442	-15,0409	13,8004	0,0566387	8,25314
-15,0409	13,8004	0,0914529	4,12356	-15,0409	13,8004	0,0579356	8,32398
-15,0409	13,8004	0,093245	4,18257	-15,0409	13,8004	0,0595222	8,39943
-15,0409	13,8004	0,0956478	4,25208	-15,0409	13,8004	0,0606702	8,4746

Tab. 1 : Valeurs de déplacement d'un point A (-15.0409, 13,8004)



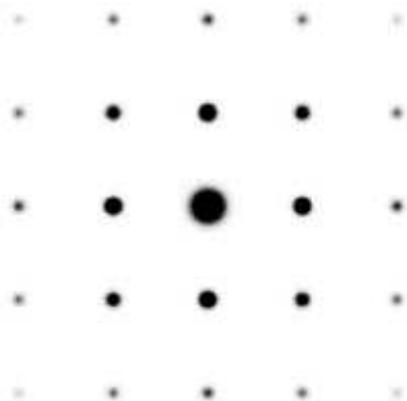
Fi. 14 : Evolution du déplacement du point A en fonction de l'incrément image

Annexe 3 : Motifs de diffraction

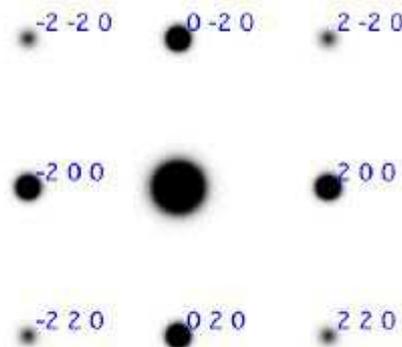
1. Motifs de diffraction de l'austénite

H. K. D. H. Bhadeshia

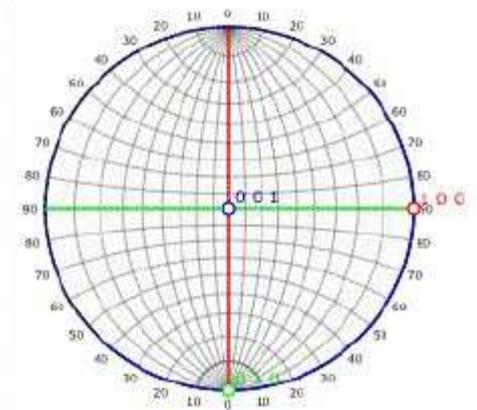
Chaque rangée contient un motif non indexé, un motif indexé et un stéréogramme centré sur l'axe de la zone de la figure de diffraction. Les traces des plans cube sont également tracées sur les stéréogrammes.



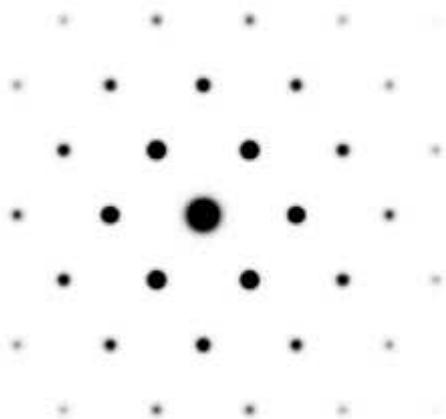
[001] zone axis



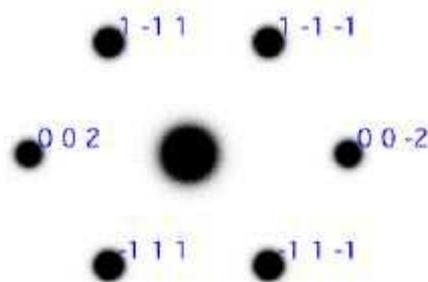
[001] zone axis



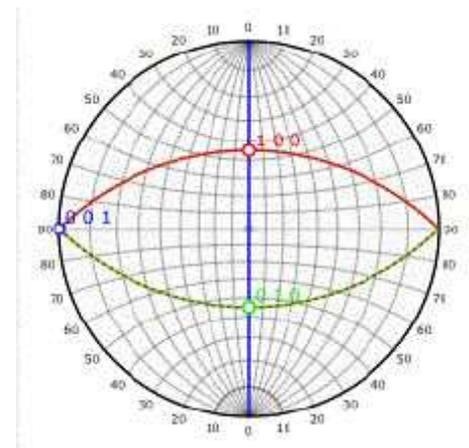
Stereogram centred on [001]



[110] zone axis



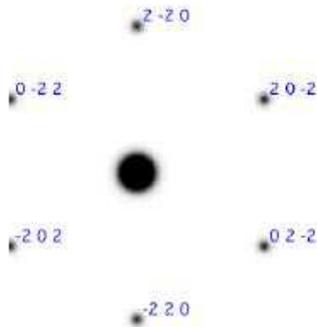
[110] zone axis



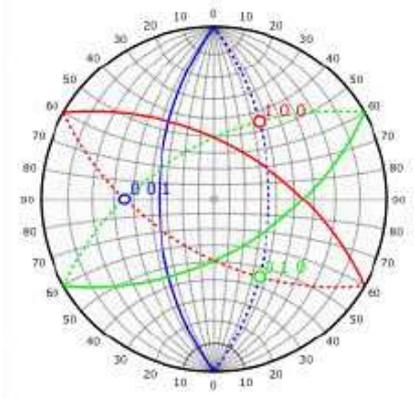
Stereogram centred on [110]



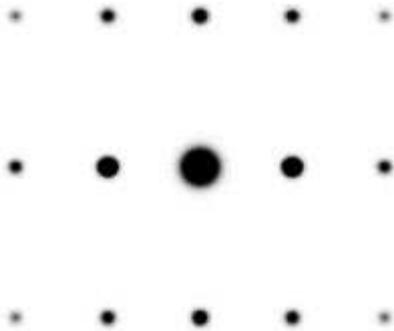
[111] zone axis



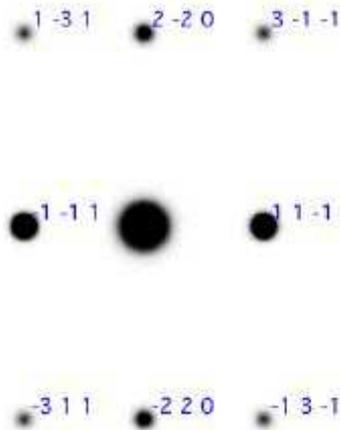
[111] zone axis



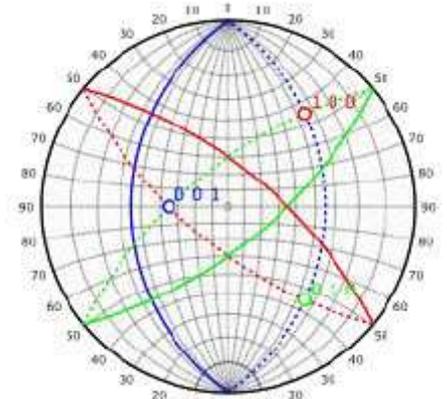
Stereogram centred on [111]



