

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
Ecole Nationale Polytechnique

DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

Thème :

***Influence du vieillissement à 700°C sur la
microstructure d'un joint soudé en
inoxydable austénitique (316L)***

Réalisé par :

AMROUCHE Abdelhadi

BISKRI Mohamed

Proposé et dirigé par :

Pr. M. BOUABDALLAH

Promotion: Juin 2011

Ecole Nationale supérieure Polytechnique, Hacen Badi, B.P.182, El-Harrach, 16200 Alger
Tel: 021.52.53.01-03, Fax: 021.52.29.73 www.enp.edu.dz.

Remerciement

Je remercie Dieu le Tout puissant de m'avoir donné patience, santé et volonté tout au long de mes études.

On tient à remercier d'abord notre promoteur M.BOUABDELLAH d'avoir accepté de nous encadrer et de nous soutenir durant les moments difficiles de ce parcours. Merci pour vos encouragements.

Nous remercions également tous les membres du jury d'avoir accepté de juger notre travail : Messieurs Pr. E.SALHI, Pr.M.A.Dejghlal, Dr.K.Abadli. respectivement président de jury et examinateurs de ce travail. C'est vraiment un grand honneur pour nous. Merci

Nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont collaboré à la réalisation de ce travail. En particulier :

- Les soudeurs de l'atelier de soudage du C.S.C, surtout tonton Rachid.
- Nos amis en particulier : Rahim, Khalil, Hakim, Nassima. Merci pour votre patience.

Nous exprimons nos reconnaissances à tous les enseignants qui ont contribué de près ou de loin à notre formation.

DEDICACES

Je dédie ce travail :

A mon cher père et ma tendre mère ;

A mes frères HOSINE, MOUSSA,
A.REZAK, NOUREDINE;

A mes sœurs FATIMA, MALIKA,
OMELKHIR, KHADIDJA,
MERIEM ;

A mes petits ;

A toute ma famille ;

A tous mes amis, En particulier :
BELKAS ,RACHID, HMIDO.

MOH

DEDICACES

Je dédie ce travail :

A mon cher père et ma tendre mère ;

*A mes frères SEDDIK, KHALIL ,
HAMZA ,MOHAMED ;*

A mes soeurs DAHBIA, NABILA ;

*A mes petits MERIEM,
MANEL, ABDELMOUMEN ;*

A toute ma famille ;

A tous mes amis .

ELHADI

Résumé :

Les aciers inoxydables austénitiques ont été mis au point pour résoudre les problèmes de corrosion humide posés par les alliages ferreux. Par ailleurs, ils sont largement utilisés même à des températures relativement élevées. Mais Ils sont susceptibles aux phénomènes de vieillissement qui sont engendrés par la précipitation des carbures et les phases intermétalliques, particulièrement la phase sigma riches en éléments d'alliage. Vu l'aspect dure et fragile de ces précipités ils ont un effet néfaste sur la ténacité et la résilience du matériau donc leurs présence est indésirable.

Delà, vient notre étude qui a permis également, de mettre en relief l'influence de la précipitation des carbures et les phases intermétalliques sur les propriétés mécaniques de ces aciers.

Pour cela On a effectué un traitement thermique de vieillissement à 700° C sur le métal de base et le joint soudé pendant différents temps de maintien.

Mots clés : aciers inoxydables austénitiques 316 L, vieillissement, soudage TIG, ténacité, résilience, phase sigma, carbure.

Abstract :

The austenitic stainless steels were developed to solve the wet corrosion's problems caused by ferrous alloys.

In addition, they are largely used even at temperatures relatively high; however they are susceptible to aging phenomena that are caused by the precipitation of carbides and intermetallic phases, particularly the sigma phase which are rich of alloy's elements.

Given the hard and brittle appearance of these precipitates they have a destructive effect to the tenacity and resilience of the material so their presence is undesirable.

Beyond that, comes our study that allows also exposing the influence of the precipitation of carbides and intermetallic phases on the steel's mechanical proprieties.

For this an aging heat treatment was performed at 700° C on the base metal and welded joint for different holding times.

Key words: 316L austenitic stainless steels, aging, TIG welding, toughness, resilience, sigma phase, carbide.

المخلص:

لتقديم استعمال الفولاذ الغير قابلة للتأكسد (الأستينيبي) من أجل مشاكل الصدأ المعروفة لدى الخلائط الحديدية، و من جهة أخرى تستعمل هذه الفولاذ في درجات حرارة عالية، و لكنهم أكثر عرضة لظواهر التقادم المتولدة عن ترسب الفحمات و الأطوار المعدنية البينية خاصة الطور سيغما الغنية بعناصر الخلائط. و بالنظر لخاصية الصلابة و الهشاشة لهذه الترسبات التي لها تأثير مدمر على مقاومة التشقق و المرونة في المواد و منه تواجدها غير مرغوب فيه.

و على هذا الأساس تأتي دراستنا التي تسمح كذلك بتسليط الضوء على تأثير ترسبات الفحمات و الأطوار المعدنية البينية على الخصائص الميكانيكية للفولاذ.

و من أجل ذلك قمنا بمعالجة حرارية للتقادم عند 700°C على المعدن القاعدي و وصلة اللحام على مدار فترات زمنية مختلفة.

الكلمات المفتاحية : الفولاذ الأستينيبي 316L ، الإلحام ، ترسبات ، الصلابة، الفحمات ، الهشاشة ، الطور

سيغما

Sommaire

Introduction Générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I. Les aciers inoxydables.

I.1 Constitution des aciers inoxydables austénitiques	3
I.2. Le diagramme Fe-Cr	4
I.3. Le diagramme Fe-Cr-C.....	5
I.4. Le diagramme Fe-Cr-Ni	6
I.5. Les aciers inoxydables austénitiques.....	7
I.5.1. Acier inoxydable austénitique 316L.....	7
I.5.2. Propriétés des aciers inoxydables austénitiques	8
Conclusion	10

Chapitre II. Soudage.

II.1. Définition et Procédé.....	11
II.2. Types de soudage.....	11
II.3. Préparation des soudures.....	12
II.4. Classification des procédés de soudage.....	12
II.5. Soudage TIG (Tungstène Inerte Gaz).....	13
II.5.1. Principe.....	13
II.5.2. Description du procédé.....	13
II.6. Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques	14
II.6. 1. Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique.....	15
II.6.2. Structure de solidification des aciers austénitiques.....	15
II.6.3. Les modes de solidification dans les soudures en acier austénitique.....	18
II.7. Physico-chimie de la solidification	21
II.8. Propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique	22
II.9. Prévion de la microstructure du métal déposé	22
II.9.1. Notion d'équivalent en chrome et en nickel.....	22
II.9.2. Diagramme de SCHAEFFLER et de DELONG.....	22

Chapitre III. Traitements thermiques

III.1 Traitement d'hypertrempe	24
III.2. Traitement Antiferritique	25
III.3. Traitement thermomécanique	26
III.4. Vieillessement des aciers inoxydables austénitiques.....	26
III.4.1. Introduction.....	26
III.4.2. Fragilisation des aciers austénitiques	27
III.5. Effet du vieillissement	28
III.5.1. Sur les propriétés mécaniques.....	28
III.5.2. Sur les mécanismes de déformation et de rupture.....	28
III.5.3. Les mécanismes de durcissement des aciers ferritiques vieillis.....	28
III.6. Evolution microstructurale des aciers austénitiques au cours du Vieillessement.....	29
III.6.1. grossissement des grains.....	29
III.6.2. Migration des joints de grains	29
III.6.3. Flux d'atomes échangés entre deux cristaux voisins	29
III.6.4. Vitesse de déplacement d'un joint de grains	30
III.6.5. Cinétique de grossissement des grains	31
III.7. Précipitations des carbures et des phases intermétalliques	32
III.8. Formation de la phase intermétallique sigma (σ).....	34

Chapitre IV. Matériaux et procédures expérimentales

IV.1. Présentation des matériaux utilisés	35
IV.1.1. Identification du métal de base	35
IV.1.2. Identification du métal d'apport	36
IV.2. Calcul du Chrome équivalent et du Nickel équivalent	36
IV.3. Réalisation des soudures.....	37
IV.3.1. Choix du procédé de soudage.....	37
IV.3.1.1. Procédé de soudage TIG pour les aciers inoxydables	37
IV.4. Préparation des tôles pour l'opération de soudage.....	38

IV.5. Déroulement de l'opération de soudage.....	38
IV.6. Paramètres de soudage	39
IV.6.1. Calcul des paramètres de soudage	40
IV.8. Traitements thermiques	40
IV.7. prélèvement des échenillons.....	42
IV.8. Traitements thermiques.....	43
IV.8.1. les tôles brutes.....	43
IV.8.2. les soudures	43
IV.9. Méthodes de caractérisations.....	43
IV.9.1. Caractérisation des échantillons.....	44
IV.9.1.1.Observation métallographique.....	44
IV.10. Détermination de la taille des grains.....	45
IV.10.1. Méthode manuelle par intersection linéaire.....	45
IV.10. 2. Méthode numérique d'analyse et de traitement d'image.....	46
IV.11.Analyse par diffraction des rayons X.....	46
IV.11.1. Diffraction des RX pour les structures cristallines.....	46
IV.12. Caractérisation mécanique.....	47
IV.12.1.Essai de dureté et de microdureté (Vickers)	47
IV.12.2.Essai de résilience	48

Chapitre V. Résultats de métal de base et interprétations

V. Résultats obtenues sur le métal de base.....	51
V.1. Evolution structurale	51
V.1.1.Echantillon de référence	51
V.1.2. Traitement à une durée inférieure à 60h.....	53
V.1.3. Traitement à une durée comprise entre 60 et 800 h.....	56
V.1.4. Traitement à une durée supérieure 800 h.....	60
V.2.Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C.....	61
V.2.1. spectres qualitatif correspondant à la zone balayée par le MEB.....	62

V.2.2.répartition topographique des éléments présents.....	64
V.3. Analyse par diffraction des rayons X.....	65
V.4. Evolution de la taille moyenne des grains	66
V.5. Evolution de la dureté Vickers	67
V.6.Evolution de l'énergie de résilience	68

Chapitre VI. Résultats sur la soudure.

VI. Résultats obtenues sur les soudures.....	71
VI.1. Evolution structurale	71
VI.1.1. Echantillon de référence (soudure brute).....	71
VI.1.2. Echantillon après 70 h de maintien.....	74
VI.1.3. Echantillon après 140 h de maintien.....	76
VI.1.4. Echantillon après 500 h de maintien.....	78
VI.1.5.Echantillon après 1000 h de maintien.....	79
VI.1.5. Spectres qualitatifs correspondant à la zone balayée par le MEB.....	81
VI.1.6. Répartition topographique des éléments présents.....	83
VI.2. Analyse par diffraction des rayons X	84
VI.3.Influence de la durée du maintien sur la microdureté	85
VI.3.Évolution de l'énergie de résilience en fonction de la durée du maintien.....	89
Conclusion Générale.....	91

Liste De Figures

Figure I.1. Diagramme Fe-Cr.....	04
Figure I.2. Diagramme Fe-Cr-C.....	05
Figure I.3. Effet du Cr sur la formation de la ferrite delta.....	06
Figure I.4. Diagramme Fer-Nickel.....	06
Figure II.1. Chanfrein en ''V''.....	12
Figure II.2. Illustration du procédé TIG.....	13
Figure II.3. Description de la torche TIG.....	14
Figure II.4. Effets du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle.....	16
Figure II.5. Type de solidification en fonction des valeurs de CL de $D \cdot G / \sqrt{R}$	17
Figure II.6. Morphologie des dendrites.....	17
Figure II.7. Différents modes de solidification primaire.....	20
Figure II.8. Diagramme Schaeffler.....	23
Figure II.9. Diagramme de Delong.....	23
Figure III.1. Hypertrempe des aciers austénitiques du type GX120Mn12.....	25
Figure III.2. Diagramme d'équilibre ternaire Fe - Cr - Ni.....	25
Figure III.3. Limite de la solubilité du chrome dans le fer et limite spiroïdale.....	27
Figure III.4. Micrographie électronique de carbure de chrome.....	31
Figure III.5. Diagramme Température-Temps-Précipitation d'un acier AISI 316L.....	32
Figure III.6. Déchromisation intergranulaire d'un acier inoxydable austénitique par précipitation de carbures de chrome Cr ₂₃ C ₆	32
Figure III.7. Les profils de concentration du chrome près des joints de grains pendant le traitement thermique à la température de 600°C.....	33
Figure III.8. Taux de précipitation de la phase sigma à 700°C.....	34
Figure IV.1. Diagramme de SCHEAFFLER/BYSTRAM.....	37
Figure IV.2. Dimensions des tôles à souder.....	38
Figure IV.3. Géométrie des échantillons du métal de base pour la micrographie.....	42
Figure IV.4. Géométrie des échantillons de soudage pour l'observation micrographique.....	42

Figure IV.5. Représentation schématique du traitement thermique effectué.....	43
Figure IV.6. Schéma principal de la cellule électrolytique.....	44
Figure IV.7. Dimensions de l’empreinte et formule de calcul de la dureté selon Vickers.....	47
Figure IV.8. Schéma du balayage pour la mesure de la dureté sur le long d’un échantillon.....	48
Figure IV.9. Position de l’éprouvette de résilience.....	49
Figure IV.10. Schématisation de l'essai de résilience.....	50
Figure V.1. Surface (a) attaque chimique eau régale G x 200.....	51
Figure V.2. Surface (a) attaque chimique régale G x 500.....	52
Figure V.3. Surface (b) attaque chimique régale G x 500.....	52
Figure V.4. Surface (a) attaque électrolytique Acide oxalique G x 200.....	53
Figure V.5. Surface (b) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.....	54
Figure V.6. Surface (b) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	54
Figure V.7. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	55
Figure V.8. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	55
Figure V.9. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	56
Figure V.10. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	57
Figure V.11. Surface (a) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	57
Figure V.12. Surface (a) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.....	58
Figure V.13. Surface (b) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.....	58
Figure V.14. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	59
Figure V.15. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.....	60
Figure V.16. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.....	60
Figure V.17. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.....	61
Figure VI.1. Micrographies de l’échantillon de référence après attaque chimique.....	71
Figure VI.2. Micrographies de l’échantillon de référence après attaque électrolytique Oxaliques	72

Figure VI.3. Micrographies de l'échantillon de référence après attaque électrolytique KOH.....	72
Figure VI.4. Micrographies de l'échantillon à 70 heures de maintien après attaque électrolytique à l'acide Oxalique.....	74
Figure VI.5. Micrographies de l'échantillon de 70 h après attaque électrolytique KOH.....	75
Figure VI.6. Micrographies de l'échantillon de 140 heures de maintien après attaque électrolytique Oxaliques.....	76
Figure VI.7. micrographies de l'échantillon de 140 h après attaque électrolytique KOH.....	77
Figure VI.8. Micrographies de l'échantillon de 500 heures de maintien après attaque électrolytique Oxaliques.....	78
Figure VI.9. Micrographies de l'échantillon de 500 h après attaque électrolytique KOH.....	79
Figure V.10. Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C. a) Zone fondue, b) Zone de liaison.....	80
Figure VI.11. Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C.....	80
Figure VI.12. Spectres d'analyse de composition chimique des différentes zones présentent dans la zone fondue.....	82
Figure VI.13. Cartographie des éléments majeurs dans la zone fondue d'un échantillon traité 1000 h à 700 °C.....	84
Figure VI.14. diffractogrammes des RX obtenus dans la zone fondue à différentes durées de maintien.....	84
Figure VI.15. Évolution des profils de la microdureté en fonction de la durée du maintien.....	88
Figure VI.16. Évolution de l'énergie de résilience en fonction de la durée du maintien.....	89

Liste Des Tableaux

Tableau I.1 La composition chimique du 316L d'après ASTM.....	8
Tableau I.2. Principales propriétés physiques des aciers inoxydables 316 et 316L.....	9
Tableau I.3. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L.....	9
Tableau III.1. Les compositions chimiques des phases intermétalliques.....	34
Tableau IV.1. La composition chimique du métal de base.....	35
Tableau IV.2. Les propriétés mécaniques du métal de base.....	35
Tableau IV.3. La composition chimique du métal d'apport.....	36
Tableau IV.4. Les propriétés mécaniques du métal d'apport.....	36
Tableau IV.5. Procède de soudage.....	39
Tableau IV.6. Paramètres énergétiques.....	40
Tableau IV.7. Les paramètres des différentes soudures.....	41
Tableau IV.8. L'attaque chimique suivie.....	44
Tableau IV.9. L'attaque électrolytique suivie.....	44
Tableau IV.10. Le calibrage de la machine Charpy.....	49
Tableau V.1. Teneur en éléments d'alliages principaux dans La matrice et la Grand précipité et Petit précipité.....	64
Tableau VI.1. Teneur en éléments d'alliages principaux dans La zone fondu.....	82

INTRODUCTION GENERALE

Les aciers inoxydables austénitiques possèdent une bonne résistance à la corrosion, ainsi que de bonnes propriétés mécaniques depuis la température de l'azote liquide jusqu'à 650°C environ. Ils ont une forte capacité d'érouissage et sont ductiles. Par ailleurs, ils sont soudables par tous les procédés conventionnels. Ils constituent donc des matériaux de structure particulièrement intéressants et sont très largement employés dans l'industrie chimique et l'industrie de l'énergie notamment dans les unités de production électrique et les centrales nucléaires.

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

Les aciers inoxydables doivent contenir au moins 11% de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tel que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène. Cette quantité de chrome confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Cette résistance est due à la formation spontanée d'une couche superficielle d'un oxyde métallique (Cr_2O_3), qui protège le métal et le rend passif. Cependant l'ajout du chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de chrome et des phases intermétalliques et particulièrement la phase sigma qui présente un effet nuisible sur la résistance à la corrosion, la ténacité et la ductilité des aciers inoxydables.

C'est pour quoi il faut bien faire attention lors de leurs utilisations dans l'intervalle de température 550-850°C qui favorise leurs formations. Vu l'aspect dur et fragile qui les caractérise, leurs présence dans les aciers inoxydables est pratiquement indésirable.

La maîtrise du comportement des structures et des assemblages est une nécessité croissante pour les différents secteurs d'utilisation. La connaissance approfondie des phénomènes intervenants (transformation des phases...) dans le matériau utilisé, et les facteurs influençant son comportement, permet de prévenir des anomalies, et choisir des conditions adaptées à son utilisation.

Le travail qui nous a été confié, s'inscrit dans le cadre de la recherche sur l'influence du traitement thermique à 700° C sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique 316L.

Pour cela nous avons soudé des tôles avec le procédé TIG. Ces tôles sont de nuance du type AISI 316L de dimensions : (250 x 125 x 4) mm³ avec un métal d'apport de même nuance (AISI 316L). Pour mieux comprendre l'influence du traitement thermique sur le joint soudé, nous avons jugé utile de faire subir aux éprouvettes soudées, des maintiens à différentes durées et analyser par la suite les changements de la microstructure et les propriétés mécaniques finales obtenues.

INTRODUCTION GENERALE

Ce mémoire est composé de deux parties :

La première partie contient trois chapitres, le premier est une synthèse des données existantes sur les caractéristiques et les propriétés des aciers inoxydables en générale. Dans le deuxième chapitre on traite la métallurgie du soudage de ces aciers et les phénomènes engendrés par le soudage.

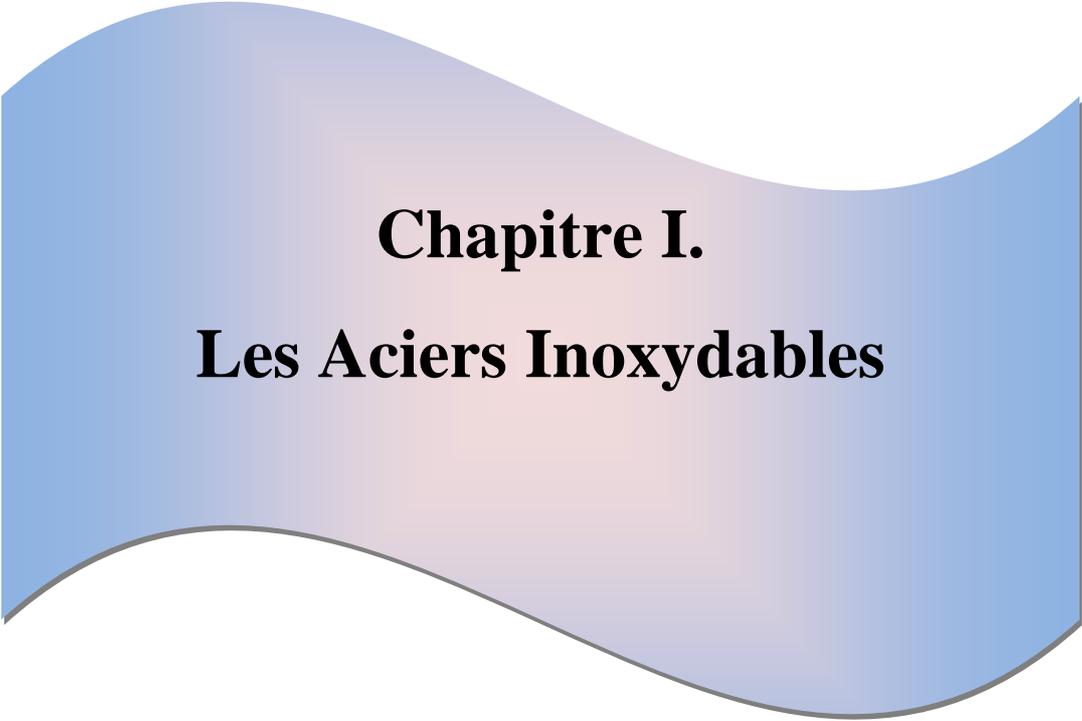
Le troisième chapitre est une synthèse des données de la littérature sur les traitements thermiques après soudage des aciers inoxydables austénitiques.

La deuxième partie, composée de deux chapitres IV et V :

Le quatrième chapitre présente les techniques expérimentales utilisées tel que : préparation des éprouvettes (soudage, usinage, contrôle...), et les techniques de caractérisation (métallographie optique et électronique, dureté, résilience et la DRX).

Le cinquième chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats des différentes investigations effectuées.

Enfin, nous clôturons ce mémoire par une conclusion générale.



Chapitre I.
Les Aciers Inoxydables

Introduction

Les aciers inoxydables sont des alliages métalliques à base de fer ou plus exactement à base d'acier (alliage : fer-carbone) qui doivent contenir au moins 11% de chrome et souvent d'autres éléments d'addition tel que le nickel (ou son substitut le manganèse) et dans une moindre mesure le molybdène. Cette quantité de chrome confère à l'acier une bonne résistance à la corrosion. Cette résistance est due à la formation spontanée d'une couche superficielle d'un oxyde métallique, qui protège le métal et le rend passif. Cependant l'ajout du chrome aux aciers inoxydables est limité à cause du risque de précipitation des carbures de chrome et des phases intermétalliques.

L'acier inoxydable trouve ses applications dans des domaines où la corrosion n'est pas admissible pour des raisons techniques, esthétiques ou médicales comme par exemple l'industrie alimentaire, les brasseries, les installations de cuisine, l'appareillage médical, etc.

Il existe quatre familles principales d'aciers inoxydables, ce sont :

- aciers inoxydables martensitiques ;
- aciers inoxydables ferritiques ;
- aciers inoxydables austénitiques ;
- aciers inoxydables austéno-ferritiques [1].

I.1 Constitution des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers austénitiques sont les aciers inoxydables les plus répandus mais aussi les plus coûteux. Fondamentalement, ce sont des alliages Fer - Chrome - Nickel avec des additions variables d'autres éléments qui permettent d'obtenir des propriétés particulières vis à vis de la corrosion, l'oxydation ou la résistance mécanique à haute température (fluage). Ils présentent une structure austénitique à toutes températures (cubique à faces centrées) et ne peuvent donc pas durcir par trempe. Ils sont beaucoup moins sensibles au phénomène de grossissement de grain à haute température que les aciers ferritiques du fait de leur structure (cfc). Aussi ils ne présentent pas de rupture par clivage (rupture fragile), ce qui minimise considérablement les conséquences du grossissement des grains et fait d'eux des matériaux de choix pour les applications cryogéniques.

La constitution des aciers inoxydables est bien définie par les digrammes d'équilibres qui sont utilisés pour décrire les transformations et les stabilités des phases dans des conditions thermodynamiques de température et de composition. Les systèmes qui sont utilisés sont :

- les systèmes binaires Fe-Cr et Fe-Ni ;
- les systèmes ternaires Fe-Cr-C, Fe-Cr-Ni [2].

I.2. Le diagramme Fe-Cr

Le diagramme Fe-Cr présenté dans la (*Figure I.1*) Montre qu'il y a une solubilité complète du chrome dans le fer à des températures élevées et que la solidification de tous les alliages Fe-Cr se passe sous forme de ferrite. Rappelons aussi que le Cr est un élément alphagène, donc il favorise la formation de la ferrite, de structure cubique centré. Le diagramme Fe-Cr est caractérisé par deux facteurs distinctifs à savoir :

- la présence de la phase sigma à environ 50% de Cr ;
- la restriction de la zone austénitique, généralement appelée la boucle gamma.

A de très faibles concentrations de Cr, une « boucle » d'austénite appelée « la boucle gamma » apparaît dans l'intervalle de température [910 à 1400°C]. Les alliages ayant un pourcentage inférieur à 13% en Cr seront totalement austénitiques dans cet intervalle Par refroidissement rapide. Cette austénite peut se transformer en martensite. A l'extérieur de cet intervalle l'alliage peut être soit austénitique soit ferritique, donc il subit la transformation $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ par chauffage ou par refroidissement. En dehors de cette boucle et à des températures plus élevées, les alliages Fe-Cr sont complètement ferritiques.

A basse température, une nouvelle phase appelée « phase sigma » se présente dans le système Fe-Cr. C'est une composition intermétallique, stœchiométrique, de structure cristalline tétragonale. Elle est dure, fragile et qui peut se produire dans des alliages contenant sensiblement moins de 50% de Cr se formant suivant des cinétiques lentes.

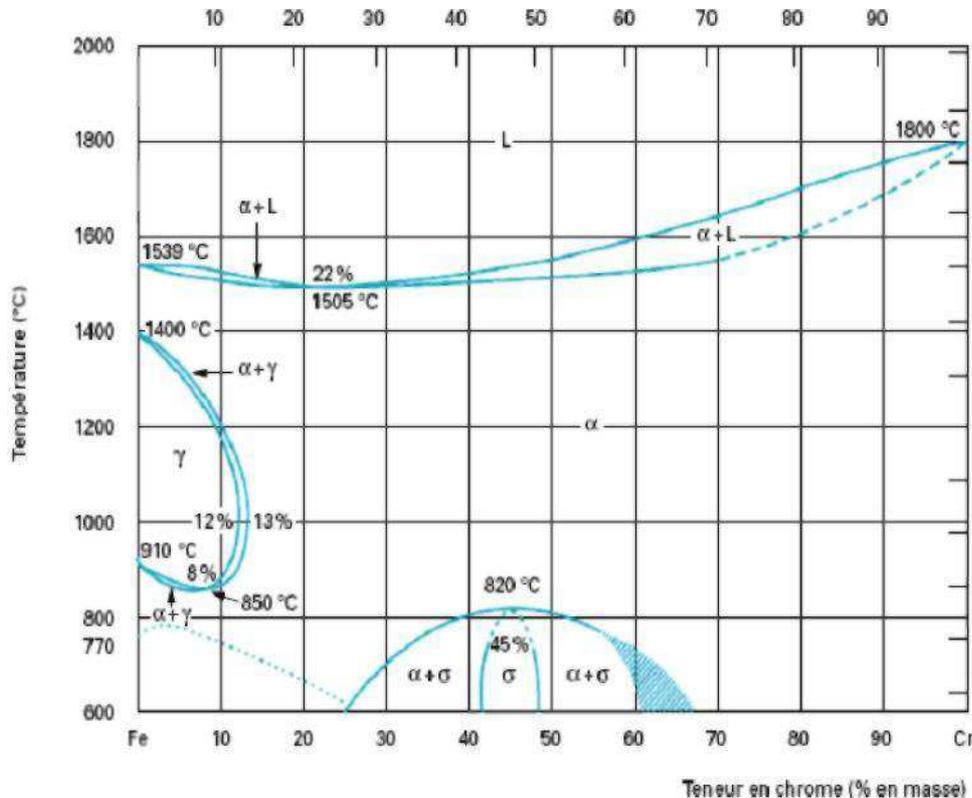


Figure I.1. Diagramme Fe-Cr [6].

Elle présente aussi un effet nuisible sur la résistance à la corrosion des aciers inoxydables. C'est pour quoi il faut bien faire attention lors de leurs utilisations dans l'intervalle de température 600-850°C qui favorise sa formation. Vu l'aspect dur et fragile qui caractérise cette phase, sa présence dans les aciers inoxydables est pratiquement indésirable.

A des températures plus basses, exactement à 475°C, un phénomène particulier se produit dans les alliages fer-chrome de composition voisine de 50% en chrome. Ce phénomène est connu sous le nom de « la fragilisation à 475°C ». Il en résulte la formation d'une précipitation riche en Cr dans la matrice ferritique, cette précipitation est appelée alpha prime (α'), elle se forme à la température ambiante, il a été montré qu'elle a un effet de fragilisation très élevé dans les alliages ayant une teneur supérieure à 14% de Cr. La formation de α' est aussi très lente dans les alliages Fe - Cr mais on peut améliorer sa vitesse de formation par l'ajout des éléments d'additions.

I.3. Le diagramme Fe-Cr-C

Le carbone possède une action gammagène puissante, il élargit fortement le domaine austénitique. En outre, il peut donner lieu à la précipitation des carbures qui, bien qu'ils aient un pouvoir durcissant peuvent conduire néanmoins à des problèmes de tenue à la corrosion et de fragilisation. Pour ces raisons, la teneur en carbone est dans la plupart des cas maintenue très basse. Le fait d'ajouter du carbone à un alliage binaire Fe-Cr élargit en température et en concentration le domaine d'existence de la phase austénitique γ . Cela est illustré dans la (*Figure I.2*). [2].

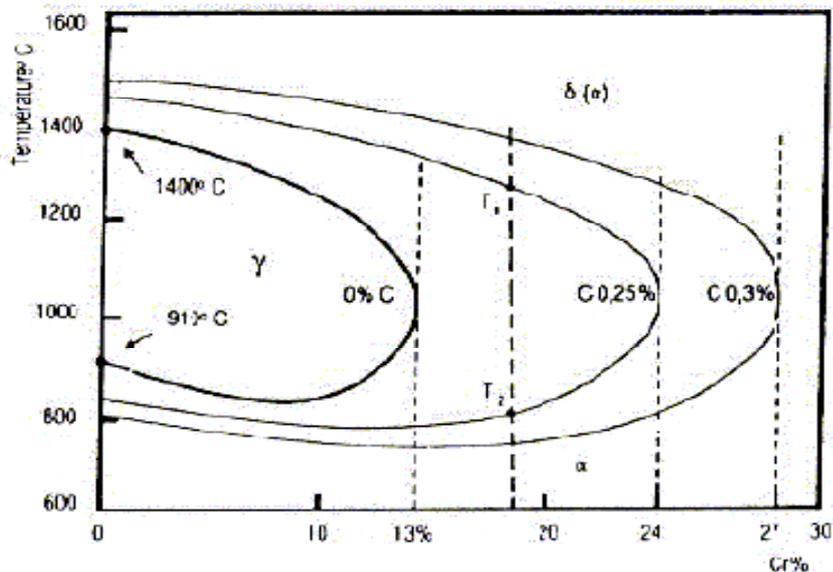


Figure I.2. Diagramme Fe-Cr-C [2].

Dans la (*Figure I.3*) on constate que, pour une concentration en chrome supérieure à 13.5 %, le taux de ferrite croît de manière linéaire avec le pourcentage de chrome dans un acier contenant moins de 0.1% de carbone. Pour un pourcentage en chrome inférieur à 13.5 %, l'acier a une structure martensitique. Une addition plus

élevée en Cr n'aura aucun effet sur la microstructure mais le métal sera plus susceptible à la formation de la phase Sigma [2].

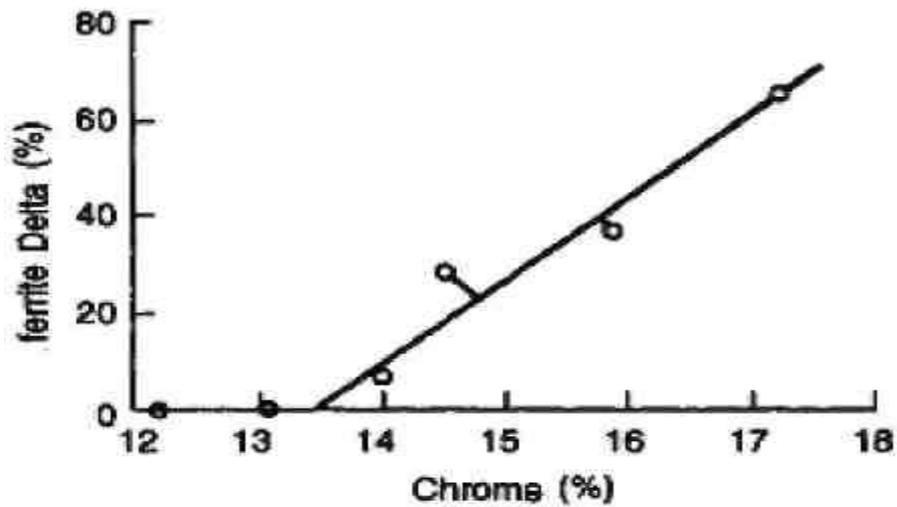


Figure I.3. Effet du Cr sur la formation de la ferrite delta [2].

I.4. Le diagramme Fe-Cr-Ni

Un acier contenant 17% de Cr et 0,1% de C aura une microstructure d'environ 35% de ferrite delta et 65% d'austénite à la température de 1050°C. Pendant que le chrome restreint le domaine austénitique, le Ni a l'effet opposé, la (Figure I.4) montre bien cet effet. Le diagramme d'équilibre Fe-Ni montre une expansion de la zone austénitique [2].

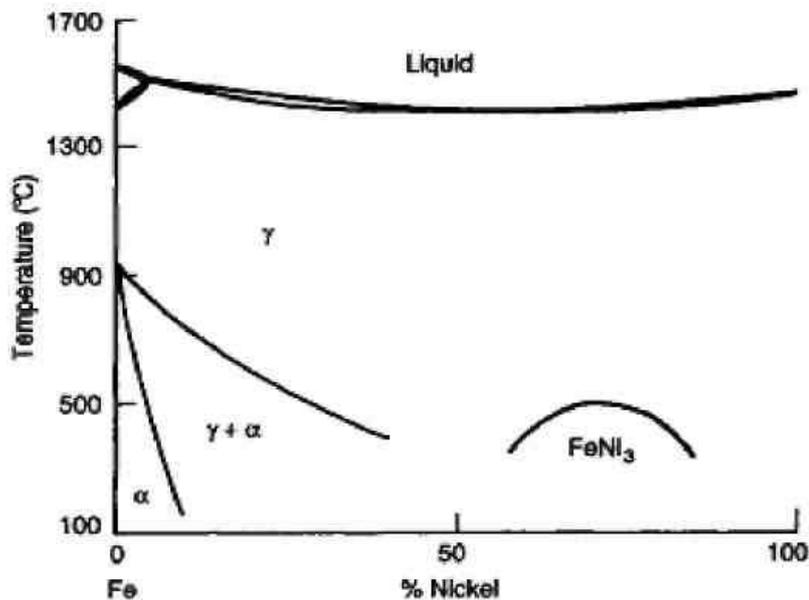


Figure I.4. Diagramme Fer-Nickel [2].

En refroidissant à la température ambiante l'austénite à faible pourcentage de Ni se transforme en martensite, c'est la raison pour laquelle, la dureté augmente au début avec l'addition du Ni tel que la martensite remplace la ferrite delta. Cependant l'addition du Ni diminue les températures de transformation Ms et Mf. tel que pour une teneur plus élevée que 4% Ni, Mf descend en dessous de la température ambiante. Une addition plus élevée en Ni décroît la dureté, la transformation de la martensite sera incomplète accompagnée par la formation de l'austénite résiduelle [2].

I.5. Les aciers inoxydables austénitiques

C'est la famille la plus importante des aciers inoxydables. Les aciers inoxydables austénitiques présentent deux caractéristiques principales :

- ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable (durabilité et résistance à la corrosion) ;
- ils contiennent suffisamment d'éléments gammagènes (Ni, Mn, C, N,) par rapport aux éléments alphas (Cr, Si, Mo, Nb), pour stabiliser une structure austénitique (cubique à faces centrées) à température ambiante.

Cette structure du réseau cristallin permet d'obtenir des alliages présentant une faible susceptibilité magnétique, malgré la proportion en éléments ferromagnétiques. La teneur en carbone est inférieure à 0,12%.

Ces aciers sont ductiles, résistants aux chocs. A partir de 20% de nickel, on obtient une augmentation de la résistance à la corrosion sous tension. Leur résistance à la corrosion est excellente même à la haute température.

Ces aciers sont utilisés dans les industries chimiques, alimentaires, pharmaceutiques, automobiles et papetières. La nuance la plus connue est le 18/8 (ou 304) utilisé dans la plupart des applications alimentaires. Pour des applications plus nobles, on a généralement recours au 316L dopé à l'azote.

L'austénite, phase hors d'équilibre à l'ambiante peut se transformer au cours du temps en martensite par des sollicitations mécaniques. Les nuances qui subissent ce phénomène sont connues sous le nom "aciers maraging" (transformation en martensite par vieillissement) [3].

I.5.1. Acier inoxydable austénitique 316L

316L ou ASTM F139 est la norme américaine. Cet acier contient moins de 0,03% de carbone. Sa teneur en fer varie entre 60 et 65%. Ses principaux éléments d'alliage sont le chrome, le nickel, le molybdène et le manganèse. La composition chimique exacte est donnée dans le (*Tableau I.1*).

Tableau I.1 La composition chimique du 316L d'après ASTM [4].

Elément	Fe	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	N	P	Si	S
Composition chimique (%massique)	60	Max 0,03	17 – 19	12 – 14	2 – 3	Max 2	Max 0,5	Max 0,1	Max 0,025	Max 0,75	Max 0,01

Les éléments d'alliage influent sur la microstructure et la surface du métal. La fonction principale du chrome est de permettre le développement d'un acier résistant à la corrosion en formant un oxyde extérieur fortement adhérent (Cr_2O_3). Cependant, le souci est que le chrome tend à stabiliser la phase de ferrite (cubique centré, CC). Le molybdène et le silicium sont également des stabilisateurs de ferrite. Pour se débarrasser de cette tendance à former la ferrite, du nickel est ajoutée pour stabiliser la phase austénitique.

Le motif le plus important du choix de l'acier à bas carbone se relie à la corrosion. Si la teneur en carbone de l'acier excède de manière significative 0,03%, il y a un danger élevé de la formation de carbures comme Cr_{23}C_6 . Ceux-ci tendent à précipiter aux joints de grains quand la concentration en carbone et l'histoire thermique ont été favorables à la cinétique de la croissance de carbures. Alternativement, cette précipitation de carbure épuise les régions limitrophes de joints de grains du chrome, qui a l'effet de diminuer la formation de la base de l'oxyde de chrome protecteur Cr_2O_3 . Les aciers dans lesquels de tels carbures ont été formés s'appellent "sensibilisés" et deviennent sensibles aux ruptures aidées par la corrosion qui commencent aux joints de grains (affaiblies) sensibilisées [4].

Les applications de l'acier 316L sont très nombreuses. Sa biocompatibilité permet une utilisation soit comme implant (prothèse de hanche), soit en contact direct avec le corps humain (montre, piercing, etc.).

Son excellente tenue au froid permet une utilisation à des très basses températures (conduites pour l'hélium liquide), sa résistance à l'oxydation lui autorise des applications dans les domaines mécaniques (pompes, ...).

Une nouvelle norme européenne parue sur le Journal Officiel Français N° 165 du 19 Juillet 2000 limite l'utilisation de produits contenant plus de 0,05% en masse de nickel. Il devient par conséquent nécessaire de revêtir les aciers 316L pour limiter l'échange de nickel avec le corps humain [5].

I.5.2. Propriétés des aciers inoxydables austénitiques

Il faut faire la différence entre les propriétés volumiques qui englobent les propriétés mécaniques et celles de surface qui régissent le type d'interactions entre l'acier et l'environnement.

► Propriétés volumiques

La grande famille des aciers inoxydables a les propriétés générales suivantes :

- grande ductilité ;
- grandes dureté et rigidité ;
- grande résistance à la corrosion ;
- grande dureté cryogénique ;
- bonne soudabilité ;
- faible réponse magnétique (sauf pour la nuance austénitique).

Ces propriétés sont montrées dans les (*Tableau I.2*) et (*Tableau I.3*), pour ce qui est des nuances 316 et 316L.

Tableau I.2. Principales propriétés physiques des aciers inoxydables 316 et 316L [6].

Propriétés	Valeurs
Densité	7,9
Résistivité électrique	74 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$
Conductibilité thermique	14,6 $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

► Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L

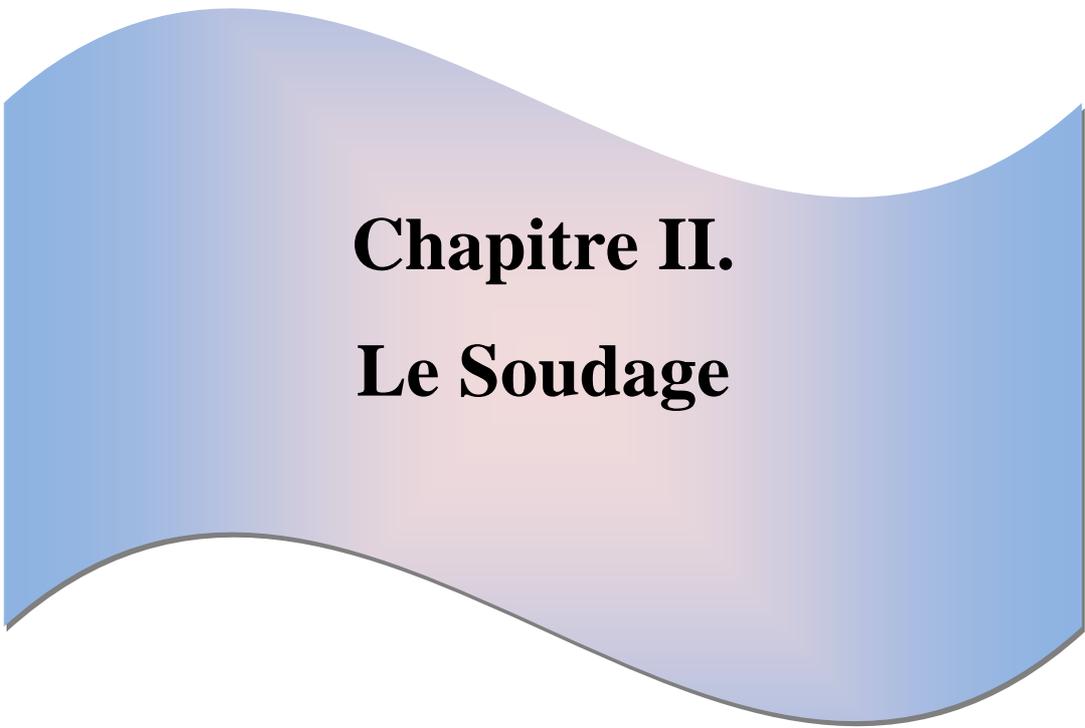
Tableau I.3. Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L [6].