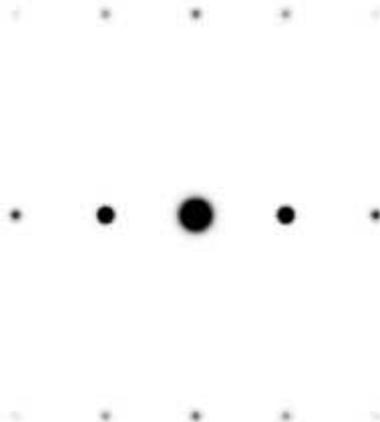
[112] zone axis



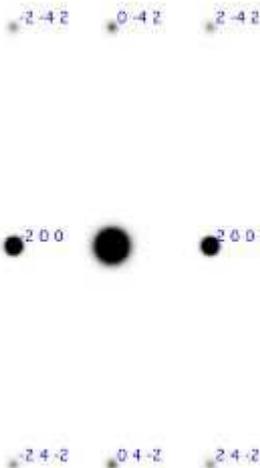
[111] zone axis



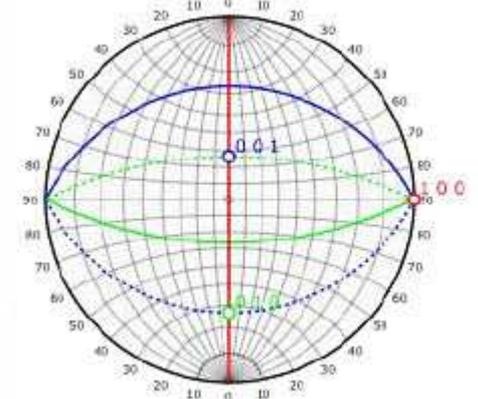
Stereogram centred on [112]



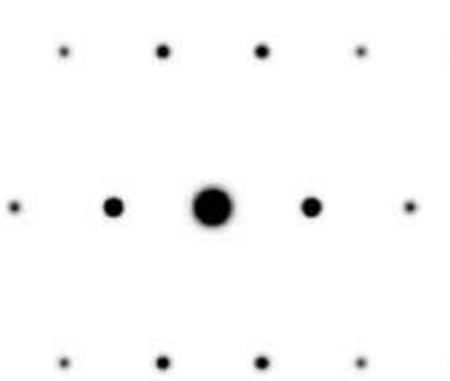
[012] zone axis



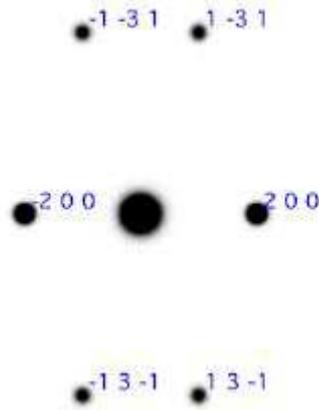
[012] zone axis



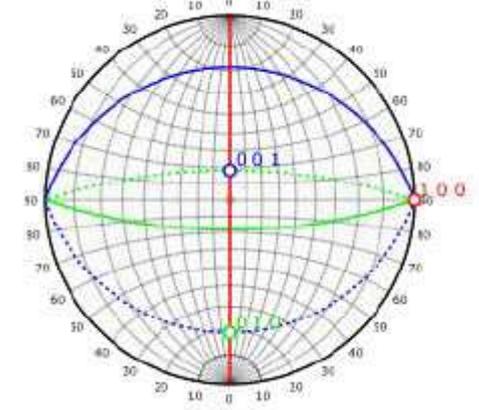
Stereogram centred on [012]



[013] zone axis



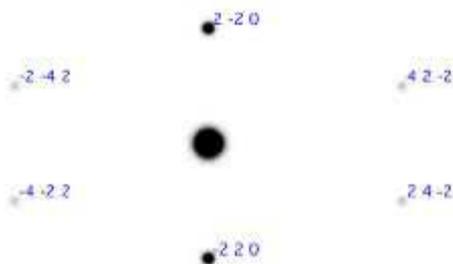
[013] zone axis



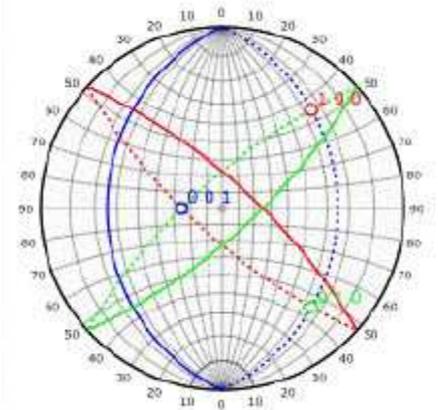
Stereogram centred on [013]



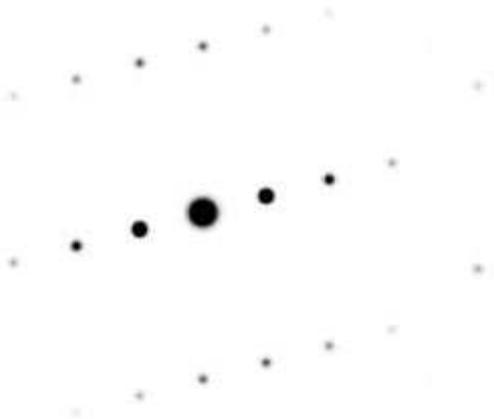
[113] zone axis



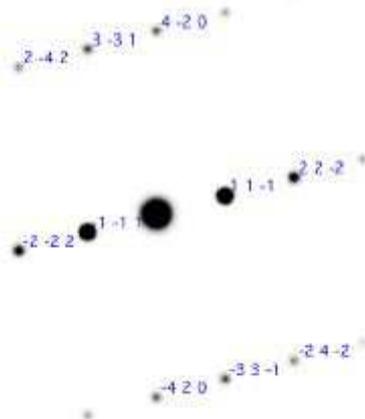
[113] zone axis



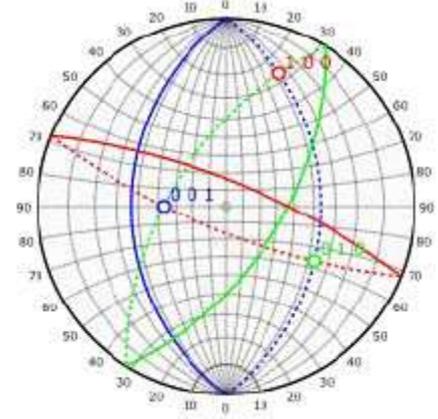
Stereogram centred on [113]



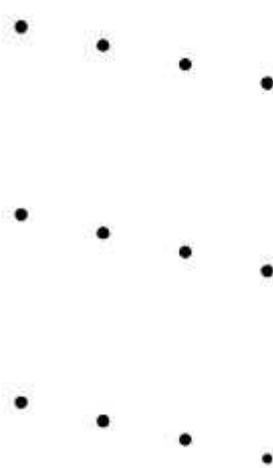
[123] zone axis



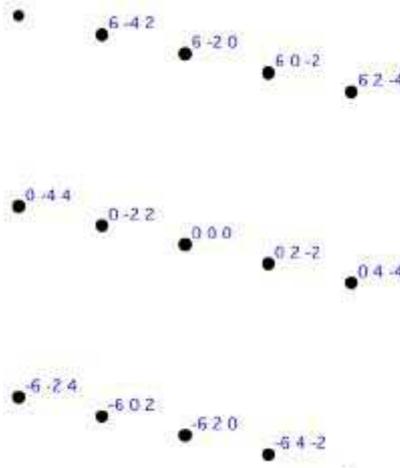
[123] zone axis



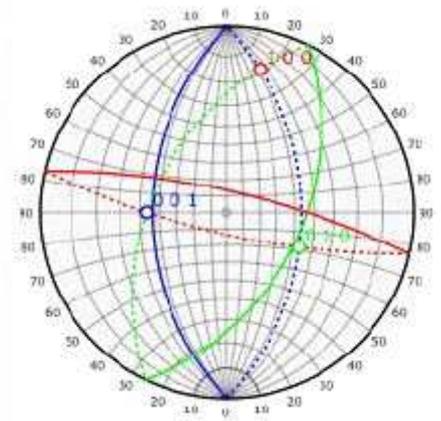
Stereogram centred on [123]



[133] zone axis



[133] zone axis



Stereogram centred on [133]