Propriétés	Valeurs
Module d'Young	190-200 GPa
Coefficient de Poisson	0,3
Limite élastique	217 MPa
Résistance à la traction	520 - 645 MPa
Allongement à la rupture	40 - 68 %
Coefficient de dilatation thermique moyen de 20 à 1000°C	16,5 – 19,5.10 ⁻⁶ /°C
Dureté	95 HRB ou 136 HV

Conclusion

N'oublions pas que les aciers inoxydables comportent des corps étrangers, donc des impuretés, nocives et inévitables. Ce sont des inclusions, des éléments de structure constitués par des combinaisons plus ou moins complexes entre un ou plusieurs métalloïdes. Le plus souvent, l'oxygène et le soufre, mais également l'azote, le phosphore, etc. Elles sont généralement colorées, visibles sans attaque sur une coupe micrographique, sous forme d'éléments isolés ou en association. Leurs dimensions dépassent rarement une fraction de millimètre, et leur densité de répartition est plus ou moins irrégulière.

Cependant, une propreté inclusionnaire remarquable peut être obtenue par les techniques de refusions sous vide, à des fins biomédicales [6].



Chapitre II.

Le Soudage

Introduction

L'assemblage par soudage occupe une place primordiale dans l'univers industriel. Il est utilisé dans l'élaboration des bateaux, trains, avions, fusées, automobiles, ponts, tuyaux, réservoirs et tant d'autres choses qui ne sauraient être construites sans le recours au soudage.

La clé des problèmes qui se posent lors d'une construction à souder relève du métier du soudeur dont la démarche doit inclure, outre l'opération de soudage, les problèmes se posant en amont et en aval de celle-ci, à savoir :

- la conception des assemblages : découpage de l'assemblage et disposition des joints ;
- la préparation des pièces avant soudage : géométrie des bords, état des surfaces ;
- la mesure de la qualité des soudures et de la tenue de l'assemblage en service.

II.1. Définition et Procédé**➤ Définition du soudage**

Le soudage des métaux est une technique d'assemblage permanente qui établit la continuité métallique entre les pièces soudées. La soudure est le nom donné au joint formé par la fusion des bords des pièces à souder entre elles, avec ou sans adjonction d'un métal d'apport. La Soudure peut donc être le résultat du seul mélange des métaux de base (les métaux à souder) ou du mélange des métaux de base et d'un métal d'apport. Beaucoup de métaux sont soudables moyennant des études préalables et la mise au point de modes opératoires spécifiques ; citons : les aciers, le cuivre, l'aluminium, le nickel et leurs alliages.

Autrement dit le soudage est un procédé d'assemblage qui consiste à la mise des pièces à souder à la température de soudage (Température de fusion, dans la majorité des cas) au niveau de leur joint, par le biais d'une source de chaleur. Une pression mécanique peut, éventuellement, être associée à cette chaleur [7].

II.2. Types de soudage

- Une soudure est dite Homogène lorsque les deux matériaux de base et le métal d'apport sont de même nature. Par exemple : le soudage TIG de deux aciers AISI 316L (austénitique) avec apport 316LSi.
- Une soudure est dite Autogène lorsque les deux matériaux de base sont de la même composition et que l'assemblage s'effectue sans métal d'apport comme l'exemple du soudage des deux aciers inoxydables austénitique AISI 304.
- On parle d'une soudure "Hétérogène" si au moins un des matériaux en question (métaux de base ou métal d'apport) est différent des autres. Exemple : soudage d'un acier duplex A790 et un acier martensitique 13 Cr avec un métal d'apport [8].

II.3. Préparation des soudures

Pour faciliter l'exécution et obtenir des cordons sans défauts; elle consiste à donner aux bords, ou aux extrémités à souder, la forme qui va permettre le mieux possible une fusion franche et totale et qui donnera le moins lieu aux effets de la dilatation et du retrait, la forme du chanfrein est schématisée dans la (*Figure II.1.*).

Cette tâche consiste à abattre l'angle supérieur des bords de façon que, une fois rapprochés, ces derniers forment une ouverture en "V" dans laquelle la soudure se fait aisément.

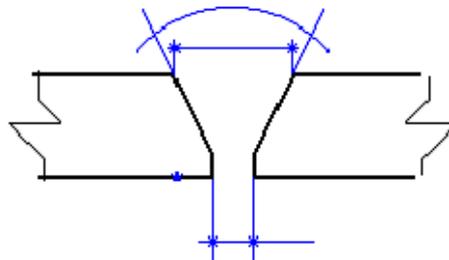


Figure II.1. Chanfrein en "V" [9].

Le chanfreinage des bords et l'ouverture créée par les chanfreins juxtaposés offrent un angle variable suivant la manière de souder ou le procédé suivi. Pour le soudage à l'arc, l'angle est de 60 à 70°C [9].

II.4. Classification des procédés de soudage

Chaque procédé de soudage est défini en ordre, principalement, par sa source d'énergie et doit satisfaire à un certain nombre de conditions:

- la première de ces conditions est de permettre l'élimination de la contamination superficielle des éléments à souder, En effet les procédés de soudage doivent permettre de dissoudre ou de disperser les pellicules superficielles, soit par action chimique d'un flux, soit par action directe de l'arc, soit encore par des moyens mécaniques appropriées ;
- la seconde condition est de permettre d'éliminer la contamination atmosphérique et ses effets ;
- la dernière condition est de permettre l'obtention de joints présentant des propriétés désirées.

Le choix du procédé s'opère selon des critères bien définis : matériaux à souder, facteurs technologiques, critères de qualité et les critères économiques [10].

En ce qui nous concerne le procédé choisi est le procédé de soudage à l'arc avec une électrode non fusible TIG.

II.5. Soudage TIG (Tungstène Inerte Gaz)

II.5.1. Principe

Le terme TIG appelé aussi GTAW est l'acronyme de Tungstène Inerte Gaz où le terme Tungstène désigne le métal constitutif de l'électrode et le terme de gaz inerte représente la protection utilisée. Ce procédé rentre dans la catégorie des procédés de soudage à l'arc avec une électrode non fusible.

L'arc se crée entre l'électrode réfractaire et la pièce sous un flux gazeux, de façon générale, il s'agit d'un gaz ou d'un mélange de gaz rares. L'amorçage se fait grâce au gaz circulant dans la buse qui entoure une grande partie de l'électrode.

Le soudage s'effectue en polarité directe (pole - du générateur relié à l'électrode) pour la majorité des métaux et alliages (Aciers, Inox, Cuivreux, Titane, Nickel...) sauf dans le cas des alliages légers d'aluminium ou du magnésium où l'on soude en polarité alternée (pendant un laps de temps, l'électrode est reliée au pole + du générateur). Il est important de noter que souder de façon continue en polarité directe (pole + relié à l'électrode) détruit cette électrode en la faisant fondre [11].

II.5.2. Description du procédé

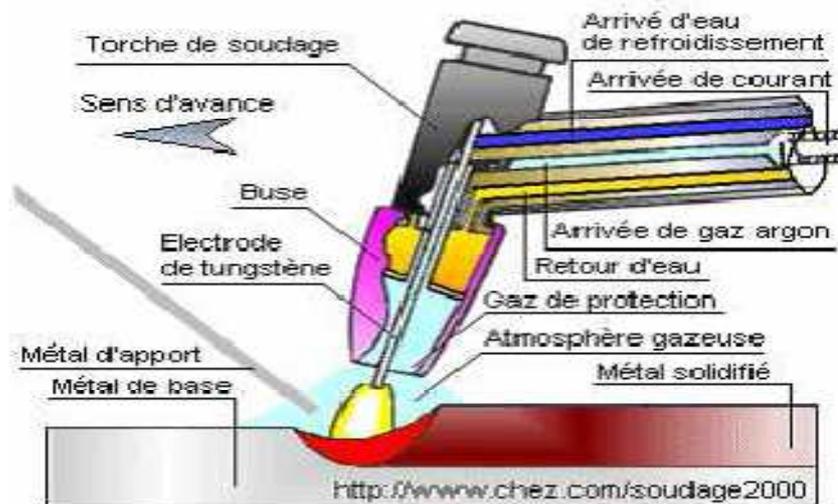


Figure II.2. Illustration du procédé TIG [11].

Le soudage TIG produit une simple fusion caractérisée par sa largeur et sa pénétration. On réalise un apport de métal en introduisant directement dans le bain un fil de même nature que le métal de base. Ce fil qui fond dès son arrivée n'a aucune liaison avec le circuit de soudage. Il n'est pas une électrode et son taux de dépôt est indépendant de la puissance de l'arc.

Ce fait est une des caractéristiques importantes du procédé TIG qui le distingue des procédés à électrodes fusibles. De même que les procédés à fils fusibles, le procédé TIG peut s'automatiser facilement [12].

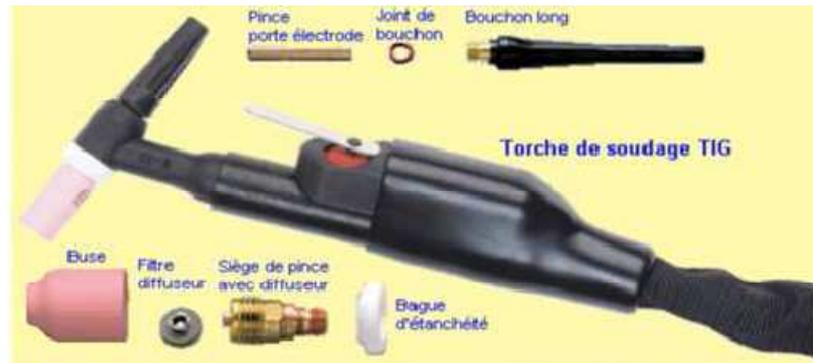


Figure II.3. Description de la torche TIG [12].

Le procédé TIG s'applique à tous les métaux soudables. Les courants généralement employés vont de quelques ampères à 400 A environ en courant continu (par exemple: Pour le soudage du cuivre, les intensités nécessaires sont de l'ordre de 600 à 800 A). En courant alternatif, la gamme utile est comprise entre 5 et 525 A. Sa puissance limitée à une vingtaine de kilowatts et son apport de métal séparé le réservent à des épaisseurs généralement faibles, de quelques millimètres. Son coût élevé, relativement aux autres procédés est dû essentiellement au coût du gaz de protection, fait qu'on le réserve aux applications requérant qualité et précision comme pour les aciers inoxydables où on cherche la meilleure efficacité contre la corrosion des joints soudés [12].

II.6. Soudabilité des aciers inoxydables austénitiques

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

Le risque principal, lors du soudage de ces nuances est le risque de fissuration à chaud. Une soudure d'acier inoxydable austénitique peut être le siège d'une fissuration à haute température engendrée par le retrait (car les aciers inoxydables austénitiques ont un coefficient de dilatation thermique élevé) et se développant à haute température (probablement au dessus de 1200 °C) dans les espaces interdendritiques du métal fondu. La cause en serait l'existence d'un film liquide continu enrichi par le processus de solidification en certains éléments abaissant sa température de solidification tels que : S,

Si, Nb, P, B ; et qui restent dans les espaces interdendritiques. Et donc aux joints de la structure de solidification.

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

Le remède le plus efficace contre ce risque de fissuration consiste à faire de sorte que le métal fondu contienne une certaine proportion de ferrite (δ) (de 3% à 8%). Cette fissuration à chaud peut également s'étendre, pour les mêmes raisons, dans les joints de grains de la ZAT au voisinage immédiat du métal fondu. Les remèdes applicables restent les mêmes [13].

II.6. 1. Les différentes zones d'une soudure d'acier inoxydable austénitique

Au cours d'un cycle thermique de soudage, un acier inoxydable austénitique ne subira une transformation structurale que si sa température a dépassé 1100 °C environ. Les propriétés mécaniques de la zone soudée sont très fortement liées à la structure métallurgique obtenue après l'opération de soudage. Une soudure d'acier inoxydable austénitique pourra, après son retour à la température ambiante, se présenter comme suit:

- **Zone fondue** : Elle se solidifie à l'état austéno-ferritique ou totalement ferritique et sa transformation ferrite (δ) \longrightarrow austénite (γ) n'est généralement pas complète par suite de la rapidité du refroidissement à haute température. Une certaine proportion de ferrite δ subsiste donc à la température ambiante. Cette proportion est d'autant plus élevée que le refroidissement à haute température (> 1250 °C) a été plus rapide. Par suite des ségrégations issues de la solidification, cette ferrite δ est à la fois dans les espaces interdendritiques et dans les axes des dendrites. L'austénite par ailleurs ne subit aucune transformation jusqu'à son retour à la température ambiante. Le métal fondu au cours du soudage a des caractéristiques mécaniques supérieures à celles d'un même métal élaboré de manière classique. Ceci est dû aux déformations importantes auxquelles il est soumis et au refroidissement rapide du joint soudé ;
- **Zone affectée par la chaleur ou, ZAC ou ZAT** : Dans cette zone affectée par la chaleur, il apparaît de très forts gradients de température qui évoluent rapidement dans le temps. On peut distinguer ;
 - **Zone de surchauffe** : au voisinage du métal fondu, une partie dont la température a dépassé 1100°C environ et dont le métal a subi plus ou moins partiellement la transformation austénite (γ) \longleftrightarrow ferrite (δ) (la quantité de ferrite (δ) restant néanmoins toujours faible). La rapidité du refroidissement peut faire que subsiste dans cette zone une certaine proportion de ferrite (δ). Cette zone devrait subir un grossissement exagéré des grains à gros grains ce qui provoque une dégradation des propriétés mécaniques et ceci en fonction de la température et du temps de surchauffe. Mais il faut noter que l'existence d'une structure biphasée à haute température limite très sensiblement le grossissement des grains ;
 - **Une partie voisine de la précédente** : Dont la température atteinte au cours du cycle se situe entre 1100°C et 850 °C environ. Dans cette zone, le métal a subi

un nouveau traitement d'hypertrempe et subsiste donc dans un état austénitique comparable à celui du métal de base ;

- **Une partie** : Dont la température maximale a été comprise entre 500 et 850°C environ et dans laquelle des carbures de chrome ont pu précipiter aux joints des grains d'austénite [14].

II.6.2. Structure de solidification des aciers austénitiques

Lors de la solidification d'un alliage, si les conditions d'équilibre sont maintenues, le soluté est rejeté à l'interface solide-liquide pour former une couche de diffusion en avant de l'interface. La solidification est dite alors à front plan. Il faut pour cela que la température réelle du liquide soit toujours supérieure ou égale à la température du liquidus. Cela se traduit par un gradient thermique G élevé ($G = dT_L / dx$) avec T_L température du liquide et x distance par rapport à l'interface). Si le refroidissement est trop rapide, ce qui est généralement le cas pour les soudures en acier austénitiques, la diffusion du soluté est limitée. Il y a donc un excédent de soluté au niveau de l'interface qui a provoqué le phénomène de « surfusion constitutionnelle » : le gradient thermique est suffisamment faible pour que sur une certaine distance x la température réelle du liquide soit inférieure à la température d'équilibre (*Figure II.4.a.*). Ces instabilités entraînent une disparition de l'interface plane. La solidification est alors de type cellulaire ou dendritique (*Figure II.4.b.*) avec des branches primaires se développant parallèlement à des directions préférentielles associées à la structure cristalline (direction cristallographique 100 pour les cristaux cubiques) [15].

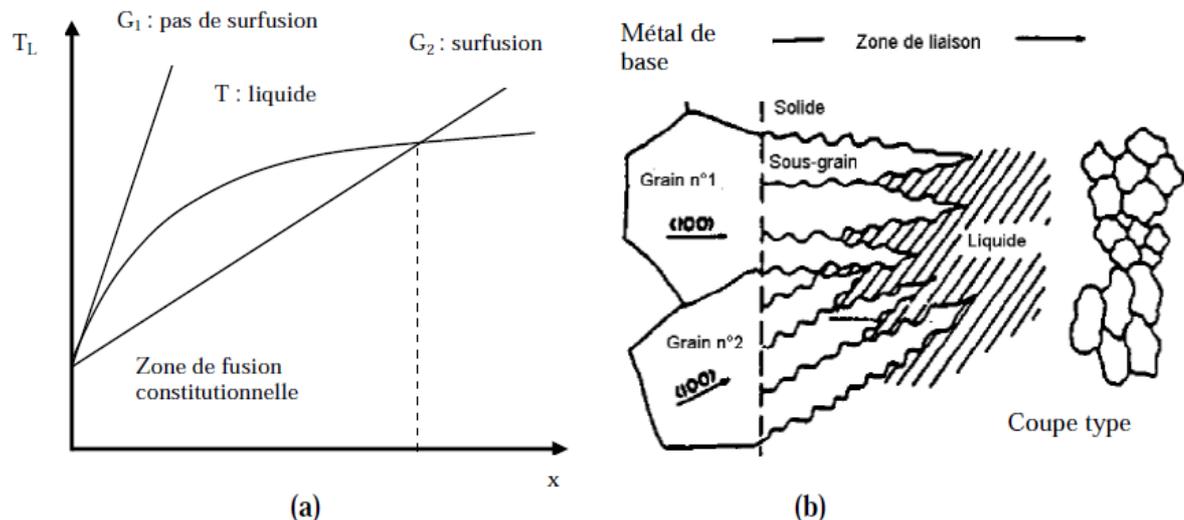


Figure II.4. Effets du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle [15].

Cette structure dendritique est aussi observée à l'ambient car, même dans le cas d'un soudage multipasse, les grains d'austénite de la passe refondue ne subissent pas de recristallisation. Par contre, ce type de structure n'apparaît pas dans les soudures d'acier ferritique car, lors du refroidissement, une transformation solide-solide détruit la structure dendritique. En général, le degré de surfusion constitutionnelle est inversement proportionnelle au rapport $\frac{D.G}{\sqrt{R}}$ (G : gradient de température ; R : vitesse de solidification; D : coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans le liquide) et proportionnel à la concentration CL en soluté dans le liquide à l'interface liquide/solide.

Les différents modes de solidification pouvant être obtenues en fonction de ces deux paramètres sont indiqués sur la (*Figure II.5*) Le rapport $\frac{G}{\sqrt{R}}$ augmente avec l'énergie de soudage et diminue avec la vitesse de soudage [15].

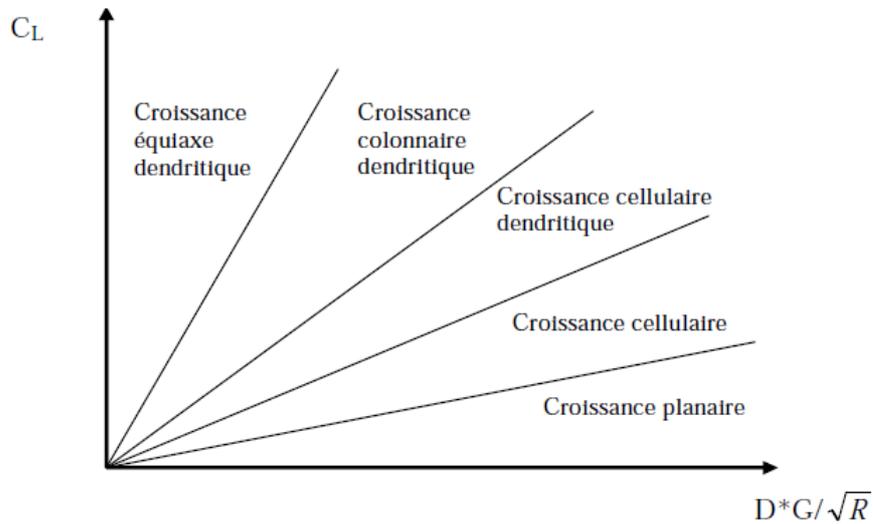


Figure II.5. Type de solidification en fonction des valeurs de C_L de $D \cdot G / \sqrt{R}$ [15].

Pour les plages de composition, de vitesses de refroidissement et d'énergie de soudage qui nous intéressent, la solidification est généralement cellulaire dendritique avec des bras secondaires des dendrites peu développés car le gradient thermique n'est pas suffisamment faible. Un grain colonnaire est alors constitué de plusieurs dendrites de même texture (*Figure II.6*) [15].

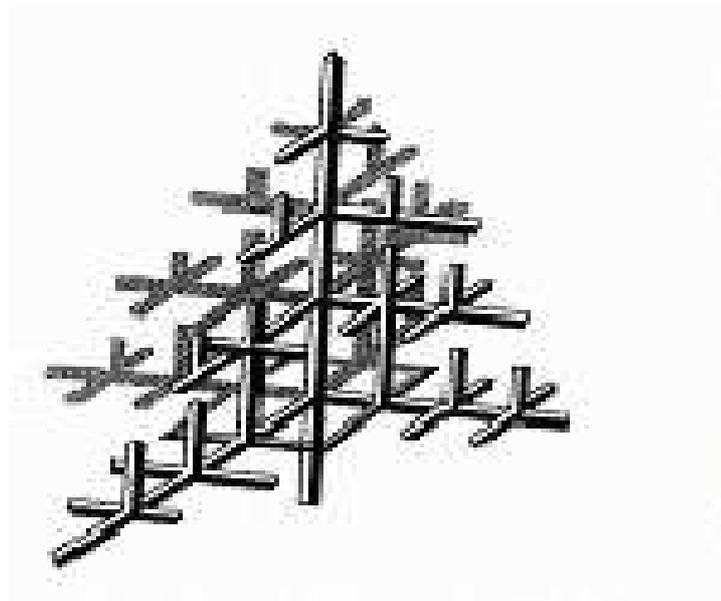
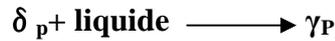


Figure II.6. Morphologie des dendrites [15].