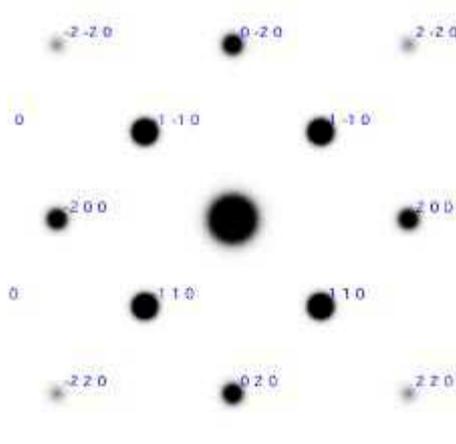
2. Motifs de diffraction de la Ferrite

H. K. D. H. Bhadeshia

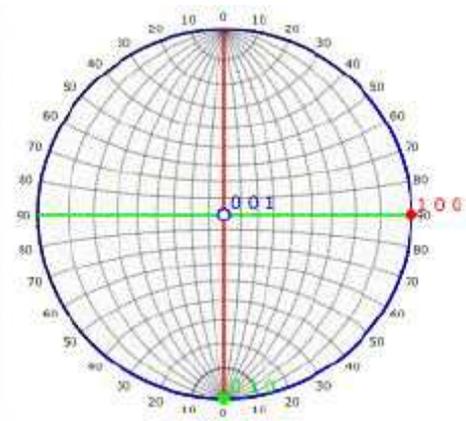
Chaque rangée contient un motif non indexé, un motif indexé et un stéréogramme centré sur l'axe de la zone de la figure de diffraction. Les traces des plans cube sont également tracées sur les stéréogrammes.



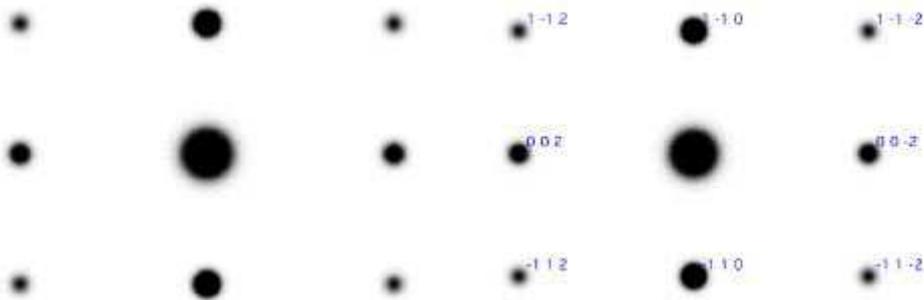
[001] zone axis



[001] zone axis

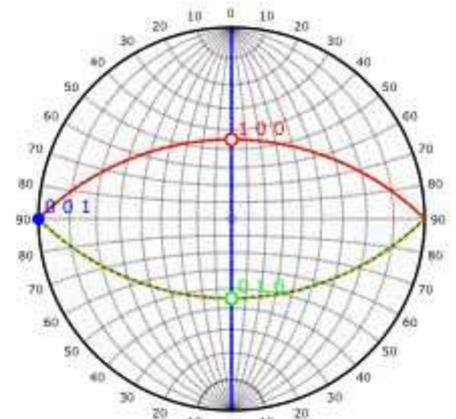


Stereogram centred on [001]

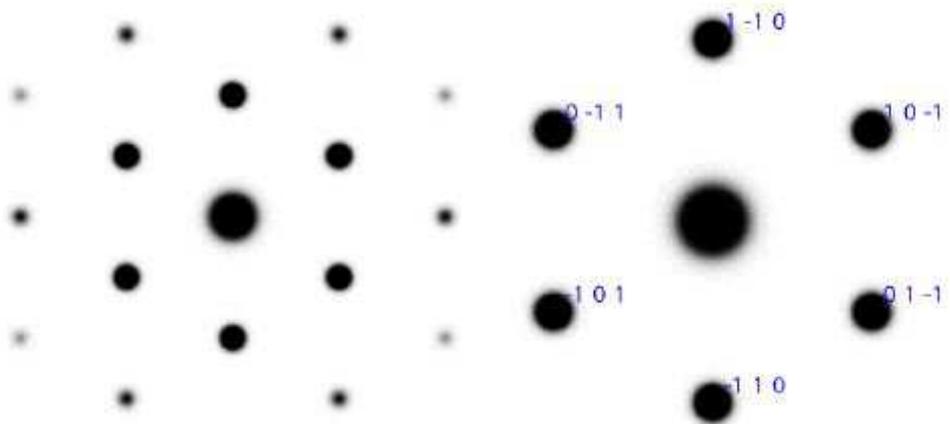


[110] zone axis

[110] zone axis

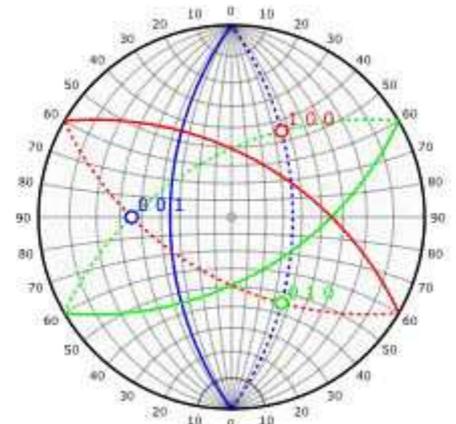


Stereogram centred on [110]

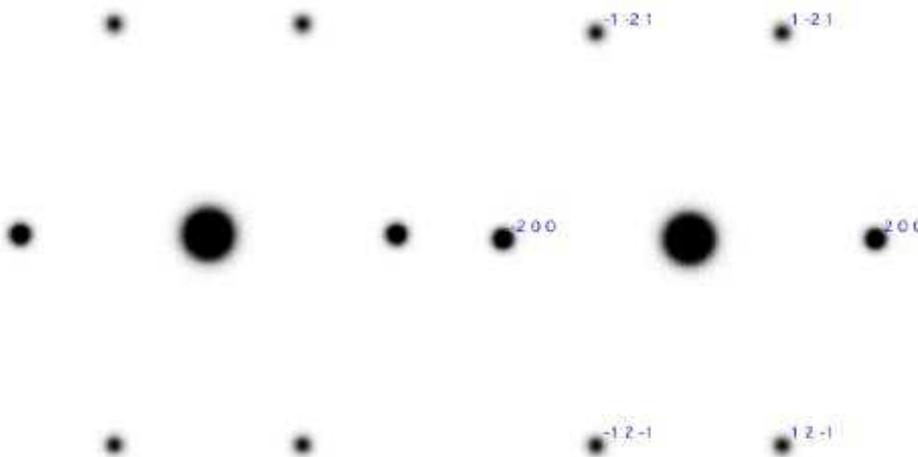


[111] zone axis

[111] zone axis

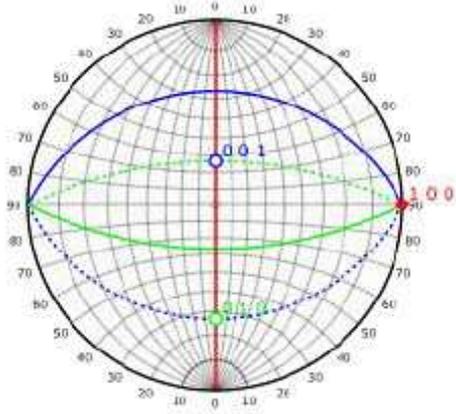


Stereogram centred on [111]