II.6.3. Les modes de solidification dans les soudures en acier austénitique

Dans le cas de la solidification péritectique, la cristallisation commence par la précipitation de la phase δ_p (ou la ferrite δ primaire) à partir du liquide. A la température péritectique une nouvelle phase solide γ_P se formerait selon la réaction :



La phase γ a une forte tendance à croître le long de l'interface δ_p /liquide, et par suite, elle a une tendance à isoler la phase primaire du contact avec le liquide. En fonction de la composition du métal d'apport, la solidification peut se produire selon différents modes. Selon ces modes, la décomposition de la ferrite δ_p peut se produire soit à partir d'une réaction péritectique, ou bien à partir d'une transformation péritectique. Les différents modes de solidification sont cités ci-dessous :

➤ Mode A

Solidification en austénite primaire; la précipitation de la phase γ_P à partir du liquide est aussi possible, si la température est graduellement décroissante. Ce type de précipitation est favorisé par la présence de particules solides dans le métal liquide, qui peuvent jouer le rôle de grains mères de la phase γ_P d'une manière sélective. Particulièrement, pour des vitesses de refroidissement élevées, la formation de la phase δ_p primaire peut être complètement, permettant ainsi à la phase γ_P secondaire de se germer et de croître directement à partir du liquide refroidi ;

➤ Mode AF

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

➤ Mode FA

Solidification en ferrite primaire puis transformation à l'état solide de la majorité de la ferrite en austénite. Cette transformation s'accompagne d'un enrichissement en chrome et d'un appauvrissement en nickel au niveau des cœurs des dendrites. Il apparaît alors dans ces zones de la ferrite résiduelle dite "squelettique" ou "vermiculaire" (5 à 10%) ; La croissance de l'austénite ne dépend pas de l'orientation de la ferrite δ , l'austénite est libre de croître à travers les joints de grains colonnaire de la ferrite δ originale. Il en résulte que l'austénite adopterait une morphologie différente de la morphologie colonnaire ;

➤ Mode F

Solidification en ferrite primaire avec possibilité de germination de grains d'austénite au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstätten) ; Lorsque le métal est refroidi lentement au dessous de la température de cristallisation, la ferrite δ serait la première phase à apparaître. Les grains de la ferrite δ révéleront une morphologie colonnaire anisotrope. La solidification se produit suivant la direction du gradient thermique maximum.

Pour des températures de refroidissement au dessous de la température du palier péritectique, l'austénite se germe par épitaxie à partir des joints de grains ferritiques (Transformation péritectique). Comme son orientation est dépendante de celle de la ferrite, l'austénite ne peut pas croître à travers les joints de grains ferritiques. Les grains colonnaires de l'austénite vont adopter la morphologie de la ferrite δ originaire (*Figure II.7*).

-dans le cas du mode FA, si le rapport Cr/Ni augmente, la morphologie de la phase ferritique évolue et prend un aspect "en lattes" bidimensionnelles, parallèles et régulièrement espacées; - dans le cas du mode AF, la ferrite a aussi un aspect squelettique mais elle est interdendritiques dans ce cas. Il est toute fois difficile de distinguer les deux types de ferrite en micrographie. Plus que l'observation de la morphologie, ce sont donc les profils de composition dans les cellules dendritiques qui permettent de conclure quant à un mode et à une séquence de solidification. Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté Cr_{eq}/Ni_{eq} . Les relations suivantes ont ainsi été établies : **[16]**.

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

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

$$Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.25 \Rightarrow L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma \text{ (mode A)}$$

$$1.25 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.48 \Rightarrow L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \text{ (mode AF)}$$

$$1.48 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1.95 \Rightarrow L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \delta + \gamma \text{ (mode FA)}$$

$$Cr_{eq}/Ni_{eq} > 1.95 \Rightarrow L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \delta + \gamma \text{ (mode F)}$$

De nombreux aciers de la classe AISI 300 contenant 60 à 70 % de fer sont proches de la frontière entre les modes FA et AF correspondant au rapport $Cr_{eq}/Ni_{eq} = 1.5$. 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 **[16]**.

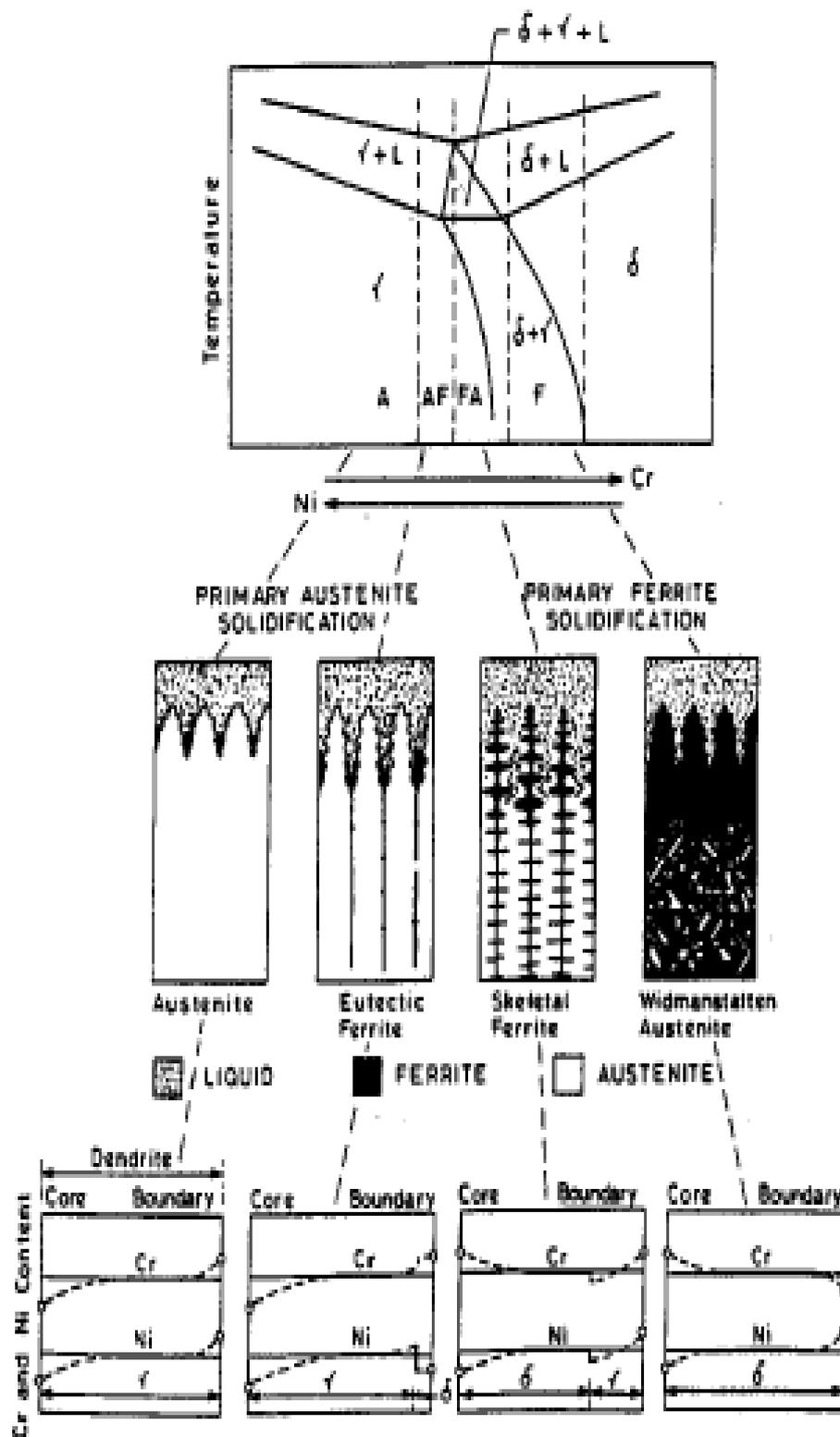


Figure II.7. Différents modes de solidification primaire [16].

II.7. Physico-chimie de la solidification

➤ Phénomène de ségrégation

Le phénomène de ségrégation ou l'hétérogénéité locale de composition chimique du produit obtenu, peut accompagner la solidification à trois niveaux à savoir :

- à l'échelle de la cristallisation: ségrégation dendritique ;
- à l'échelle des grains: ségrégation intergranulaire ;
- à l'échelle macroscopique: ségrégation majeure.

A. Ségrégation dendritique

Elle résulte d'une part du mode de croissance des cristaux, d'autre part du phénomène de « surfusion constitutionnelle ». Le mode de croissance des édifices cristallins est dendritique, c'est-à-dire qu'ils tendent à se développer à partir de germes, dans des directions bien définies associées à leur structure cristalline (perpendiculaires aux faces du cube pour les cristaux cubiques). Les directions privilégiées sont celles qui se trouvent proches de la trajectoire de solidification. Dans le cas d'un alliage les premiers germes de solidification qui apparaissent provoquent une évolution de la composition chimique du liquide qui les baigne, retardant ainsi sa solidification. Ainsi a lieu le phénomène de surfusion dite constitutionnelle. Ce phénomène, renouvelé de proche en proche, se traduit par l'édification et la croissance de dendrites de composition variable depuis leur partie centrale, moins fusible jusqu'à l'extérieur, plus fusible. Du fait de la rapidité du refroidissement, l'homogénéisation par diffusion demeure très incomplète, et l'hétérogénéité chimique se maintient après refroidissement, ce qui rend les dendrites apparentes à l'examen métallographique.

B. Ségrégation intergranulaire

Elle intervient au stade final de la formation des édifices cristallins. Elle est due à la répulsion d'un liquide plus fusible jusqu'à la limite de chaque édifice, c'est-à-dire jusqu'aux joints de grains. Cette forme de ségrégation affecte aussi la zone à structure planaire, où les joints de grains prolongent ceux du métal de base, ce qui peut contribuer à l'apparition du phénomène de fissuration à chaud.

C. Ségrégation majeure

Ce phénomène intervient lors de la solidification d'une masse immobile. Il concerne l'hétérogénéité de composition chimique de la pièce, dont la partie centrale est plus chargée en éléments (d'addition ou impuretés) abaissant le point de fusion, donc repoussé vers l'intérieur au fur et à mesure que la solidification progresse à partir de l'extérieur [17].

II.8. Propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique

Les propriétés mécaniques d'une soudure d'acier inoxydable austénitique ne posent généralement pas de problème. En effet : la résistance et la limite d'élasticité du métal fondu sont au moins égales à celles du métal de base (par suite de la présence de la ferrite et de l'effet du retrait qui écrouit le métal); la résilience est corrélativement abaissée mais reste à niveau largement acceptable ; la résistance et la limite d'élasticité du métal à gros grains dans la Z.A.C sont légèrement abaissées mais retrouvent très rapidement le niveau convenable dès qu'une sollicitation provoque un léger écrouissage [18].

II.9. Prédiction de la microstructure du métal déposé

II.9.1. Notion d'équivalent en chrome et en nickel

Chaque élément peut être affecté d'un coefficient qui représente son pouvoir alphasène ou gammagène de stabilisation de la ferrite ou de l'austénite. Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel, élément respectivement alphasène et gammagène ; aux quels sont attribués arbitrairement le coefficient 1. La constitution des aciers inoxydables à température élevée peut être prévue, en première approximation, à partir des sections isothermes du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni en y portant le point représentatif des valeurs des équivalents (% massique) en chrome et en nickel calculées, par exemple, à partir des formules suivantes :

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

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

La tendance relative des éléments à favoriser ou à contrarier la formation de ferrite a été quantifiée par de nombreuses formules de calcul des équivalents en chrome et en nickel [13].

II.9.2. Diagramme de SCHAEFFLER et de DELONG

Différents moyens ont été proposés pour permettre d'évaluer ce que sera la structure du métal déposé après son retour à la température ambiante en fonction de sa composition chimique. Les diagrammes de Schaeffler et de Delong sont utilisés pour déterminer à titre indicatif la structure du métal déposé par soudage et sa teneur en ferrite [19].

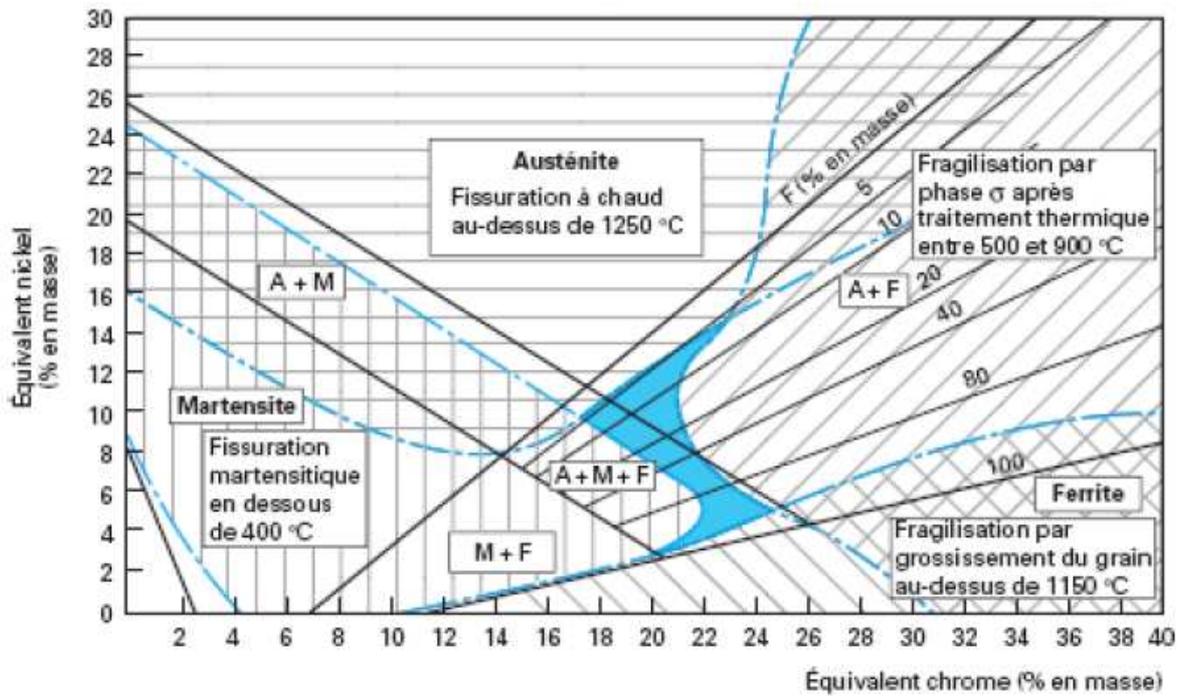


Figure II.8. Diagramme Schaeffler [19].

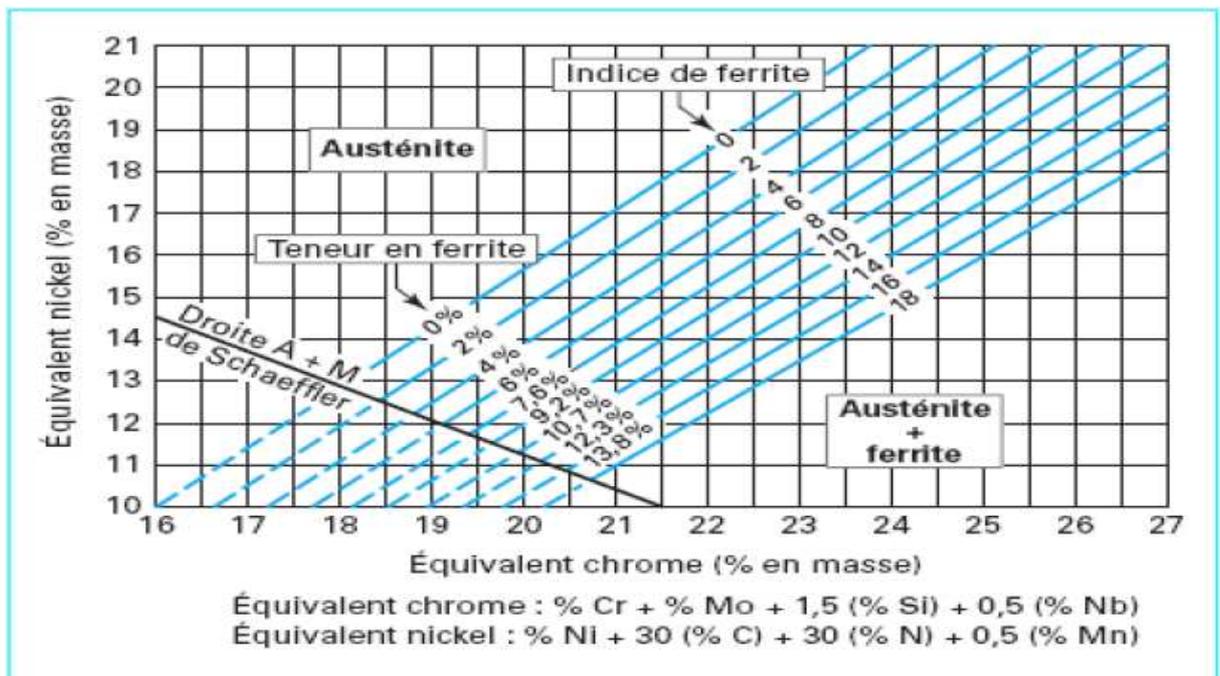


Figure II.9. Diagramme de Delong [19].

Chapitre III.

Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques

III.1 Traitement d'hypertrempe

Il consiste en un maintien à haute température (de 1000 à 1150°C) suivi d'un refroidissement rapide. Souvent, le carbone présent dans la matrice diffuse à des températures relativement basses (500 – 700°C) pour former des carbures de chrome intergranulaire de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ provoquant une sensibilité à la corrosion intergranulaire par appauvrissement en chrome aux joints de grain (**Figure 4**). Le traitement d'hypertrempe a donc pour but d'obtenir à l'ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments, en particulier le carbone et l'azote, se trouvent en solution solide. Ces carbures sont solubles dans l'austénite à haute température, et la mise en solution peut être conservée à l'ambiante par refroidissement rapide. Refroidir le métal suffisamment rapidement depuis la température de traitement permet de conserver l'austénite à l'ambiante, même si celle-ci n'est pas stable thermodynamiquement (l'austénite est alors dans un état métastable et peut, en particulier, se transformer en martensite sous l'effet d'une déformation plastique, voire d'un simple maintien à basse température). La phase austénitique des aciers inoxydables austénitiques est, quelle que soit la composition, stable à haute température (de 1000 à 1100 °C par exemple), (**Figure III.1**).

D'autre part, certains aciers austénitiques sont sujets à la formation de phases intermétalliques de type σ , χ , ou de Laves, dans des domaines de températures compris entre 600 et 850 °C suivant les nuances et les phases formées. Ces phases sont généralement préjudiciables à la tenue à la corrosion et causent une fragilité de l'acier. Elles peuvent être remises en solution à haute température, lors du traitement d'hypertrempe. Les phases intermétalliques les plus stables en température (jusqu'à 1050°C environ) sont celles liées à la présence de molybdène dans le métal. Pour finir, signalons que la phase ferritique δ peut apparaître pour certaines nuances au-dessus de 1100 °C et que cette phase peut être conservée lors du refroidissement, aggravant les risques de fragilisation ultérieurs (précipitation de phase σ).

- ▶ pour les nuances non stabilisées; la température d'hypertrempe peut être choisie dans l'intervalle 1000-1100 °C : 1000 °C suffisent pour redissoudre d'éventuels carbonitrides de chrome (nuances non stabilisées) et il n'y a pas de phases intermétalliques très stables liées à la présence de molybdène.
- ▶ pour des nuances stabilisées (au molybdène); la température sera choisie entre 1050 et 1150 °C pour dissoudre les phases intermétalliques et le cas échéant les carbonitrides ;

L'austénite à une faible conductivité thermique qui impose également des maintiens suffisamment longs à la température d'hypertrempe pour permettre la mise en température de toute la pièce. En conséquence, le choix de la durée du maintien est relatif avec les dimensions de la pièce [20].

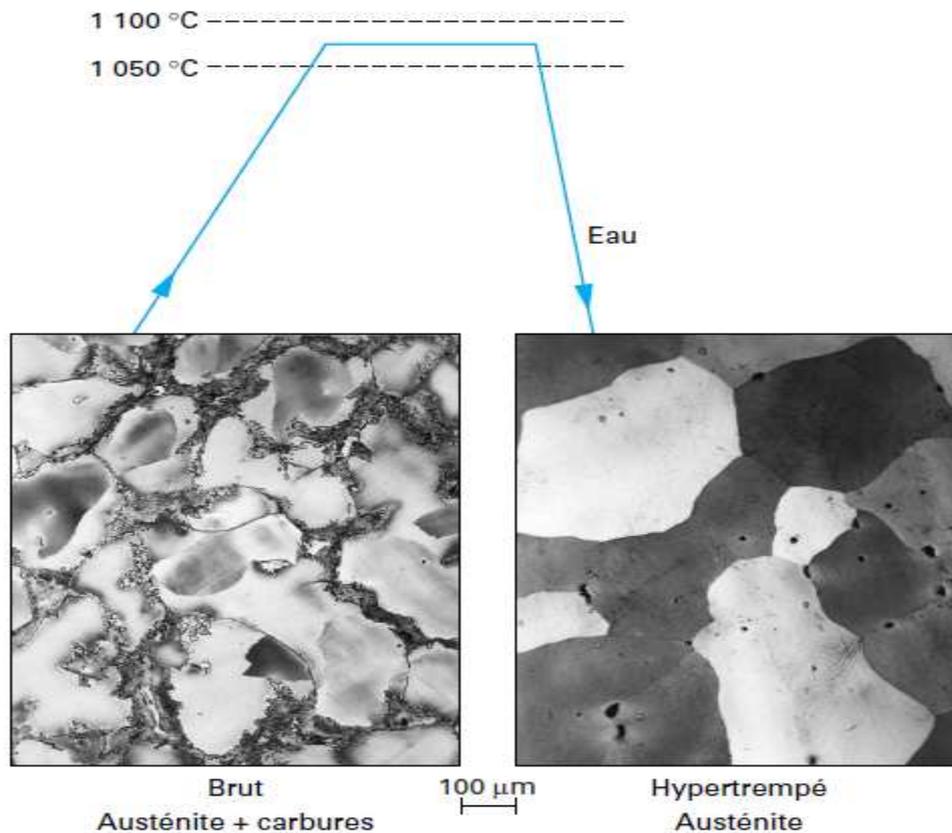


Figure III.1. Hypertrempe des aciers austénitiques du type GX120Mn12 [20].

III.2. Traitement Antiferritique

C'est un traitement d'homogénéisation effectué sur demi-produits ou pièces moulées de grande dimension à une température supérieure à celle du traitement d'hypertrempe. Dans le cas d'une opération de mise en forme intermédiaire, la présence de ferrite apporte d'autres risques car une structure biphasée austénite-ferrite dont la teneur en ferrite est comprise entre 10 et 45 % présente une mauvaise forgeabilité. Pour les opérations difficiles, comme le filage à chaud des tubes, il faudra limiter la teneur en ferrite à 5 %. La teneur en ferrite atteint d'autre part sa teneur d'équilibre très rapidement (quelques minutes) lors de maintiens à haute température [20].

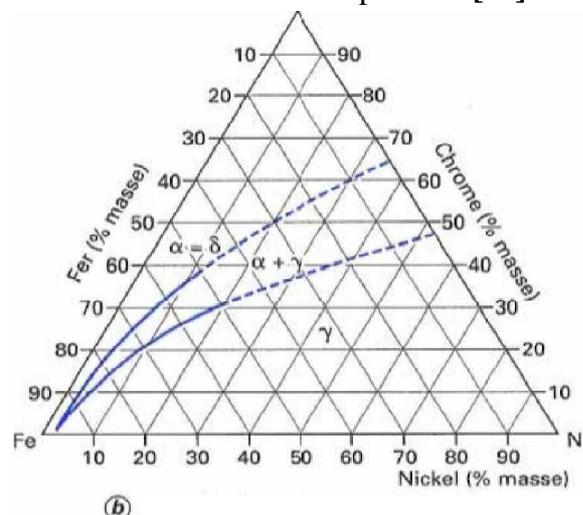


Figure III.2. Diagramme d'équilibre ternaire Fe - Cr - Ni [20].

L'apparition de ferrite est favorisée par les ségrégations formées lors de la solidification: la composition locale peut avoir une tendance ferritique supérieure à celle de la matrice et cela peut amener une solidification en austénite plus ferrite. De la ferrite peut subsister lors de l'hypertrempe, dans ces zones ségréguées, qui ne sont pas forcément éliminées au cours des cycles de corroyage et chauffage ultérieurs, et dont la composition conduit à la présence de ferrite en dessous de 1 100 °C.

Pour éliminer ou minimiser ces ségrégations, on utilise un traitement d'homogénéisation de 24 à 36 h à une température allant de 1 150 à 1 200 °C durant lequel la diffusion accomplit son œuvre, suivi d'un refroidissement jusqu'à la température d'hypertrempe suffisamment lent pour transformer en austénite toute la ferrite mise hors d'équilibre par la diminution de température [20].

III.3. Traitement thermomécanique

On peut augmenter les caractéristiques mécaniques à l'ambiante d'un acier inoxydable austénitique en achevant le laminage, lors des dernières passes, à une température suffisamment basse pour qu'il n'y ait pas recristallisation ni entre passes ni après la dernière passe. Une partie de l'écrouissage à chaud est ainsi conservée dans le métal, ce qui augmente la limite d'élasticité. Cette phase finale de laminage aura été précédée par une phase à plus haute température durant laquelle on affine le grain par des cycles écrouissage-recristallisation. Un tel type de laminage est parfois appelé contrôle. Une autre possibilité d'augmentation des caractéristiques mécaniques à l'ambiante est de précipiter des carbures ou carbonitrides fins et répartis. Ces carbonitrides seront de niobium si l'on veut ne pas sensibiliser l'acier à la corrosion intergranulaire [20].

III.4. Vieillessement des aciers inoxydables austénitiques

III.4.1. Introduction

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés des matériaux, son effet se traduit par :

- un durcissement ;
- une diminution de la ductilité ;
- et une diminution de la ténacité.

Le phénomène de vieillissement thermique peut se produire dans les composants en aciers inoxydables austénitiques durant les processus de fabrication, de soudage et après de longue période d'exposition à la température de service.

Le phénomène principal à l'origine du vieillissement thermique est la formation de précipités suite à la démixtion du chrome présent dans la phase ferritique de ces aciers. Comme conséquence la ferrite devient dure et fragile. Le mécanisme de durcissement de la ferrite est attribué au cisaillement des précipités. Cependant, plusieurs phénomènes contribuent aussi au durcissement. L'intensité du vieillissement varie avec les conditions d'expositions (durée et température) mais aussi avec la composition chimique, la proportion et la morphologie de la ferrite. C'est pourquoi les

paramètres métallurgiques et de fabrication jouent un rôle important, rendant le problème de vieillissement plus complexe encore [21].

III.4.2. Fragilisation des aciers austénitiques

A. Origine de la fragilisation

Le vieillissement des aciers austénitiques à haute teneur en chrome ($> 15\% \text{Cr}$ environ) entraîne leur fragilisation. Elle se traduit par l'augmentation de la dureté et la diminution de la ténacité des aciers lorsque ces derniers sont soumis à des hautes températures pendant quelques centaines d'heures. Ce phénomène longtemps inexplicable est dû à la formation des phases intermétalliques riches en chrome et des carbures. La précipitation de ces phases durcissantes est due à la lacune de miscibilité du chrome dans le fer représentée dans le diagramme Fe-Cr (*Figure I.1*).

Suivant la composition chimique de l'acier et la température de vieillissement, les phases durcissantes apparaissent par germination et croissance ou par décomposition spiroïdale. La décomposition spiroïdale est un processus par lequel un mélange de deux constituants ou plus peut se séparer en régions distinctes avec des concentrations des matériaux différentes. Ce processus diffère de la germination parce que la séparation de phases est due à la décomposition spiroïdale qui se produit à travers tout le matériau, et non uniquement au niveau des sites de germination.

Dans le premier cas, des germes de précipités naissent pour croître ensuite. Dans le second cas, le chrome ségrège progressivement pour donner lieu à une alternance de zones riches et pauvres en chrome. La limite entre les deux types de précipitation est représentée dans le Diagramme Fe-Cr sur la (*Figure III.3*) [22].

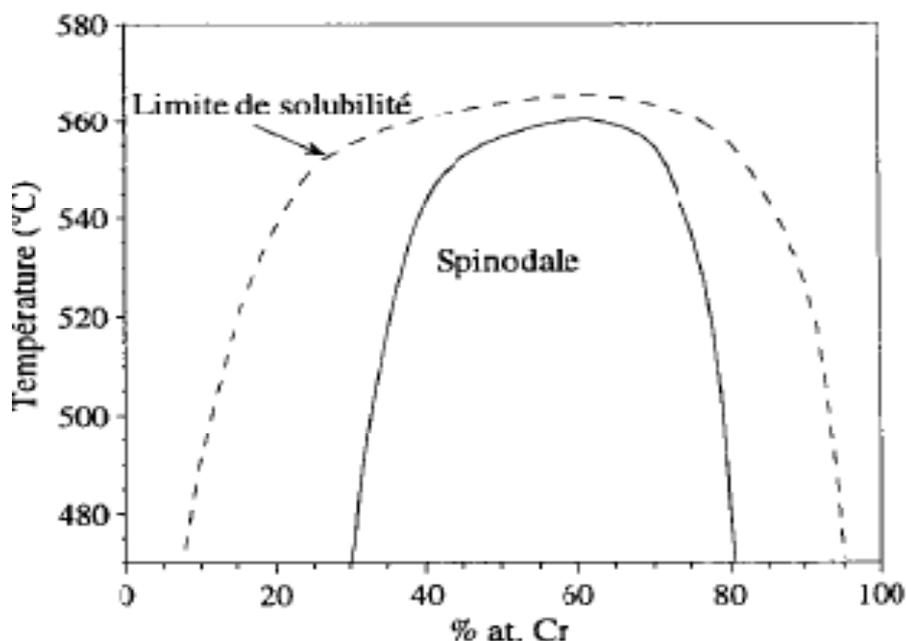


Figure III.3. Limite de la solubilité du chrome dans le fer et limite spiroïdale [22].

III.5. Effet du vieillissement

III.5.1. Sur les propriétés mécaniques

Le vieillissement des aciers austénitiques entraîne une augmentation de leur dureté globale et une chute de résilience. Les propriétés de traction sont également modifiées. Dans tous les cas, la ductilité diminue et, de façon générale, la limite d'élasticité augmente. L'évolution de la résistance mécanique est plus complexe. Les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques varient considérablement d'un alliage à un autre et que plus l'acier contient de chrome plus la cinétique et le degré de fragilisation sont élevés [21].

III.5.2. Sur les mécanismes de déformation et de rupture

Selon la teneur en chrome, la déformation après vieillissement est accompagnée par l'apparition du maillage mécanique. Cependant, le maillage n'est pas la seule cause possible de fragilisation. En effet, on remarque du glissement localisé (empilement de dislocations) susceptible d'être à l'origine de la rupture par concentration locale de contraintes [21].

III.5.3. Les mécanismes de durcissement des aciers ferritiques vieillissants

Plusieurs mécanismes contribuent au durcissement des aciers ferritiques. Les principales citées par la plupart des auteurs sont les effets de cohérence, les effets de module et les effets chimiques.

L'origine du durcissement par effet de cohérence vient de l'existence de contraintes internes dues à la présence de précipités de phase α' cohérents avec la matrice mais de paramètre de maille légèrement différent. Le passage d'une dislocation dans le champ de ces contraintes va être facilité ou au contraire rendu plus difficile suivant leur signe. La dureté du matériau est ainsi augmentée. Si les précipités sont en réalité des fluctuations de composition chimique, comme c'est le cas lorsque la précipitation a lieu par décomposition spiroïdale, le même mécanisme est mis en jeu. En effet, la fluctuation de la teneur en chrome entraîne une variation du paramètre de maille et donc des contraintes internes.

Le durcissement par effet de module provient de la différence des modules de cisaillement de la matrice et des précipités ($\mu_{Fe} < \mu_{Cr}$ où μ est le module de cisaillement). Cette différence entraîne comme dans le premier mécanisme une variation d'énergie élastique des dislocations à l'intérieur des précipités. Dans le cas de la décomposition spiroïdale, le même raisonnement peut être effectué à condition de considérer le module de cisaillement comme étant fonction de la teneur en Chrome. Lorsqu'un précipité est cisailé, une interface supplémentaire se crée augmentant ainsi l'énergie totale du système. C'est l'origine du durcissement par effet chimique ou par création d'interface [23].

III.6. Evolution microstructurale des aciers austénitiques au cours du Vieillissement

III.6.1. grossissement des grains

Le grossissement des grains apparaît lors d'un recuit à une température suffisante, l'importance de ce grossissement dépend de la température et de la durée de maintien en effet, au cours d'un recuit, un poly cristal a tendance à diminuer son énergie libre totale en réduisant la surface totale des interface, cela peut s'expliquer par la mobilité des plans d'interface et la migration des joints [24].

III.6.2. Migration des joints de grains

Un atome ayant acquit sous l'effet thermique une énergie d'activation ΔG^* , peut traverser le joint pour se positionner dans le réseau du grain voisin. Il est évident que les atomes au voisinage du joint, privés de certains de leurs voisins, se trouvent dans un état d'énergie supérieur. Cette énergie leur communique une fréquence de vibration supérieure à celle des atomes du cœur d'où la possibilité d'une migration vers un site vacant dans le réseau du cristal voisin [24].

III.6.3. Flux d'atomes échangés entre deux cristaux voisins

Le déplacement mutuel des atomes entre deux cristaux voisins peut se traduire par la relation du flux net d'atomes échangés suivante :

$$J_{\text{net}} = J_1 - J_2 \quad (1)$$

J_{net} : Flux de déplacement des atomes à partir d'un cristal vers un cristal voisin

Avec :

$$J_1 = p_2 \cdot n_1 \cdot v_1 \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{KT}\right) \quad (2)$$

$$J_2 = p_1 \cdot n_2 \cdot v_2 \exp\left(-\frac{(\Delta G^* - \Delta G)}{KT}\right) \quad (3)$$

p_n : probabilité pour qu'un atome rencontre un site favorable dans le réseau.

v : fréquences de vibration des atomes

n : nombre d'atomes

ΔG^* : énergie d'activation des atomes pour sauter d'un site à un autre.

ΔG : différence d'énergie entre les atomes.

On peut mettre :

$p_1 = p_2 = p$ (l'atome déplacé ne trouve pas de difficulté pour trouver un vacant)

$p_1 \cdot n_2 \cdot v_2 = p_2 \cdot n_1 \cdot v_1 = p \cdot n \cdot v$ (Pour ΔG petit, ce qui est souvent le cas)

Donc le flux net peut s'écrire :

$$J_{\text{net}} = J_1 - J_2 = p \cdot n \cdot v \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{KT}\right) \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta G}{KT}\right)\right] \quad (4)$$

De fait que $\Delta G \ll kT$:

$$J_{\text{net}} = p \cdot n \cdot v \left(-\frac{\Delta G}{KT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{KT}\right), [24]. \quad (5)$$

III.6.4. Vitesse de déplacement d'un joint de grains

La relation qui relie la vitesse de déplacement du joint (v) avec le flux d'échange (J_{net}) est la suivante :

$$J_{\text{net}} = \frac{v}{V} \quad (6)$$

Où V : volume atomique

Donc, l'expression de la vitesse de déplacement d'un joint peut s'écrire sous la forme :

$$v = p \cdot n \cdot V \left(\frac{\Delta G}{KT} \right) \exp \left(- \frac{\Delta G^*}{KT} \right) \quad (7)$$

Ou bien sous la forme :

$$v = p \cdot n \cdot v \cdot V^2 \left(\frac{\Delta G}{VKT} \right) \exp \left(- \frac{\Delta G^*}{KT} \right) \quad (8)$$

Posons :

$$M = \frac{p \cdot n \cdot v \cdot V^2}{KT} \exp \left(- \frac{\Delta G^*}{KT} \right) \quad (9)$$

M : facteur qui dépend essentiellement de la température, appelé mobilité atomique

$$\frac{\Delta G}{V} = \frac{2\gamma}{r} \quad (10)$$

$2\gamma/r$: facteur qui dépend de l'interface

γ : travail nécessaire pour créer une unité d'interface à température et pression constante.

Donc la vitesse de déplacement peut s'écrire comme suit :

$$v = \frac{2M\gamma}{r} \exp \left(- \frac{\Delta G^*}{KT} \right), [24]. \quad (11)$$

III.6.5. Cinétique de grossissement des grains

Si \bar{D} représente le diamètre du grain moyen, le rayon de courbure moyen peut s'exprimer par $(\frac{\bar{D}}{2})$. Donc l'énergie motrice moyenne est proportionnelle à $\frac{4\gamma}{\bar{D}}$.

Donc ce cas, la vitesse moyenne de croissance des grains dans une structure donnée soumise à un traitement de recuit à celle de haute température aura, en première approximation, une forme similaire à celle de la vitesse de migration d'un joint (relation 11.20). On peut alors écrire que :

$$\frac{d\bar{D}}{dt} = \frac{\gamma}{\bar{D}} \cdot \alpha \cdot M \quad (12)$$

Où α est coefficient de proportionnalité.

Par intégration on trouve :

$$\frac{\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2}{2} = \int_0^t \gamma \cdot \alpha \cdot M dt \quad (13)$$

On déduit alors que :

$$\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2 = 2 \cdot \alpha \cdot \gamma \cdot M \cdot t \quad (14)$$

Pour simplifier, posons $\tilde{D} = \bar{D}^2 - \bar{D}_0^2$, avec $\tilde{D} \geq \bar{D}_0$. En maintenant constante la température de traitement, le phénomène de grossissement des grains n'évolue qu'en fonction du temps. On peut alors grouper les termes constants en un seul facteur K tel que $K = (2\gamma\alpha M)^{1/2}$.

On obtient alors une relation simple du paramètre moyen du grain :

$$\tilde{D} = K \sqrt{t} \quad (15)$$

Pour une température donnée, le facteur K est en effet constant. Cependant, lorsque la température croît, la mobilité du joint augmente, entraînant une augmentation sensible du facteur K. En pratique, il a été vérifié expérimentalement que la croissance des grains dans un alliage monophasé obéit à une loi similaire $\tilde{D} = Kt^x$.

Par contre, les mesures de l'exposant x sont toujours à 0,5, sauf dans le cas où le métal est très pur et la température relativement élevée. Auquel cas, l'exposant x devient proche de 0,5. Les raisons de cette différence proviennent du fait qu'en réalité de migration des joints de grains n'est pas une fonction linéaire de l'énergie motrice ΔG .

Notons ici que la relation précédente ne concerne que les grains dits normaux, car occasionnellement on assiste à la croissance d'un certain nombre limité de grains dits subnormaux au détriment des autres pour occuper un volume important de la matrice. Ce type de croissance des grains alentours est connu sous le nom de croissance discontinu, ou recristallisation secondaire, ou coalescence [24].

III.7. Précipitations des carbures et des phases intermétalliques

En ce qui concerne l'évolution de la microstructure au cours du traitement de vieillissement, il a été montré que, entre 550°C et 700°C, les carbures $M_{23}C_6$ précipitent en premier, suivis par des phases intermétalliques aux joints de grains comme on peut le voir sur la (Figure III.4). Toutes ces phases apparaissent successivement dans les joints de grains, ainsi que dans les grains lui-même.

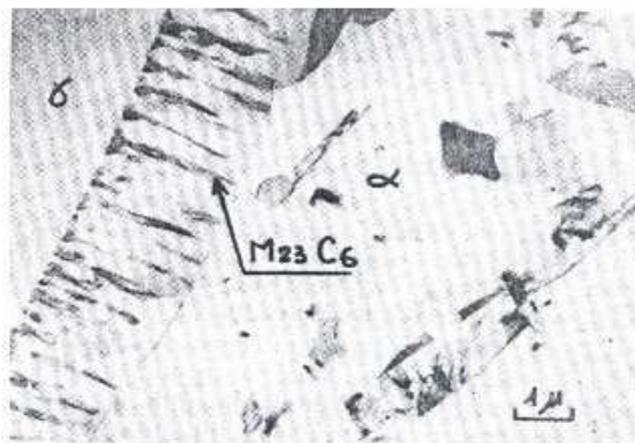


Figure III.4. Micrographie électronique de carbure de chrome [25].

Chapitre III. Traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques

Les profils de concentration du chrome près des joints de grains pendant le traitement thermique à la température de 600°C, sont représentés dans la (*Figure III.7*) Ils montrent quantitativement l'appauvrissement en chrome associé aux précipités intergranulaires au voisinage du joint des grains [25].

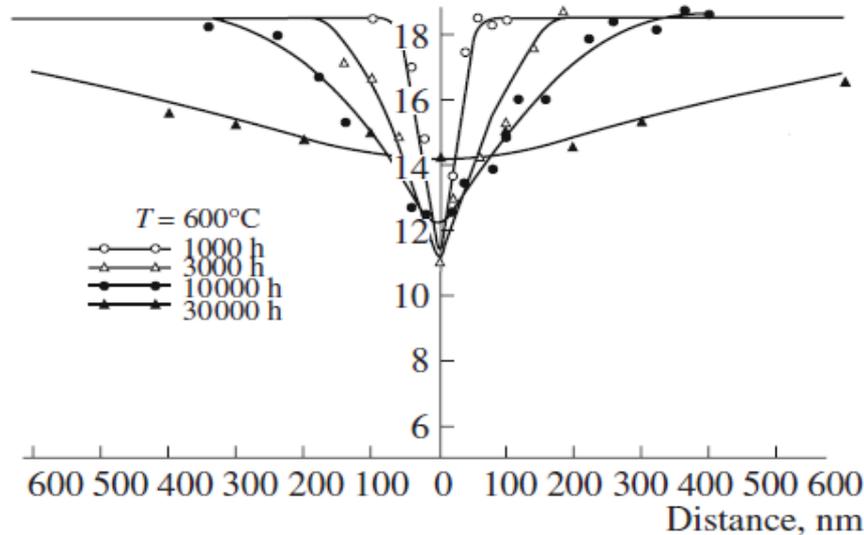


Figure III.7 Les profils de concentration du chrome près des joints de grains pendant le traitement thermique à la température de 600°C [25].

III.8. Formation de la phase intermétallique sigma (σ)

Les alliages à très haute teneur en chrome ($Cr > 30\%$) sont particulièrement sensibles à ce phénomène. Cependant, son domaine d'existence peut également être rencontré dans des nuances à 17% de chrome ayant subi un long maintien en température dans l'intervalle 550 à 850 °C.