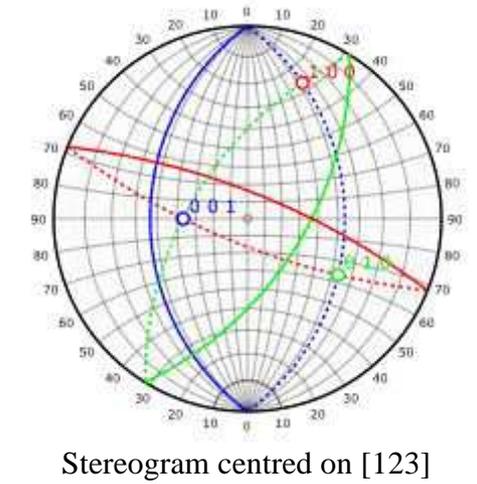
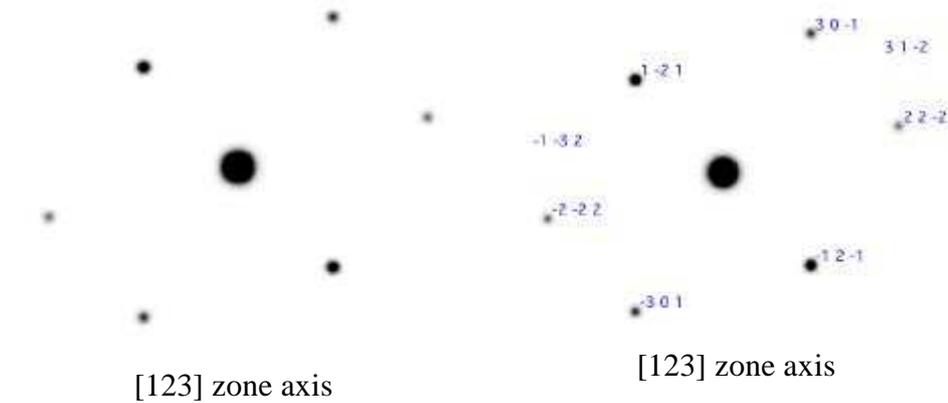
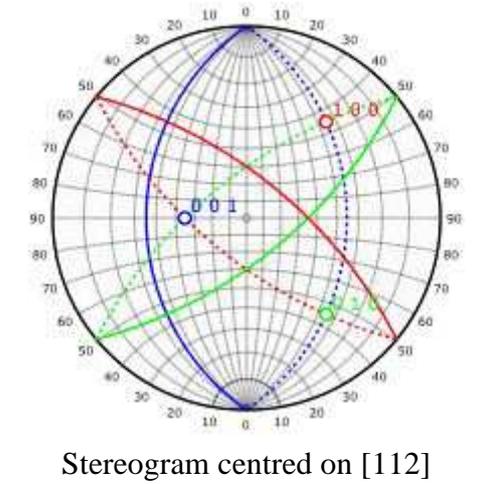
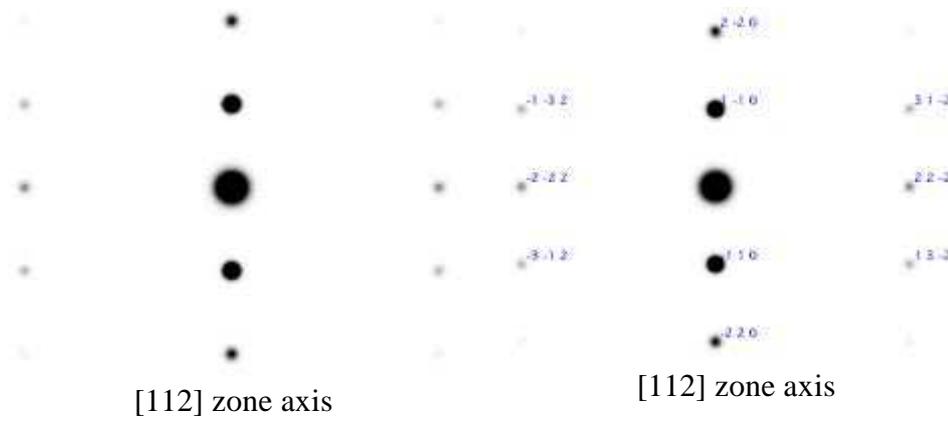
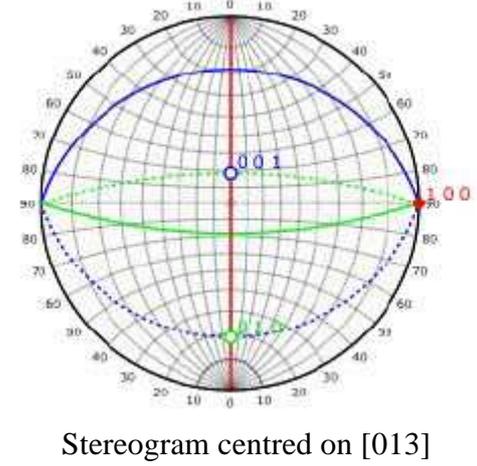
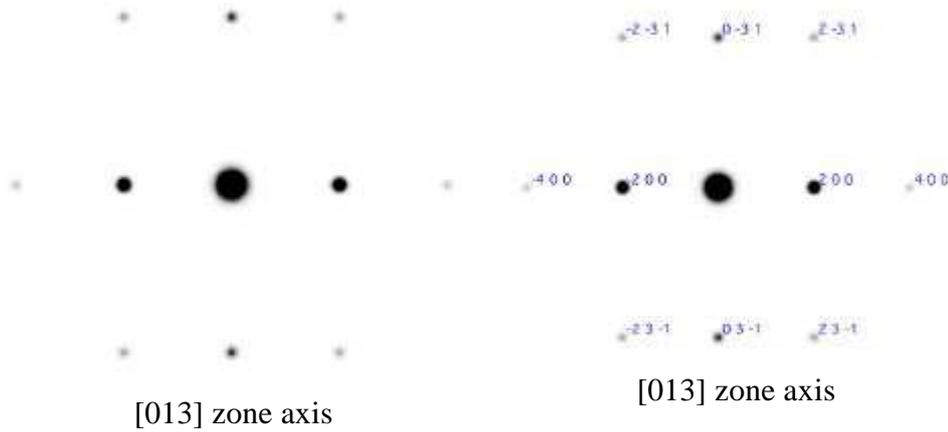


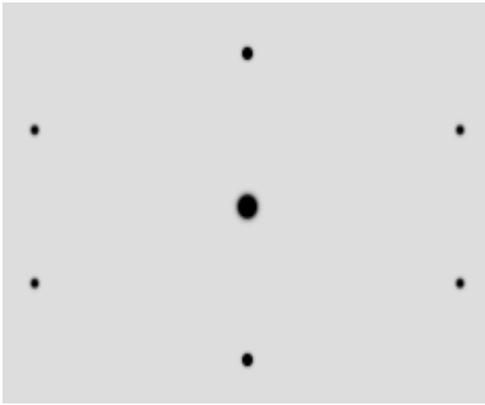
[012] zone axis

[012] zone axis

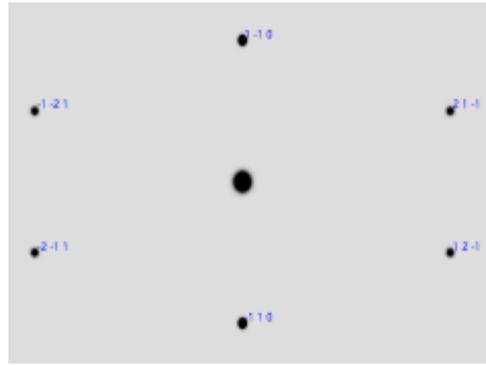


Stereogram centred on [012]