Cette situation est rare et elle ne peut se présenter que, soit lors du refroidissement de pièces moulées présentant une très grande inertie thermique, soit lors du soudage multipasse à l'arc d'assemblages de forte section. La (*Figure III.8*) met en évidence l'influence des éléments d'alliage sur la cinétique de précipitation de la phase σ . Le chrome, le molybdène, le titane et le niobium favorisent la formation de la phase sigma (σ). L'addition de 2 à 3% de Si à un acier inoxydable austénitique accélère aussi la précipitation de la phase σ .

Les compositions chimiques des phases intermétalliques susceptibles à se précipiter dans ces alliages sont illustrées dans le (*Tableau III.1*)

Tableau III.1 Les compositions chimiques des phases intermétalliques [26].

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

La déformation à froid diminue le temps d'incubation qui précède la formation de la phase σ . L'augmentation de la taille du grain austénitique, consécutive à un traitement d'hypertrempe effectué à plus haute température, retarde la précipitation de la phase σ .

Il est à noter aussi à ce sujet que la formation de la phase sigma (σ) dans une matrice austénitique est beaucoup plus lente que dans la ferrite. Et la présence de ferrite δ , en particulier dans les soudures, peut être à l'origine de la formation de la phase sigma dans un acier inoxydable austénitique [26].

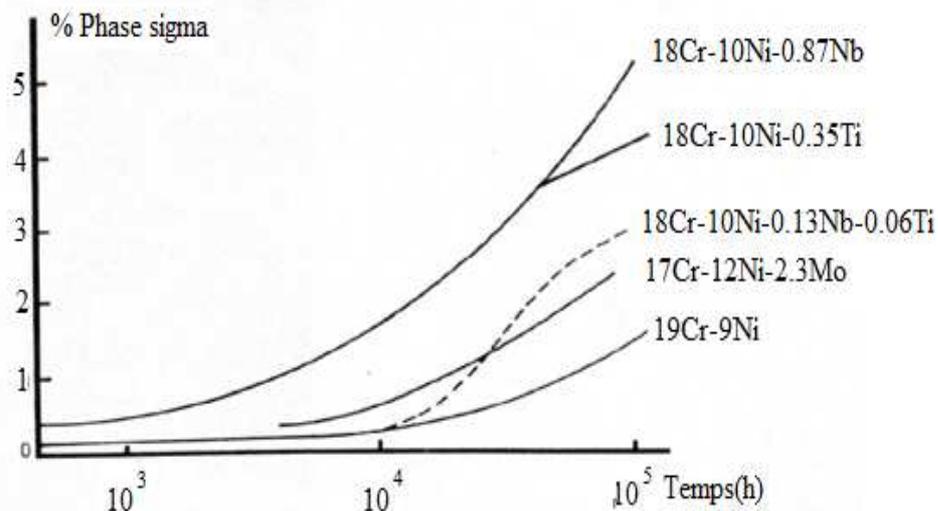
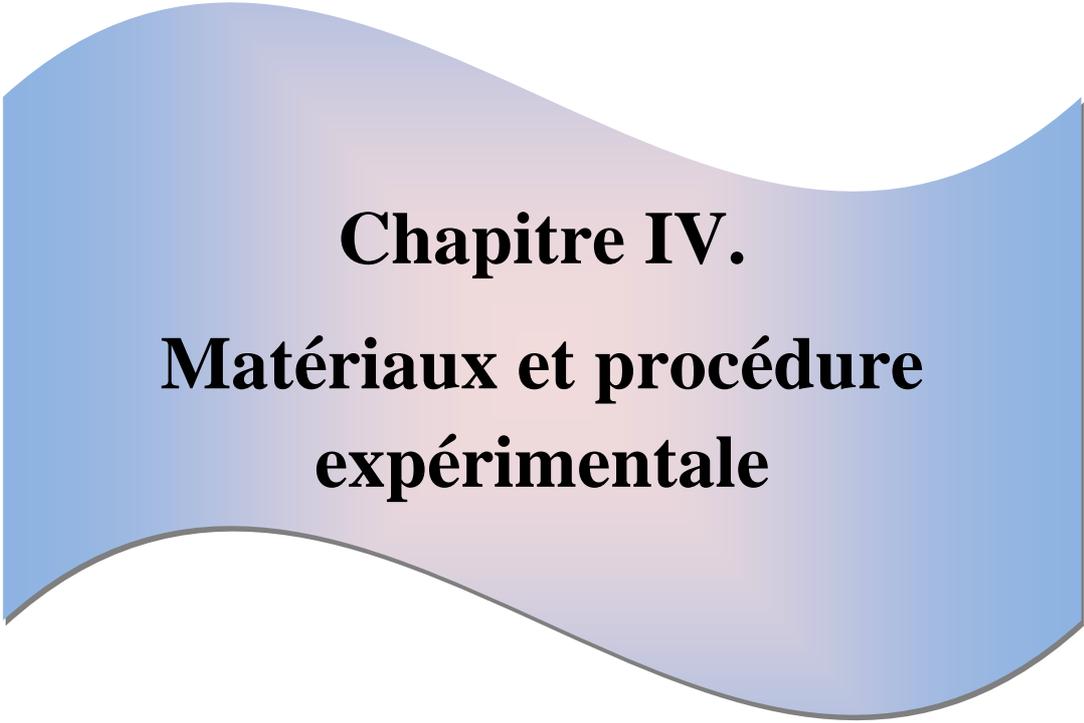


Figure III.8. Taux de précipitation de la phase sigma à 700°C [26].



Chapitre IV.
**Matériaux et procédure
expérimentale**

Introduction

Dans le cadre de cette présente étude nous avons essayé de mettre en évidence l'influence du traitement thermique à haute température sur la microstructure et les Propriétés mécaniques d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique 316L avec un métal d'apport de même nuance ; pour cela on s'est basé essentiellement sur :

- la microstructure du joint soudé ;
- les propriétés mécaniques du joint soudé.

Les points cités ci-dessus ont été abordés en respectant les étapes suivantes :

Etape 1 : Identification du métal de base et du métal d'apport ;

Etape 2 : Soudage des tôles ;

Etape 3 : validation des soudures réalisées ;

Etape 4 : Caractérisation métallurgique, mécanique et la Diffraction des Rayons X.

IV.1. Présentation des matériaux utilisés

Cette étape consiste à identifier le métal de base et le métal d'apport en se basant sur leurs : classifications, compositions chimiques et propriétés mécaniques.

IV.1.1. Identification du métal de base

Le métal de base est un acier inoxydable austénitique 316L, qui possède une bonne soudabilité.

a) Caractérisation du métal de base

Métal de base: Acier inoxydable austénitique 316L.

Classification : ASTM F139.

Composition chimique : le (*Tableau IV.1*) suivant représente la composition chimique du métal de base.

Tableau IV.1 la composition chimique du métal de base.

Eléments	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	N	C	P	S
Teneur	16,48	10,22	2,01	1,93	0,46	0,053	0,024	0,031	0,001

b) Méthodes d'analyses

Analyse par fluorescence aux rayons X pour les éléments lourds. Spectrométrie d'analyse en infra-rouge pour le Carbone et le soufre.

c) Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques du métal de base sont illustrées dans le (*Tableau IV.2*) suivant :

Tableau IV.2 Les propriétés mécaniques du métal de base.

Propriétés	Résistance à la rupture Rm (N/mm ²)	Limite d'élasticité Rp0.2 (N/mm ²)	Allongement à la rupture A (%)
Métal de base	637	374	54

IV.1.2. Identification du métal d'apport

Le métal d'apport est aussi un acier inoxydable austénitique 316L, qui possède une bonne soudabilité.

a. Caractérisation du métal d'apport

- **Classification** : AWS A5.9 ER 316L.

- **Composition chimique** : le (*Tableau IV.3*) représente la composition chimique du métal d'apport.

Tableau IV.3 La composition chimique du métal d'apport.

Eléments	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	C	P	S
Teneur	18,3	11,7	2,5	1,6	0,40	0,1	0,01	0,02	0,01

b. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques du métal d'apport sont illustrées dans le (*Tableau IV.4*) suivant :

Tableau IV.4 Les propriétés mécaniques du métal d'apport.

Propriétés	Résistance à la rupture Rm (MPa)	Limite d'élasticité Rp0.2 (MPa)	Allongement à la rupture A (%)
Métal d'apport	620	440	37

IV.2. Calcul du Chrome équivalent et du Nickel équivalent

Des formules et des diagrammes ont été proposés pour évaluer et prévoir la structure du métal fondu à l'état brut de soudage. En pratique, ces diagrammes sont au nombre quatre, le plus ancien, mais encore utilisé, est celui d'**ANTON SCHEAFFLER** ce diagramme ne tient pas compte de l'effet d'un élément fortement gammagène, l'azote.

Un autre diagramme a été proposé par **W. DELONG** (1960), utilisable dans le domaine des aciers inoxydables austénitiques, il a intégré l'effet gammagène de l'azote, effet qu'il estime aussi puissant que celui du carbone. Il propose les formules suivantes pour le calcul des équivalents Chrome et Nickel en % [19].

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

$$Ni_{eq} = \% Ni + 30 \% C + 0.5 \% Mn + 30 \% N$$

Selon ces deux relations, on trouve la valeur du rapport Cr_{eq} / Ni_{eq} pour le métal de base :

$$\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = \frac{19.1}{13.53} = 1.41$$

Le rapport Cr_{eq} / Ni_{eq} étant inférieur à 1.48, donc l'acier étudié va se solidifier selon le mode **AF**, c'est-à-dire : solidification en austénite primaire avec apparition de ferrite par réaction eutectique et enrichissement en chrome à la frontière entre deux dendrites.

Le même calcul pour le métal d'apport donne :

$$\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = \frac{21.4}{12.8} = 1.67$$

Selon ce résultat le métal d'apport va se solidifier en mode **FA**, c'est à dire : que le premier germe de solidification sera un germe ferritique. Dans le diagramme de SCHEAFFLER/BYSTRAM on a indiqué les zones à risques (**Figure IV.1**). Il existe sur ce diagramme une zone sans risque (zone en bleu) dont laquelle on s'efforcera, dans la mesure du possible, d'approcher le point représentatif de la structure de la zone fondue.

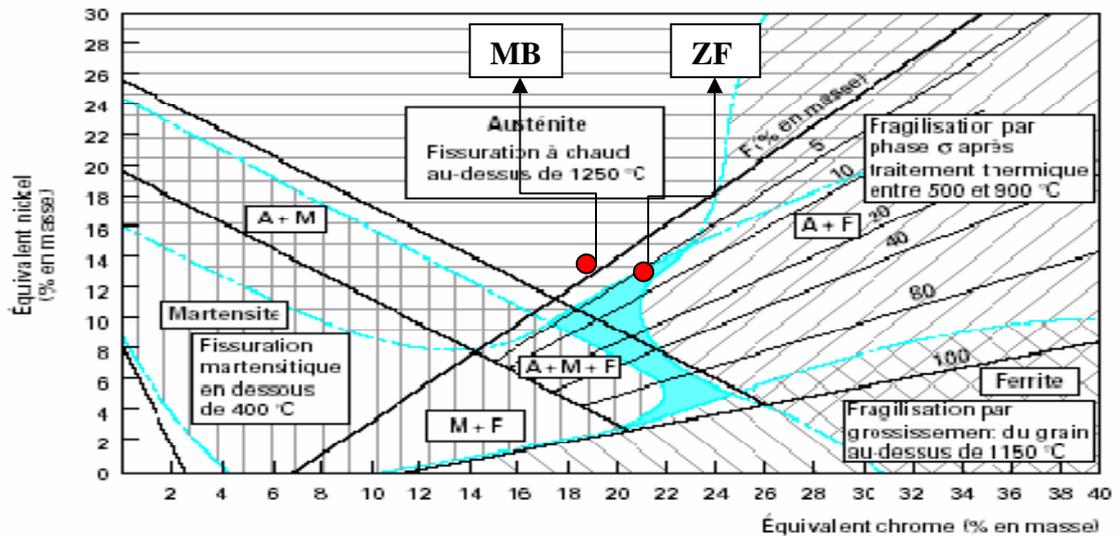


Figure IV.1. Diagramme de SCHEAFFLER/BYSTRAM [19].

IV.3. Réalisation des soudures

IV.3.1. Choix du procédé de soudage

Dans notre travail on a utilisé le soudage TIG manuel, ce choix est justifié par la bonne qualité des cordons qui sont exempts de défauts en surface, de même que d'excellentes propriétés mécaniques des joints soudés.

IV.3.1.1. Procédé de soudage TIG pour les aciers inoxydables

a. Principe du procédé

Le soudage est réalisé à partir d'un arc électrique créé et entretenu entre l'électrode infusible de tungstène (de 1,0 à 8,0 mm de diamètre) et la pièce à souder. Le métal d'apport (baguette nue de fil dressé de 1,2 à 4,0 mm de diamètre) est amené manuellement dans le bain de fusion. Le bain de fusion est protégé de l'atmosphère externe par un cône invisible d'inertie de gaz de protection (99,99% d'argon).

Un générateur électrique fournit le courant continu ou alternatif avec une intensité variant de 75 à 180 ampères en fonction de différents paramètres comme :

- le diamètre du fil ;
- la position de soudage ;
- le type d'assemblage ;

- le type de la torche (torche sèche refroidissement à l'air, torche humide refroidissement à l'eau-) ;
 - La dimension et la nuance des pièces à assembler.
- La polarité de l'électrode est toujours négative en courant continu (polarité directe).

IV.4. Préparation des tôles pour l'opération de soudage

A partir des tôles de dimensions $(500 \times 250 \times 4 \text{ mm}^3)$, on a découpé chacune de ces tôles en quatre tôles de dimensions $(250 \times 125 \times 4) \text{ mm}^3$. Puis on a usiné sur chaque deux tôles un chanfrein de type V. Les caractéristiques géométriques de ce chanfrein sont représentées schématiquement dans la (*Figure IV.2*).

En suite on a fait un nettoyage mécanique (par brossage) ce qui est nécessaire avant l'exécution de la soudure afin d'éviter la contamination du bain fondu par les poussières ou les grains présents sur les tôles et plus précisément sur les bords à souder.

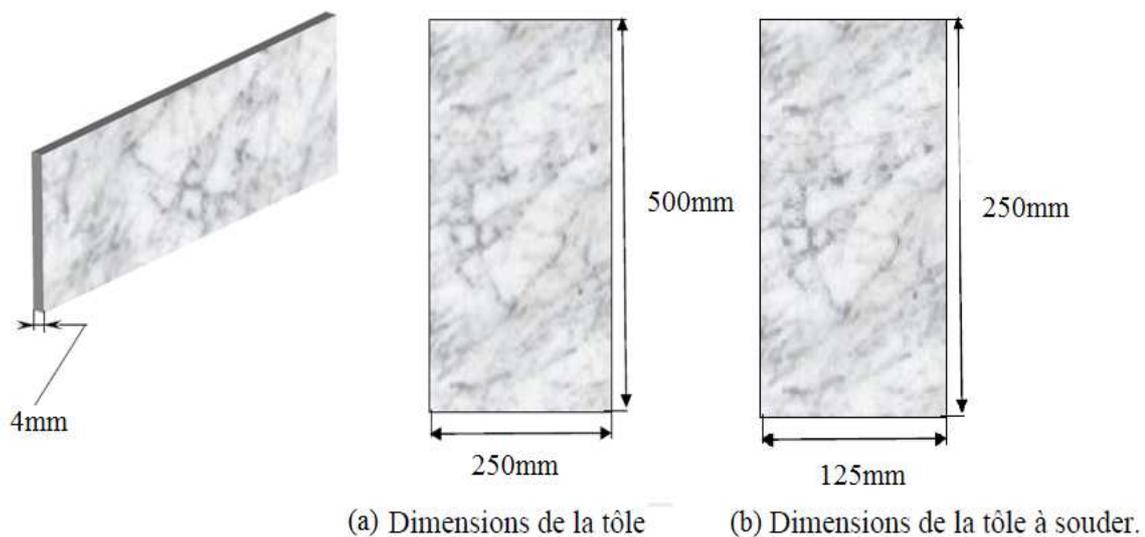


Figure IV.2. Dimensions des tôles à souder.

IV.5. Déroulement de l'opération de soudage

Les opérations qui ont été suivies le long de soudage sont :

a-Pointage des tôles à souder

La fixation des bords des tôles à souder a été faite par un pointage en trois positions réparties le long de la longueur des tôles. Ce pointage a permis un soudage à position fixe.

b-Réalisation de la première passe (passe de pénétration)

Cette passe a été réalisée par le procédé TIG., avec une électrode nue en acier inoxydable austénitique 316L de diamètre 1.4 mm.

Une fois, que cette passe est terminée la protection à l'envers a été enlevée, puis le laitier a été enlevé des deux cotés par meulage et le cordon a subi un nettoyage à l'aide d'une brosse métallique en acier inoxydable ;

C-Réalisation de la deuxième passe

Cette passe a été réalisée par le même procédé ;

d-Réalisation de la troisième passe (passe de finition)

Cette passe a été réalisée avec le même procédé ;

e-Finition de la soudure

Après l'opération de soudage, on a nettoyé le joint soudé par meulage et brossage pour enlever le laitier.

IV.6. Paramètres de soudage

Les paramètres de soudage sont résumés dans les (*Tableaux IV.5*) et (*Tableau IV.6*).

Tableau IV.5 Procède de soudage.

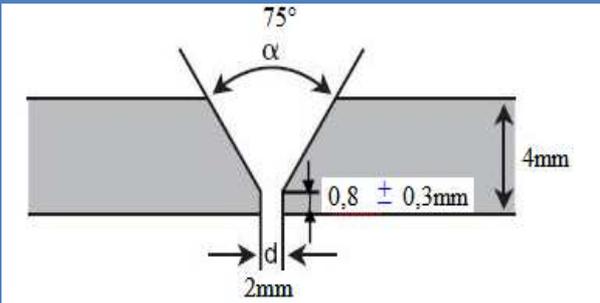
Procède de soudage : GTAW	Atelier de soudage : CSC de Chéraga
Métal de base : 316L	Métal d'apport : AWS A5.9 ER 316L
Joins : chanfrein en v à 70° 	Position : tôle fixe avec axe horizontal Soudage en forme horizontale Courant électrique : C.C avec polarité (-) à l'électrode.
Réchauffage : Métal de base sans	Réchauffage : Métal d'apport sans

Tableau IV.6 Paramètres énergétiques.

N°: de plaque	N° : de passe	Débit du Gaz (l/min)	Tension (v)	Intensité (A)	Temps de Soudage (s)	Temps entre deux passes (s)
I	1	12	15	80	186	353
	2	12.5	14	80	195	450
	3	13	14	90	313	/
II	1	13	13	80	198	340
	2	13	14	81	210	170
	3	13	14	90	240	/

IV.6.1. Calcul des paramètres de soudage

➤ calcul de la vitesse de soudage

$$V_s = \frac{l_s}{t_s}$$

$$l_s = 25 \text{ cm}$$

Avec, l_s : Longueur soudée, t_s : Le temps de soudage

Ainsi la vitesse de soudage de la première passe dans la première plaque est égale :

$$V_s^1 = \frac{l_s^1}{t_s^1} = \frac{25}{185} = 0.135 \text{ cm/s}$$

Et la vitesse de la deuxième passe égale :

$$V_s^2 = \frac{l_s^2}{t_s^2} = \frac{25}{195} = 0.128 \text{ cm/s}$$

Et la vitesse de la troisième passe égale :

$$V_s^3 = \frac{l_s^3}{t_s^3} = \frac{25}{313} = 0.128 \text{ cm/s}$$

La vitesse moyenne de soudage pour les deux passes sera alors :

$$V_m = \frac{V_s^1 + V_s^2 + V_s^3}{3} = \frac{0.135 + 0.128 + 0.079}{3} = 0.114 \text{ cm/s}$$

➤ Calcul de l'énergie de soudage

$$E_s = \frac{U_s \times I_s}{V_s}$$

Tel que : U_s = Tension de soudage (en volt).

I_s = Intensité de soudage (en ampère).

L'énergie de soudage de la 1^{ère} passe :

$$E_S^1 = \frac{15 \times 80}{0.135} = 8888.88 \text{ J/cm}$$

L'énergie de soudage de la 2^{ème} passe :

$$E_S^2 = \frac{14 \times 80}{0.128} = 8750 \text{ J/cm}$$

L'énergie de soudage de la 3^{ème} passe :

$$E_S^3 = \frac{14 \times 90}{0.079} = 15949.36 \text{ J/cm}$$

Donc l'énergie totale (nominale) de soudage de la première Éprouvette égale à :

$$E_S^T = \sum_{n=1}^{n=3} E_S^n \Rightarrow E_S^T = E_S^1 + E_S^2 + E_S^3 = 33588.24 \text{ J/cm}$$

➤ Calcul de l'énergie équivalente

$$E_{eq} = E_n \cdot \eta \cdot K$$

D'où : $E_n = E_S^T$ (Energie totale de soudage)

η : Le rendement de l'arc qui dépend du procédé de soudage.

Pour les aciers soudés par le procédé TIG : $\eta = 0,22$ à $0,48$.

K : Un coefficient de correction qui tient compte de la géométrie du joint à souder (dans notre cas $K=0.63$).

➤ Calcul de l'énergie dissipée dans le joint soude (Ed)

$$E_d = E_{eq} \cdot \eta$$

Les paramètres ainsi calculés pour les différentes soudures sont regroupés dans le (Tableau IV.7) ci-dessous :

Tableau IV.7 Les paramètres des différentes soudures.

Éprouvette	V_S^1 (cm/s)	V_S^2 (cm/s)	V_S^3 (cm/s)	V_m (cm/s)	E_S^1 (J/cm)	E_S^2 (J/cm)	E_S^3 (J/cm)	E_S^T (J/cm)	E_{eq} (J/cm)	E_d (J/cm)
I	0.135	0.128	0.128	0.114	8888.88	8750	15949.3	33588.2	8464.22	3385.69
II	0.126	0.119	0.104	0.116	8253.96	9411.76	12115.4	29781.1	7504.80	3001.92

IV.7. prélèvement des échantillons

➤ Echantillons pour tôles brutes

Nous avons découpé deux échantillons de dimensions $(10 \times 10 \times 4) \text{ mm}^3$ par la guillotine pour la métallographie et quinze éprouvettes de résilience de dimensions $(55 \times 10 \times 4) \text{ mm}^3$ comme le montre la (*Figure IV.3*).

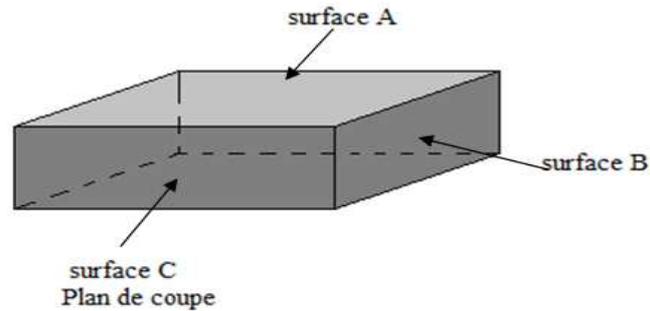


Figure IV.3. Géométrie des échantillons du métal de base pour la micrographie.

➤ Echantillons pour soudage

A partir des tôles soudées de dimensions $(250 \times 250 \times 4) \text{ mm}^3$, nous avons découpé deux échantillons de dimensions $(38 \times 5 \times 4) \text{ mm}^3$ pour la métallographie à chaque temps de maintien (référence, 70, 140, 280, 500 et 1000 heure) comme le montre la (*Figure IV.4*). Et treize éprouvettes de résilience de dimensions $(55 \times 10 \times 4) \text{ mm}^3$.

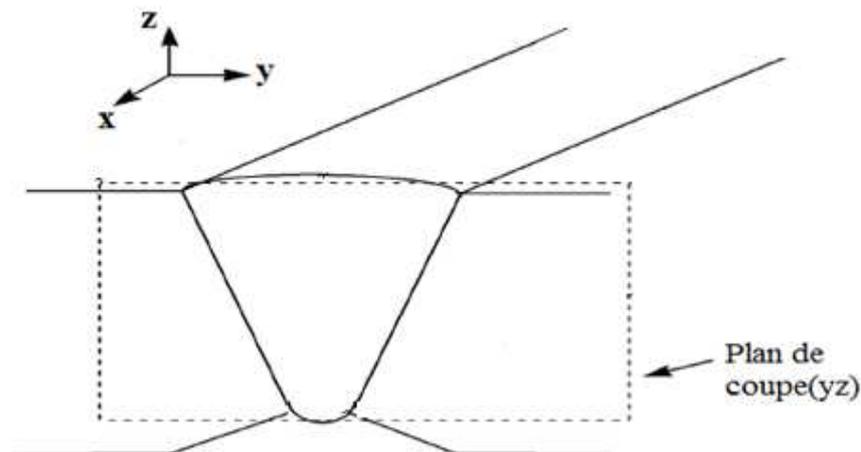


Figure IV.4. Géométrie des échantillons de soudage pour l'observation micrographique.

IV.8. Traitements thermiques

Pour contrôler l'atmosphère du traitement thermique on a usiné à partir des briques réfractaire des creusets avec couvercle au sein du département de génie mécanique.

IV.8.1. les tôles brutes

Un traitement de vieillissement à la température de 700 °C a été effectué avec des temps de maintien allant de 1 à 1000 h. Ce traitement nous a permis d'étudier l'évolution microstructurale et son influence sur les propriétés mécaniques.

IV.8.2. les soudures

Afin d'étudier les transformations de phase qui se produisent dans les différentes zones de la soudure (métal de base, ZAT, zone fondue), un traitement de vieillissement à la température de 700 °C a été effectué sur les échantillons de la micrographie et les éprouvette de résilience avec des temps de maintien allant de 70h à 1000 h.

Ce traitement nous a permis d'étudier l'évolution microstructurale et son influence sur les propriétés mécaniques.

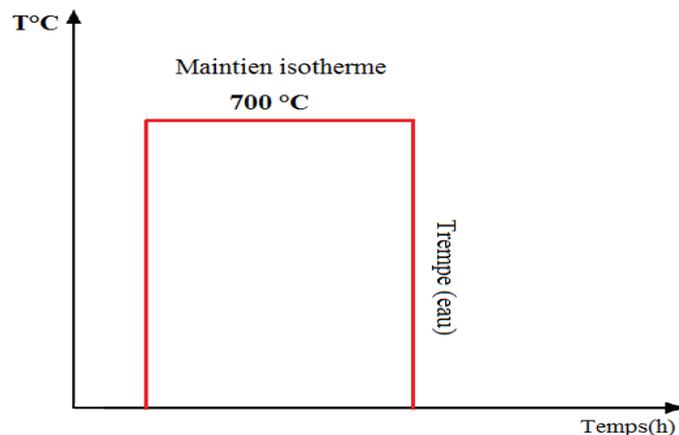


Figure IV.5. Représentation schématique du traitement thermique effectué.

IV.9. Méthodes de caractérisations

Cette caractérisation consiste en :

- une observation micrographique par un microscope optique et électronique à balayage ;
- une mesure de dureté Vickers (dureté et profils de microdureté dans le Plan (XY)) ;
- essais de flexion (résilience) ;
- une diffraction aux Rayons X.

IV.9.1. Caractérisation des échantillons

IV.9.1.1. Observation métallographique

Après découpage et traitement thermique selon la démarche décrite ci-dessus, les différents échantillons ont ensuite subi une succession d'étapes de préparation pour l'observation au microscope optique :

✚ **Etape 1** : Enrobage des échantillons par une résine à froid.

✚ **Etape 2** : On fait subir aux surfaces à observer des polissages mécaniques dans le but de les rendre planes et exemptes de toutes rayures, graisses ou déformation nuisibles et gênantes.

Cette opération consiste à faire passer les surfaces des échantillons à observer sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus faible en commençant avec P.600, P.800, P.1000 jusqu'au plus fin P.1200, cela se fait en présence d'un arrosage abondant avec de l'eau pour écarter d'éventuelles risques d'échauffement de la pièce et aussi on doit changer la position de la pièce de 90° en passant d'un papier à un autre. Après toutes ces étapes, les échantillons sont finis à l'aide d'une polisseuse de finition sur un papier feutre avec une solution d'alumine (3µm) pour la lubrification, on prolonge son action jusqu'à ce que les raies issues du produit précédent disparaissent. Il faut que cette étape nous permette d'avoir une surface comparable à un miroir.

Notons que pour ce type d'acier il est fortement recommandé, d'éviter l'usage des Papiers de prépolissage à grains très grossiers et de pressions élevées, car cela pourrait avoir pour conséquence une profonde déformation.

✚ **Etape 3** : Révélation de la microstructure par l'attaque chimique et l'attaque électrolytique.

L'attaque chimique : Le (Tableau IV.8) montre l'attaque chimique suivie.

Tableau IV.8 L'attaque chimique suivie.

Type de solution	Composition et paramètres
L'eau Régale	HNO ₃ : 30ml, HCl : 40ml, eau distillée : 40ml la duré d'attaque : 1minute

1. Attaque électrolytique

Le (Tableau IV.9) montre l'attaque électrolytique suivie dans le travail pratique.

Tableau IV.9 L'attaque électrolytique suivie.

Type de solution	Composition et paramètres
oxalique	Acide oxalique aqueux à 10 % en poids, Tension : 6 V. Electrodes: acier inoxydable 316l, Durée d'attaque : à partir de 15 s
KOH 10N	KOH: 56 g, H ₂ O:100 ml, Tension : 4 V, Electrodes : acier inoxydable 316l. Durée d'attaque : à partir de 30 secondes.

La cellule électrolytique

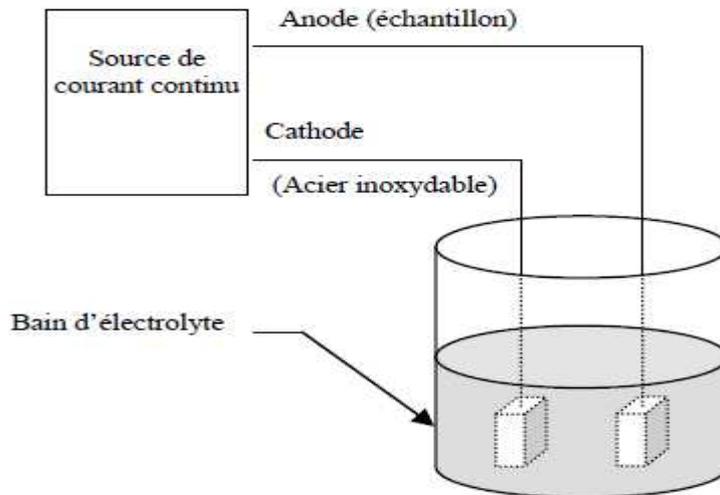


Figure IV.6. Schéma principal de la cellule électrolytique.

🔧 Etape 4 : Observation par le Microscopie Optique.

L'observation microscopique est faite à l'aide d'un microscope optique de type OLYMPUS (figure V.8) avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000. Ce microscope est équipé d'une caméra et assisté par un ordinateur avec utilisation d'un logiciel d'amélioration d'image **Archimède** dans le laboratoire de métallurgie au niveau de l'école nationale polytechnique.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.

IV.10. Détermination de la taille des grains

IV.10.1. Méthode manuelle par intersection linéaire

La méthode du segment linéaire intercepté repose sur le principe de comptage sur une photographie d'un champ représentatif. La grille de mesure est constituée de 4 portions de droites de longueur totale égale à 150mm. Le grossissement de la microstructure est choisi de sorte que le nombre de grain dans la grille soit supérieur à 50. Dans le cas où l'on dénombre les intersections, si la ligne de mesure se termine à l'intérieur d'un grain, le segment correspondant est compté comme 1 ; on compte $\frac{1}{2}$ lorsque l'extrémité de la ligne touche exactement un joint de grains et $\frac{3}{2}$ lorsqu'une ligne coupe un point triple. Ainsi, on détermine le nombre de grains par segment : N . En répétant trois fois les mesures du nombre d'intersection sur des champs différents et en utilisant un grossissement 100, il est possible de déduire la valeur moyenne du nombre d'intersection N_L par l'équation (4.1) si L est la longueur de la ligne de mesure:

$$L = 1/N_L \quad (4.1)$$

La longueur moyenne du segment intercepté, exprimé en mm est : $L = 1/N_L$ (4.2)

A partir de l'indice conventionnel AFNOR de grosseur de grain G calculé par (4.3) :

$$G = 10,2876 - 6,6438 \parallel N \parallel \quad (4.3)$$

On calcule le nombre de grains par unité d'aire correspondant :

$$m = 8. 2^G \quad (4.4)$$

Le diamètre moyen de grain (d_m) sera donc déterminé par :

$$d_m = \frac{1}{\sqrt{m}}$$

IV.10. 2. Méthode numérique d'analyse et de traitement d'image

Le but de la mesure de la taille moyenne des grains c'est de voir l'évolution des grains austénitiques suivant les différentes températures de traitement thermique et suivant leur mode de refroidissement. Nous avons utilisé la méthode d'analyse d'image, à l'aide d'un programme qui fonctionne sous « MATLAB ».

Les images sont introduites dans le programme qui va exécuter plusieurs instructions en commençant par l'élimination des taches non souhaitable due à l'attaque chimique et finissant par le calcul de la taille moyenne des grains.

Les différentes instructions à exécuter sont :

- Élimination des taches non souhaitables dues a l'attaque chimique.
- Affiner les joints de grains.
- calculer le nombre de grains.
- Colorer les objets (grains) suivant leurs tailles.
- Calculer la taille moyenne des grains.

Les mesures obtenues à l'aide de ce programme sont fiables lorsque la structure granulaire est bien précise. La présence des macles sur certains échantillons fausse en quelque sort les mesures. A cet effet les échantillons ayant une structure grossière et maclée sont évolués par comparaison.

IV.11. Analyse par diffraction des rayons X

IV.11.1. Diffraction des RX pour les structures cristallines

La méthode de la diffraction des RX est une des méthodes utilisées pour étudier l'évolution microstructurale de l'acier avant et après chaque essai de traitement thermique du métal de base (MB), le cordon de soudure et la zone fondue (ZF) de chaque échantillon.

Cette méthode consiste à soumettre l'échantillon à un faisceau de RX. Certains plans de la structure cristalline de l'échantillon diffractent celui-ci. La différence de marche entre les ondes I et II est :

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

Pour que les ondes I et II soient en phase ; il faut que $\delta = n \cdot \lambda$ d'ou la relation de Bragg :

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (\text{relation de Bragg}).$$

D'ou

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

d_{hkl} : Distance entre 02 plans cristallins propres à chaque famille de plans d'une structure cristalline donnée.

θ : Angle d'incidence du RX de longueur d'onde λ

n : Entier caractérisant l'ordre de la diffraction.

La diffraction des RX demeure une méthode d'étude des couches superficielles. La détermination d'une structure cristalline se fait par le calcul des distances interréticulaires à partir des angles de diffraction. On peut déduire la structure cristalline, la nature des phases et calculer les paramètres de la maille. La mesure précise de ces paramètres permet de déterminer la composition d'une solution solide. Les intensités relatives des pics de diffraction peuvent conduire aux pourcentages des phases en présence dans le cas d'un mélange de phases.

Cette technique est également utilisée pour la mesure des contraintes résiduelles. La mesure se fait à partir de la variation de la position d'un pic de diffraction. On peut aussi déterminer qualitativement le taux d'érouissage d'un matériau en observant la forme du pic de diffraction.

IV.12. Caractérisation mécanique

IV.12.1. Essai de dureté et de microdureté (Vickers)

➤ Essai de la dureté

L'essai de dureté est une technique idéale pour caractériser les cinétiques de durcissement structural car elle est à la fois rapide et peu coûteuse en matériau.

Les essais de dureté consistent à imprimer dans la pièce à tester un pénétrateur en forme de pyramide (Vickers) et à mesurer la diagonale d de l'empreinte laissée considérée comme une pyramide droite et on relie cette information à la charge appliquée par la formule :

$$H_V = 0.189 \frac{F}{d^2}$$

Ou ;

F : Niveau de la charge appliquée.

d : Diamètre de l'empreinte.

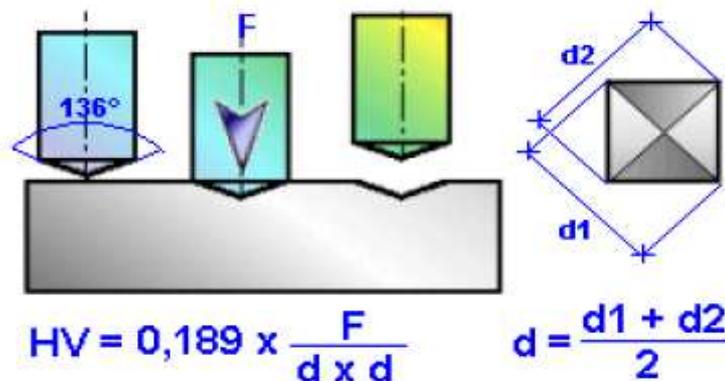


Figure IV.7. Dimensions de l'empreinte et formule de calcul de la dureté selon Vickers.

Nous avons réalisé 03 mesures par échantillon, sur chaque zone (ZAT, ZF, MB) avec une charge de 187.5 Kgf.

➤ Essai de la microdureté

La mesure de la microdureté a été effectuée dans notre cas par un balayage ce qui a pour objectif d'étudier l'évolution de la microdureté dans les différentes zones d'un assemblage homogène par soudage : le métal de base et les deux ZAT du métal de base et la zone fondue.

A cet effet, les mesures ont été faites selon 2 profils parallèles aux bords de l'éprouvette, le premier distant de 1 mm du haut, et le second de 1 mm du bas (c'est-à-dire le premier à la troisième passe et le second à la deuxième passe). Le choix de cette méthode est motivé par la soudure en 3 passes en TIG.

Dans le cas de la dureté Vickers le pénétrateur a la forme d'une pyramide. La charge utilisée est de 200g avec une durée de temps 5 secondes. L'essai de dureté se déroule à la température ambiante.

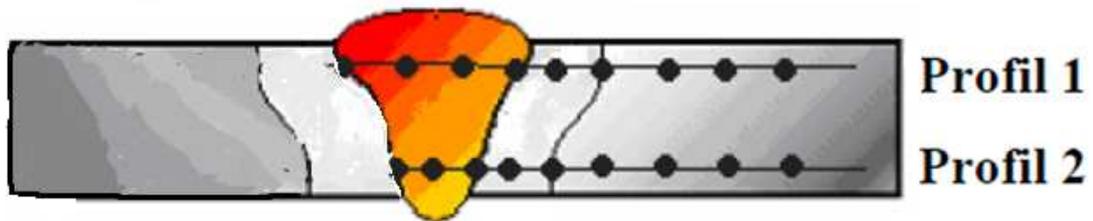


Figure IV.8. Schéma du balayage pour la mesure de la dureté sur le long d'un échantillon.

IV.12.2.Essai de résilience

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

Pour réaliser ces essais, des éprouvettes entaillées ont été préparées selon la norme NF A 03-161, avec les dimensions de (55x10x4) mm. Les entailles usinées dans les éprouvettes ont une forme en V de 45° d'ouverture et 2mm de profondeur. Les éprouvettes sont entaillées au niveau de la zone fondue. L'essai de résiliences est réalisé à la température ambiante (*Figure IV.9*).

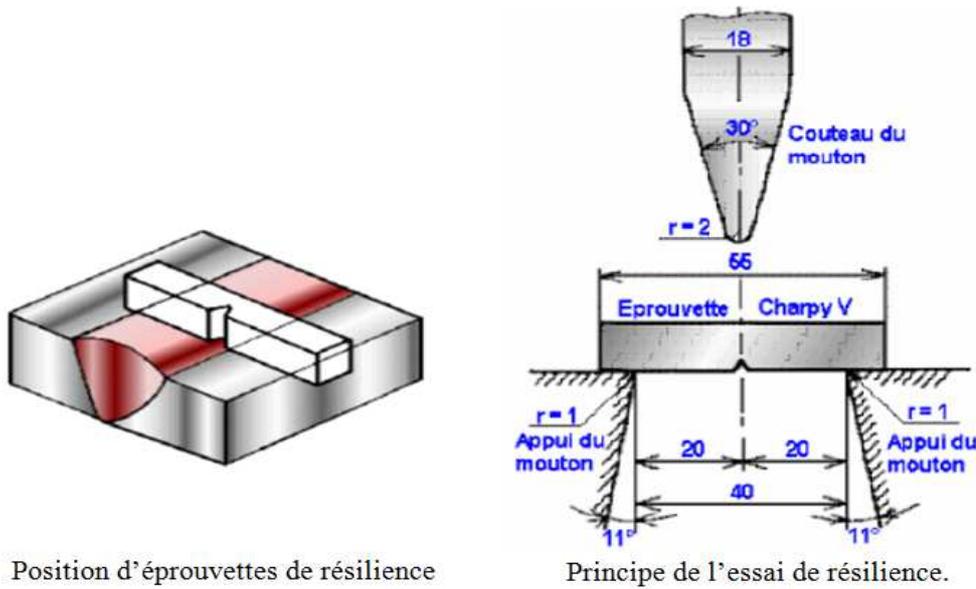


Figure IV.9. Position de l'éprouvette de résilience.

➤ Calcul de l'énergie de la résilience

Soient d la distance du centre gravité du pendule au centre des pivotements, α l'angle de chute, β l'angle de remontée et P poids du pendule. En écrivent que le travail absorbé par la rupture du barreau est égal à la différence entre l'énergie de chute et celle de remontée, il vient :

$$W = Pd (1 - \cos\alpha) - Pd (1 - \cos\beta)$$

Soit encore : $W = Pd (\cos\beta - \cos\alpha)$

Dans les essais courants, on ne fait jamais varier α ; il est donc facile de dresser un tableau donnant les énergies absorbées par rupteur du barreau en fonction de l'angle de remontée β .

➤ Calibrage de la machine Charpy

Pour étalonner la machine d'essai et mettre en évidence les pertes d'énergie dues aux frottements dans les paliers et à la résistance de l'air.

On a fait des essais à vide. En effet, abandonnons librement le pendule à partir de sa position initiale.

En faisant varier l'angle α (90, 80, 70, 60, 50, 40, 30, 20 et 10°). On prend les différentes valeurs des angles β qui correspondent

Tableau IV.10 Le calibrage de la machine Charpy.