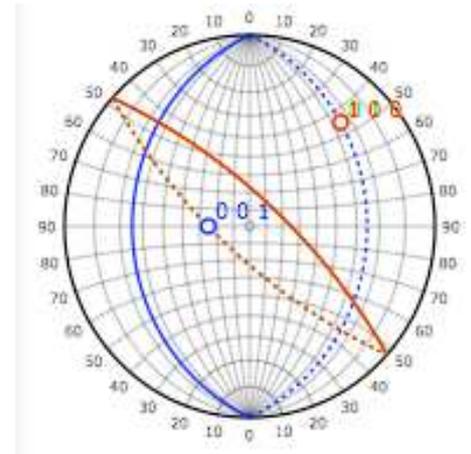




[113] zone axis



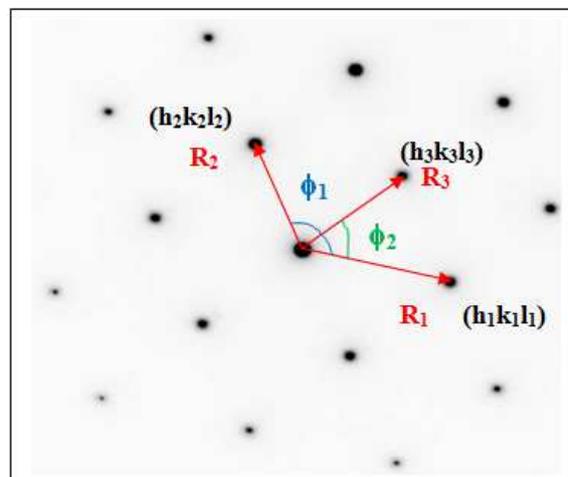
[113] zone axis



Stereogram centred on [113]

Annexe 4 : Etapes d'indexation d'un cliché de microdiffraction

- 1) Choisir un parallélogramme sur le diffractogramme avec les distances R_1, R_2, R_3 .
- 2) Mesurer les distances R_1, R_2, R_3 et les angles ϕ_1, ϕ_2 .
- 3) Calculer les distances réticulaires (d_{hkl}) d_1, d_2, d_3 (en utilisant la règle $rd = L\lambda$).
- 4) Comparer les valeurs des d_{hkl} mesurées avec leurs valeurs dans les tables standards pour une structure donnée.
- 5) Attribuer des indices $h_1k_1l_1$ et $h_2k_2l_2$ et $h_3k_3l_3$ aux trois points choisis.
- 6) Vérifier la condition $h_1 + h_2 = h_3; k_1 + k_2 = k_3; l_1 + l_2 = l_3$.
- 7) Comparer les angles mesurés (ϕ_1 et ϕ_2) avec les angles calculés.



$$1/d = D/L\lambda$$

$1/d \text{ (nm}^{-1}\text{)}$	$L \text{ (mm)}$	$\lambda \text{ (nm)}$	$L\lambda$	$D \text{ (mm)}$	$D \text{ (pixel)}$	échelle
8	730	0,00251	1,8323	14,6584	85,9	5,86012116

Echelle = $D(\text{Pixel}) / D \text{ (mm)}$ mesuré (tenant compte de l'échelle indiquée sur le diffractogramme)

$D \text{ (mm)} = L \cdot \lambda \times 1/d(\text{nm})^{-1}$ $R \text{ (mm)} = D(\text{mm})/2$ L : distance entre le film et la surface de l'échantillon

✓ pour les systèmes cubiques

$$d_{(hkl)} = a \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

- ✓ pour les systèmes à axe principal

$$\frac{d(hkl)}{na} = \frac{1}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2) / (\frac{c}{a})^2}}$$

- ✓ Axe de zone

$$[uvw] = g_{h_1 k_1 l_1} \times g_{h_2 k_2 l_2}$$

Fig.1 : Simulation de l'indexation de la structure austénitique

Structure d'austénite

	pixel	mm
diagramme réel	D1 = 111,6	19,04
	D2 = 97,2	16,59
	D1/D2 = 1,1481	
AXE	$\phi_1 = -8,25$	
[-1 1 0]	$\phi_2 = 47,39$	
	$\phi_2 - \phi_1 = 55,64$	

	pixel	mm
diagramme simulé	D1 = 227,9	38,89
	D2 = 197,2	33,65
	D1/D2 = 1,1557	
AXE	$\phi_1 = 0,16$	
[-1 1 0]	$\phi_2 = 54,69$	
	$\phi_2 - \phi_1 = 54,53$	

Sachant que

$R = D/2$ on a

R_1 (mm)= **9,52198743**

R_2 (mm)= **8,29334389**

		h	k	l
d_1 (A°)=	1,92428315	0	0	2
d_2 (A°)=	2,20936214	1	1	1

$\cos\phi =$ **0,57735027**

$\phi =$ **54,7356103**

a_1 (A°)= **3,84856631**

a_2 (A°)= **3,82672748**

a_m (A°)= **3,83764689**

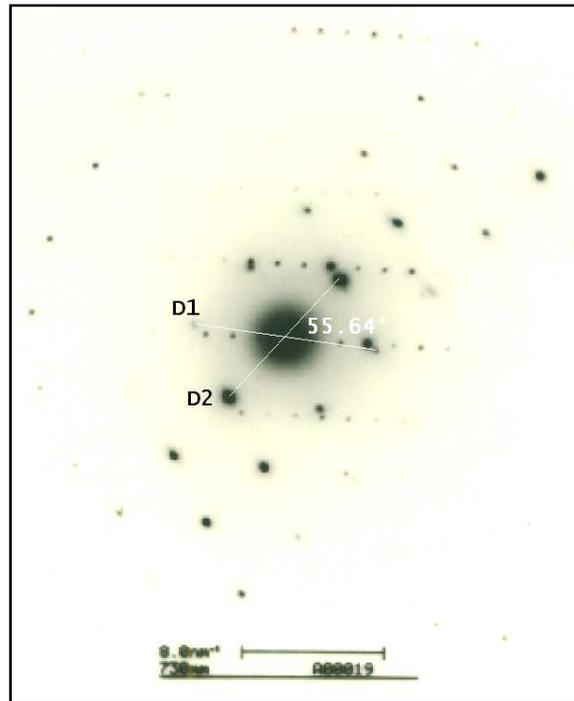


Fig.2 : Diffractogramme indiquant une structure austénitique

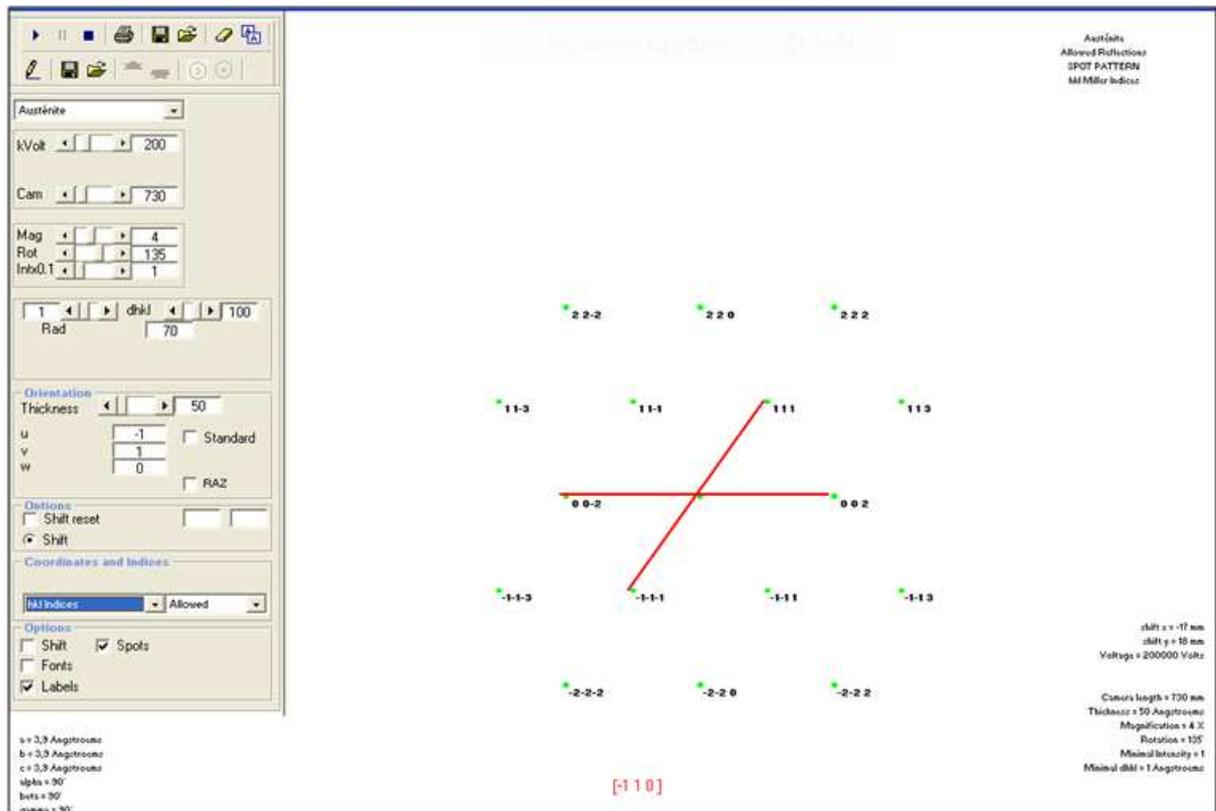


Fig.3 : Résultat de l'indexation de la structure austénitique

Structure sigma

		pixel	mm
diagramme réel AXE [2-21]	D ₁ =	32,65	5,57
	D ₂ =	104,9	17,90
	D ₁ /D ₂ =	0,3112	
	θ ₁ =	-3,54	
	θ ₂ =	58,68	
	θ ₁ -θ ₂ =	62,22	

		pixel	
diagramme simulé AXE [2-21]	D ₁ =	78,7	
	D ₂ =	235,3	
	D ₁ /D ₂ =	0,3345	
	θ ₁ =	0	
	θ ₂ =	59,82	
	θ ₁ -θ ₂ =	59,82	

a (A°)= **8,997**
 c (A°)= **4,99**
 c/a= **0,55462932**

R₁= 2,78577858
 R₂= 8,95032689

d₁ (A°)= **6,57733538** 1 1 0
 d₂ (A°)= **2,0471878** 1 2 2

Cos φ= 0,49995386
 φ= **60,0030527**

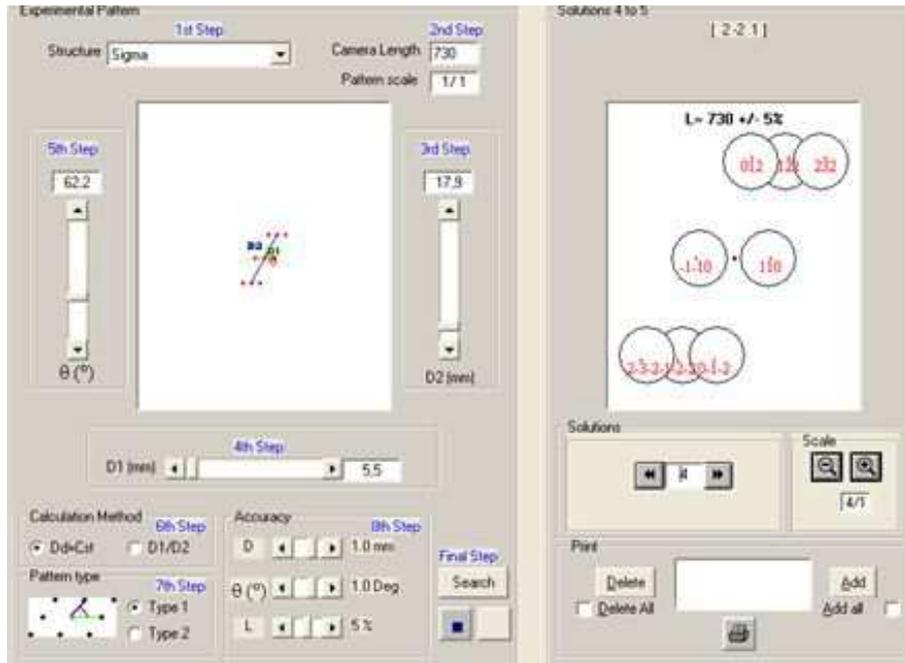


Fig.4 : simulation de l'indexation de la structure de phase sigma

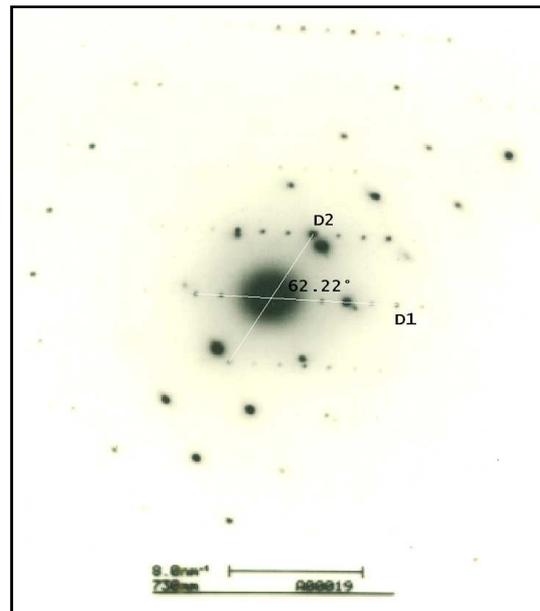


Fig.5 : diffractogramme indiquant une structure de phase sigma

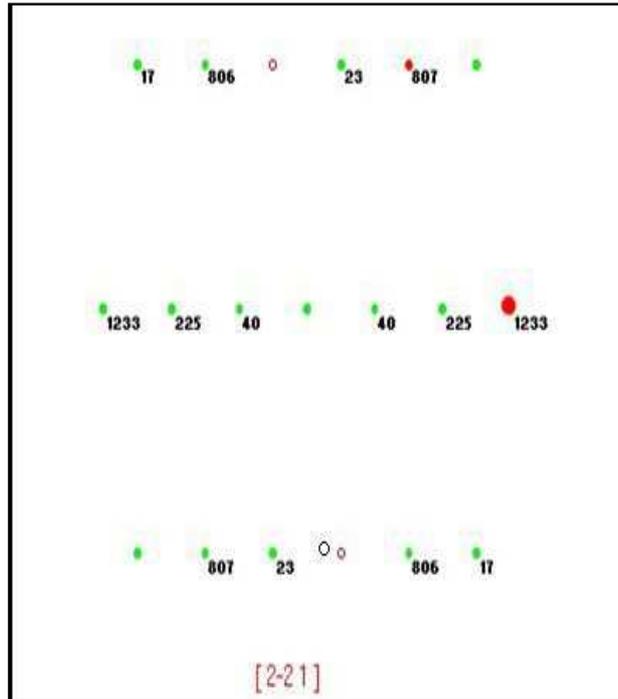


Fig.6 : diagramme indiquant les intensités des taches (122) et (330)

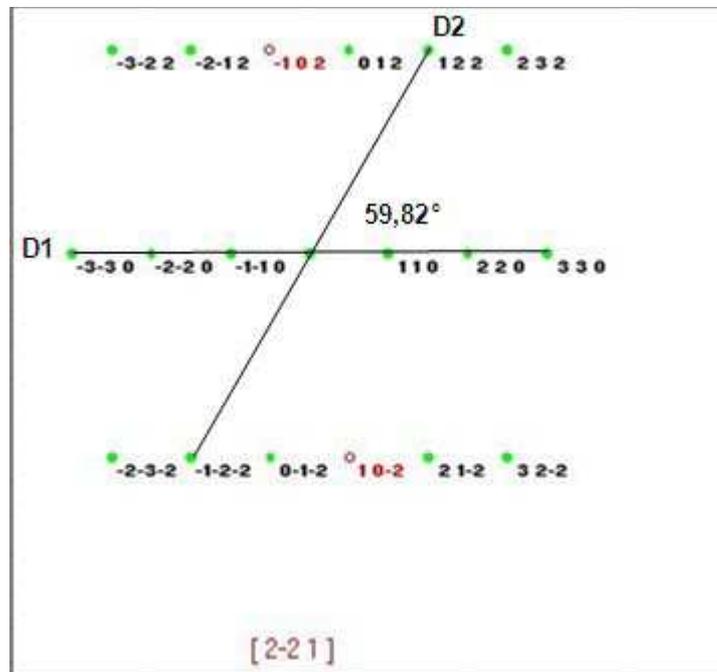


Fig. 7 Diagramme simulé de la phase sigma

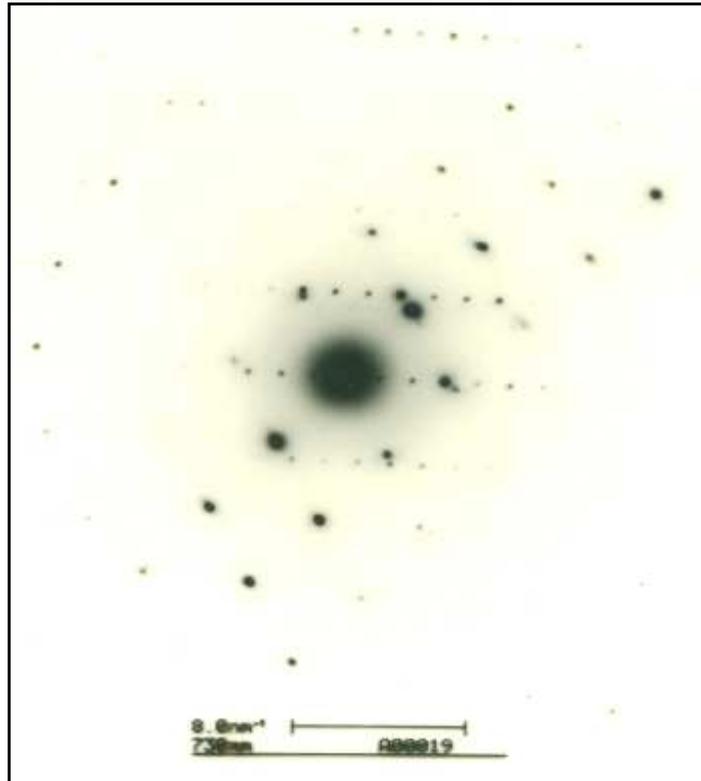
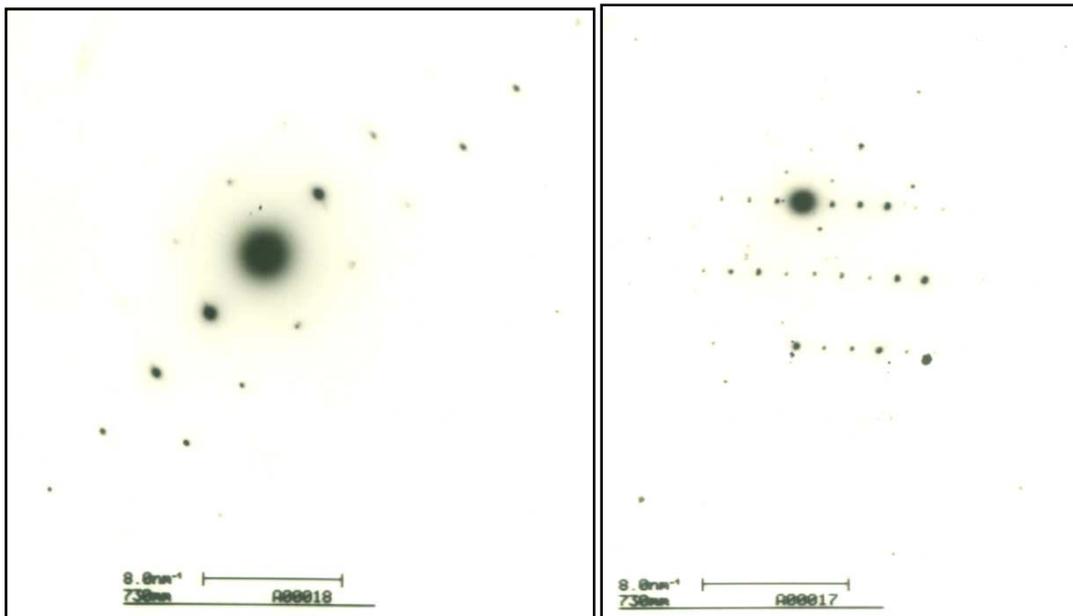
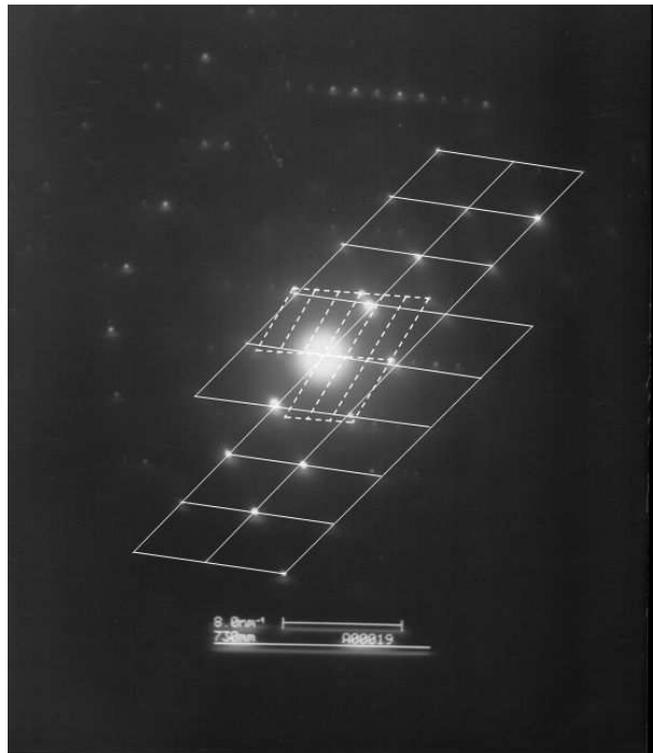


Fig. 8 Diagramme réel de la phase sigma

Constats: Les plans (122) et (330) sont les plus intenses dans le diagramme réel et dans le diagramme simulé (voir Fig.6 ;7 ;8)



REMARQUE/ Lorsqu'on place les deux clichés (1000h16 A00018 et 1000h 16A00017 l'un sur l'autre on obtient le cliché 1000h16 A00019).Il ya superposition parfaite

Annexe 5 : les modules du logiciel « Davis »

DaVis est un logiciel commercial. Il est le logiciel complet pour les applications (laser) d'imagerie intelligente pour les champs d'écoulement réactifs et non-réactifs, l'imagerie et la caractérisation des surfaces de matériaux et l'imagerie haute (ultra) cadence. L'intégration logicielle du système d'imagerie sélectionné se fait avec des modes d'acquisition flexibles, des interfaces logicielles DaVis dédiées et des modules d'application spécifiques. Le logiciel « DaVis » contient trois modules différents :

❖ **PIV** : la méthode « PIV » permet de calculer des champs de vecteur vitesse tridimensionnel à partir d'un film réalisé avec deux caméras. Les images sont de très bonnes qualités (résolution = 2000*2000 pixels).

❖ **LIF** : la Fluorescence Laser Induite « LIF » est une méthode largement répandue pour des mesures optiques avec des gaz, des liquides et des solides. Il est possible de combiner la méthode de « LIF » avec d'autres comme la méthode « PIV », Rayleigh ou la technique d'émission spectroscopique pour obtenir une information significative. Le système « LIF » se compose habituellement d'un laser réglable, d'une caméra, de cartes d'acquisitions et d'un logiciel. Il est largement utilisé dans la recherche de la combustion, du plasma, du jet et des phénomènes d'écoulement.

❖ **STRAINMASTER** : ce module est basé sur l'utilisation des caméras « CCD » de nouvelles générations. Il permet la prise de vue et le calcul de champs de déformations sur une large gamme d'applications tel que la mesure des constantes de plasticités, constante d'élasticité, l'analyse de déformation rapide ou encore les écoulements granulaires.

Le module utilisé dans le cadre de ce projet est le « Strainmaster », il permet de saisir des vidéos et de les analyser afin d'en ressortir un champ de déplacement. « DaVis » est un logiciel qui permet de calculer les déformations locales d'un échantillon. Son principe de fonctionnement est la focalisation de la caméra sur la zone de déformation de l'éprouvette. Cette technique permet un suivi en temps réel de l'image vidéo. En effet, le logiciel peut piloter un système de pied motorisé où est fixée la caméra. On peut aussi grâce à ce système piloter la machine de traction en fonction de la réponse du matériau.

Procédure de calibration de la caméra

Pour la calibration de la caméra, il faut rentrer dans le menu **Calibration** puis procéder de la manière suivante :

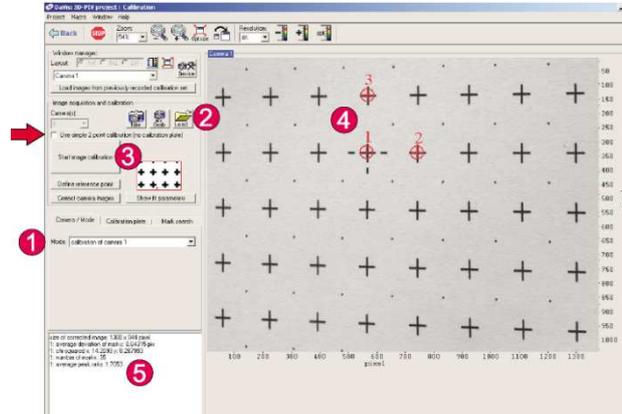


Fig.1 Méthode de Calibrage

❶ Sélectionnez **Calibration of caméra 1** sur **Caméra/Mode**.

Assurez-vous que le check box **Use simple 2 point calibration** d'utilisation est bloqué. Selon le plan utilisé de calibration choisissez le type de plan (color/type) par un clic sur le pictogramme correspondant et choisissez la forme de marque (cross/dot) sur le **Calibration Plate**. Écrivez la distance entre les marques dans [mm],

❷ **Take** ou **Load** une image focalisée du calibration plan.

Utilisant le bouton de dispositif **Device** dans le **Window Manger** vous pouvez choisir le bon mode de caméra et un temps approprié d'exposition. Ajustez les paramètres de recherche (taille de fenêtre, rayez la largeur ou la taille de point) sur le menu de **Mark search**,

❸ Cliquez sur le bouton de **Start image calibration**,

❹ Indiquez trois marques (d'abord une marque de référence, puis la marque à droite de la marque de référence et finalement la marque au-dessus de la marque de référence) dans l'image en déplaçant le curseur sur la position correspondante et en cliquant le bouton gauche de le souris. La marque de référence est d'abord dans (0mm/0mm)-référence point du **x/y-scaling**. L'algorithme essaye de détecter toutes les positions de marque,

- ⑤ Vérifiez les résultats du calibrage d'image dans la fenêtre de l'**Information**. Un nombre suffisant de marques (> 20) doit être détecté et le **average deviation of marks** en dessous de 1 Pixel.
- ⑥ Sur option vous pouvez choisir un point de référence dans l'image **Caméra 1 (corrected)** à l'aide du bouton de **Define reference point**,
- ⑦ Préservez la calibration en utilisant une option appropriée dans les balances de **Calibration and camera scales have changed**. Pour cela, on va filmer une feuille qui va faire office d'étalon. Sur cette feuille figurent des croix régulièrement espacées, distantes de 9mm dans les deux directions.

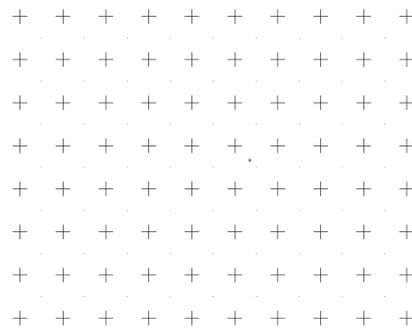


Fig. 2 : Grille de calibrage de la caméra

Ici le logiciel va, par les écarts de luminosité, localiser les repères. La première étape dans ce calibrage est d'indiquer au logiciel l'écart réel entre deux croix de la grille ainsi que le type de grille : croix blanches sur fond noir ou croix noires sur fond blanc. Puis on effectue une saisie vidéo de la grille de calibrage et on indique alors deux points spécifiques au logiciel. Il peut alors définir une grille et redresse éventuellement les repères mal placés. La dernière étape est alors le repérage d'un point origine, pour donner un repère de mesure au logiciel.



Fig. 3 : Calibrage de la caméra

Le logiciel va alors pouvoir effectuer une correction des images acquises et ainsi permettre d'obtenir de meilleurs films.

Sélection De La Zone D'étude (Masque)

Un masque est employé pour indiquer une région arbitraire dans l'image où les calculs devraient être faits. Dans la version classique de « DaVis », le seul masque possible est de forme rectangulaire. Dans la nouvelle version, beaucoup de formes sont possible, ceci représente un avantage majeur surtout si on s'intéresse à faire un calcul dans une zone bien déterminée (fond de fissure, trou...). Dans un projet ou le masque le bouton est inclus dans la barre d'outil ou le menu de contexte d'une vue d'image peut être employé pour envoyer l'amortisseur au dialogue de masque.

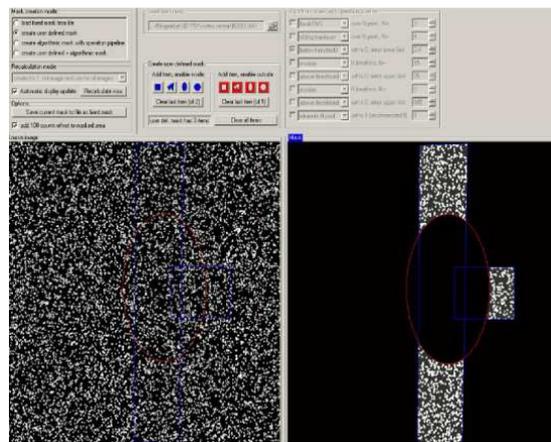


Fig. 4 : Dialogue pour la définition de masque

Le masque courant peut être classé en tant que masque fixe dans un dossier et rechargé pour les prochaines utilisations. En plus les arrangements courants de dialogue peuvent être stockés ou chargés par les boutons près des arrangements de dialogue sur le bon et rechargé supérieur pour rechercher de bons arrangements pour la canalisation algorithmique d'opération. Pour créer un masque défini par utilisateur vous pouvez ajouter de nouveaux éléments pour affiner votre masque par pression des boutons bleus ou rouges représentant le rectangle graphique d'éléments, cercle, l'ellipse et polygone et cliquent alors dans l'image (gauche) montrée pour définir l'objet. Pour un rectangle, deux points du sommet doivent être défini. Pour le cercle/ l'ellipse la position du centre et le rayon sont définies. Pour un polygone tous les points peuvent être ajoutés. La

pression sur "c" ferme le polygone et finit s'ajouter de point. "d" supprime la dernière entrée et "q" stoppe l'entrée et jette le polygone.