α°	90	80	70	60	50	40	30	20	10
β°	89	79	69	59	49	40	30	20	10

On constate que pour les angles variant de 90° à 50° , on a une perte de 2° . Comme dans nos essais de résiliences on a pris l'angle $\alpha = 90^\circ$, donc on a une perte de 1° . $\alpha = 90^\circ$,
 $p=22,70 \text{ kg}$, $d=750\text{mm}$

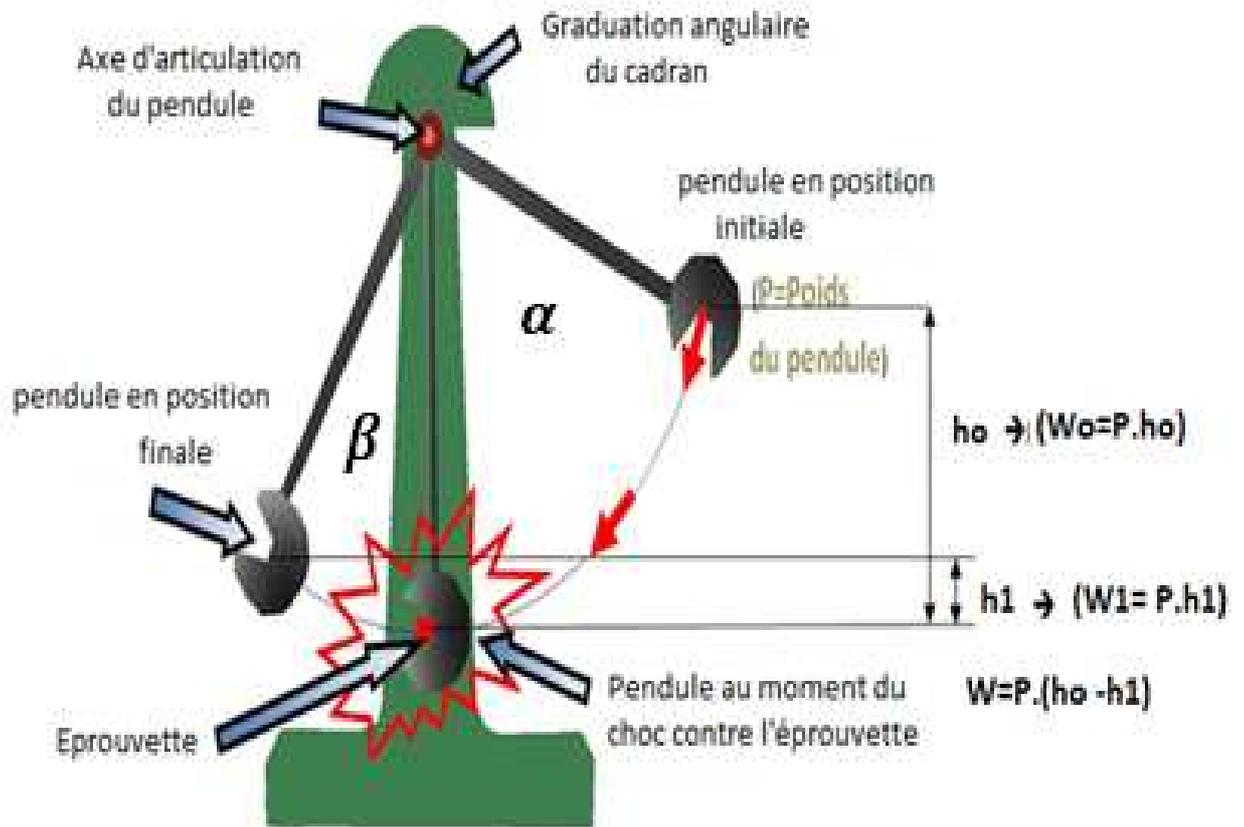
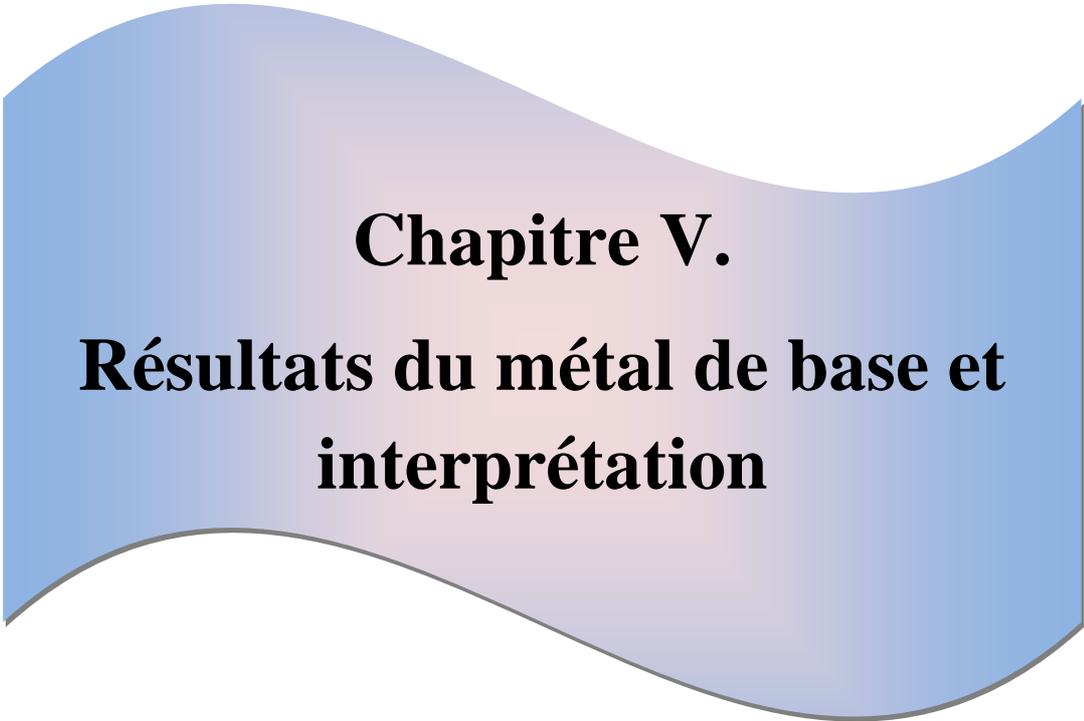


Figure IV.10. Schématisation de l'essai de résilience.



Chapitre V.
Résultats du métal de base et
interprétation

V. Résultats obtenues sur le métal de base

Après les traitements de vieillissement sur l'acier inoxydable austénitique 316L, nous avons procédé aux différents types de caractérisation afin de montrer l'évolution structurale et l'impact de ce traitement sur les propriétés mécaniques.

V.1. Evolution structurale

Dans cette partie nous allons montrer l'influence de la durée du vieillissement à 700 °C sur la microstructure et la taille moyenne des grains de l'acier inoxydable austénitique 316L. L'analyse métallographique des échantillons traités pendant 2, 4, 8, 16, 32, 60, 120, 240, 500, 800 et 1000 heures à 700 °C donne :

V.1.1. Echantillon de référence

Les micrographies de l'échantillon de référence prises dans la surface (a) à différents grossissements (*Figure V.1, 2,3*) montrent qu'on a une structure austénitique avec présence de macles, tandis que celle de la surface (b) montre des grains d'austénite allongés dans le sens du laminage voir (*Figure V.3*).

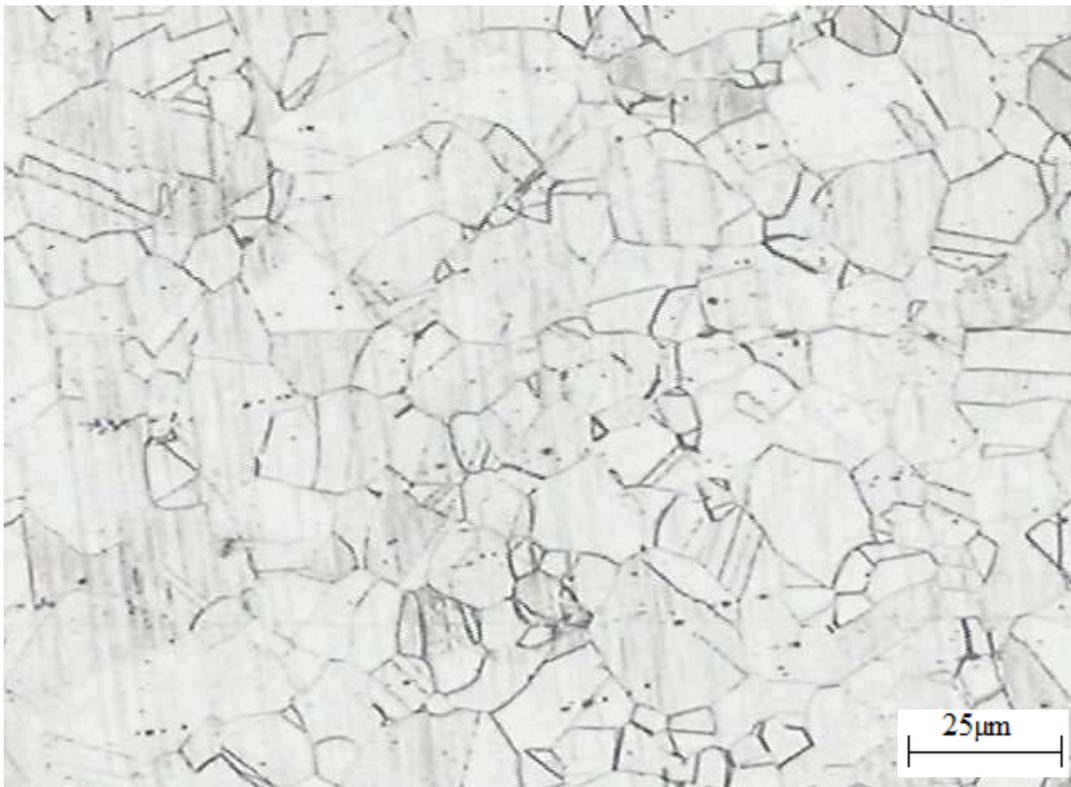


Figure V.1. Surface (a) attaque chimique eau régale G x 200.

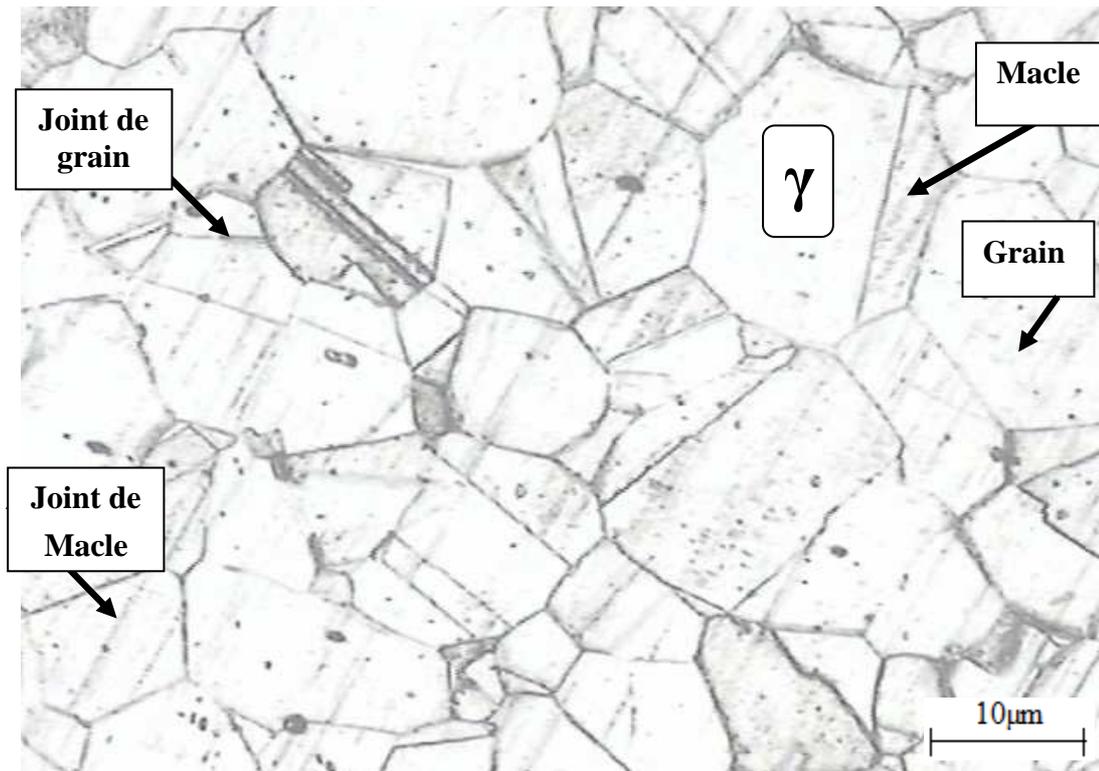


Figure V.2. Surface (a) attaque chimique régale G x 500.

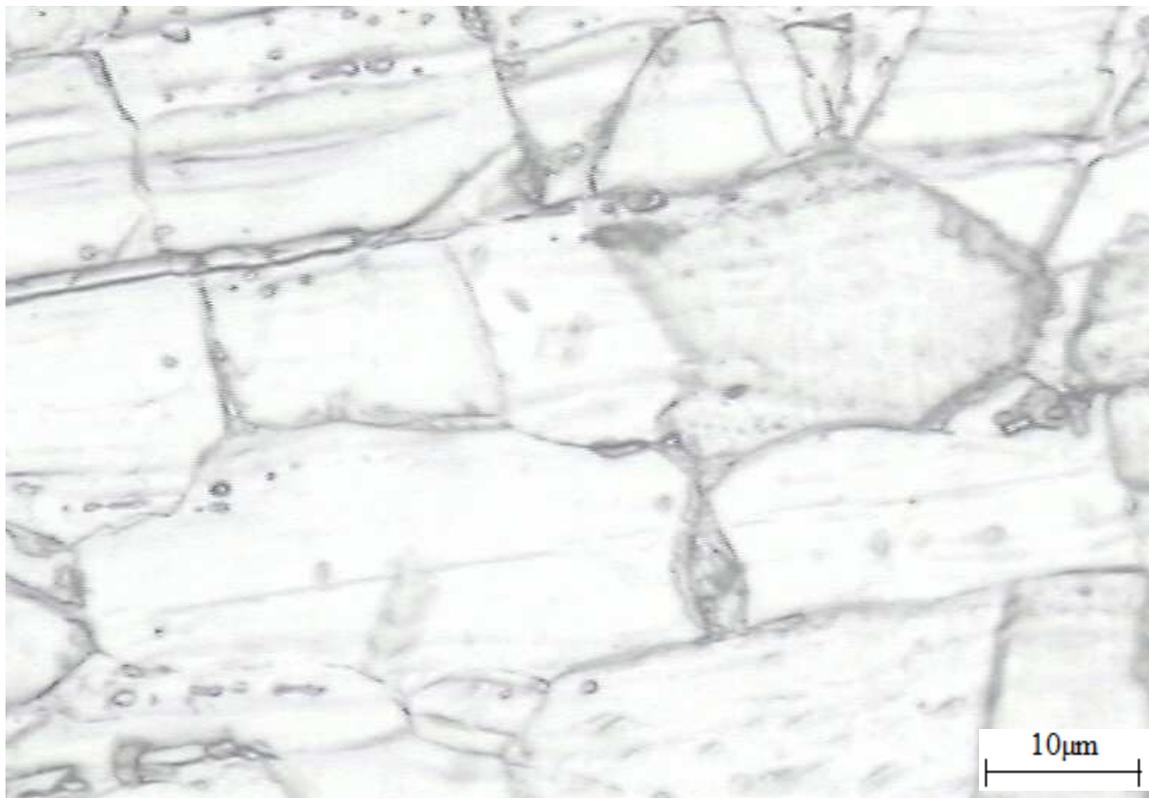


Figure V.3. surface (b) attaque chimique régale G x 500.

V.1.2. Traitement à une durée inférieure à 60h

Après une heure de maintien la structure observée ne présente pas de modifications par rapport à celle de l'échantillon de référence (*Figure V.1, 2,3*). Ceci montre que 1 heure de maintien à 700 °C n'influe pas sur les propriétés structurales de l'acier. Nous remarquons également que l'attaque à l'acide oxalique révèle les joints de grains et montre ainsi la structure cellulaire sur la face (a). Sur la face (b) on observe encore la structure en bande caractéristique du laminage

Ces remarques sont valables pour les durées de traitement inférieures à 60 h (*Figure V.4, 5, 6, 7, 8,*).

➤ Echantillon après 1 h, de maintien

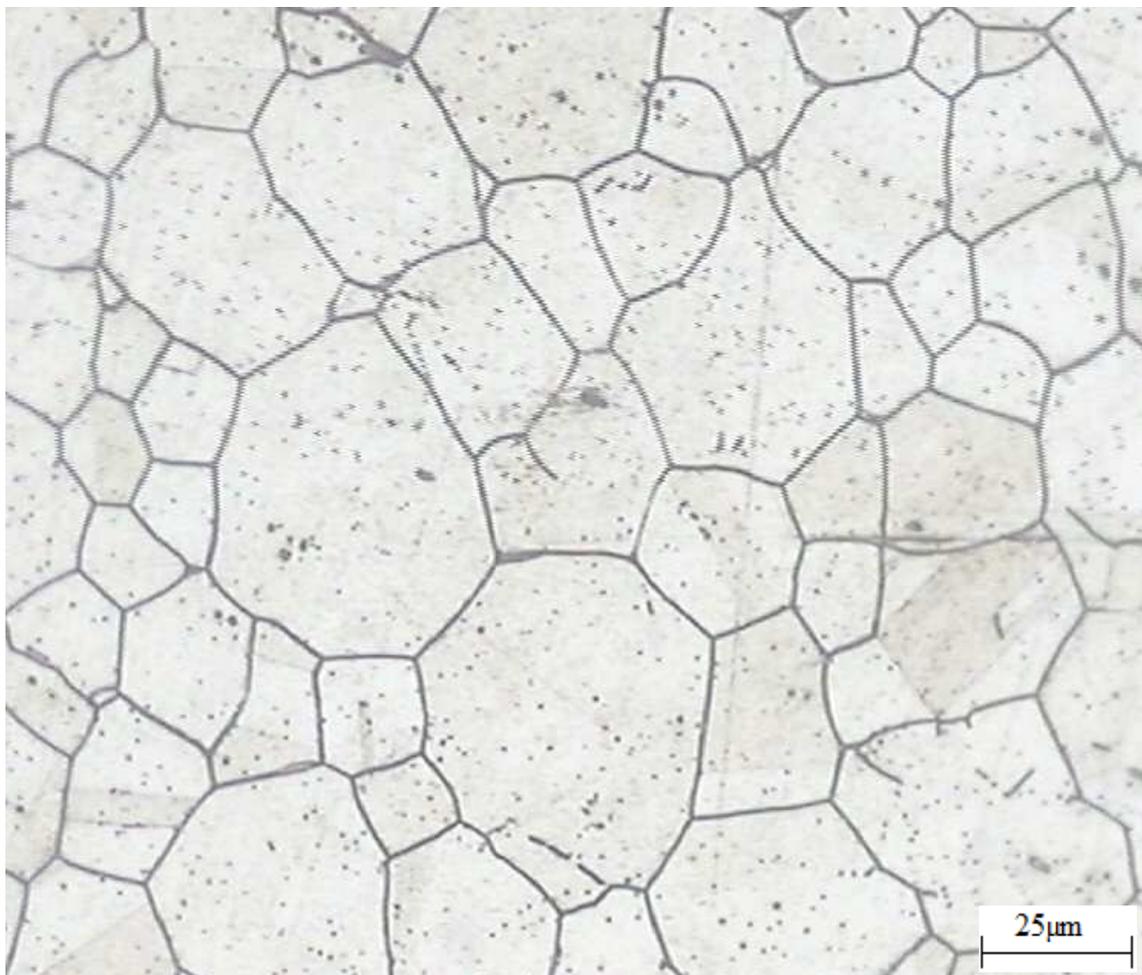


Figure V.4. surface (a) attaque électrolytique Acide oxalique G x 200

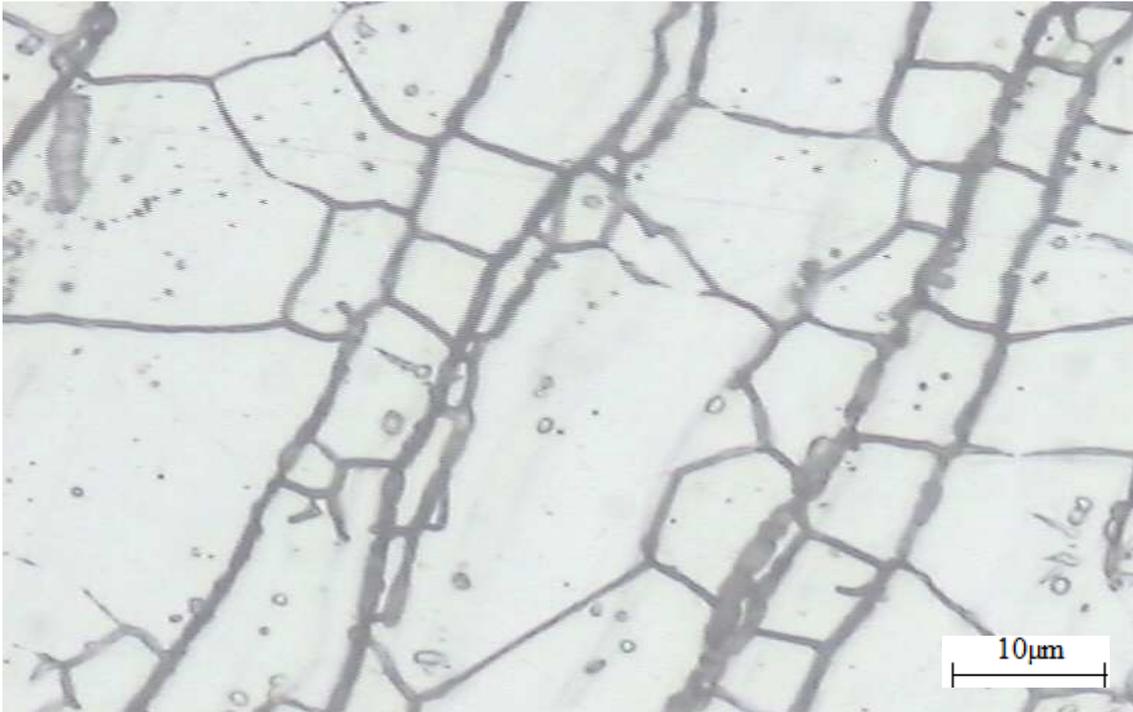


Figure V.5. Surface (b) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.

➤ **Echantillon après 2 h, de maintien**

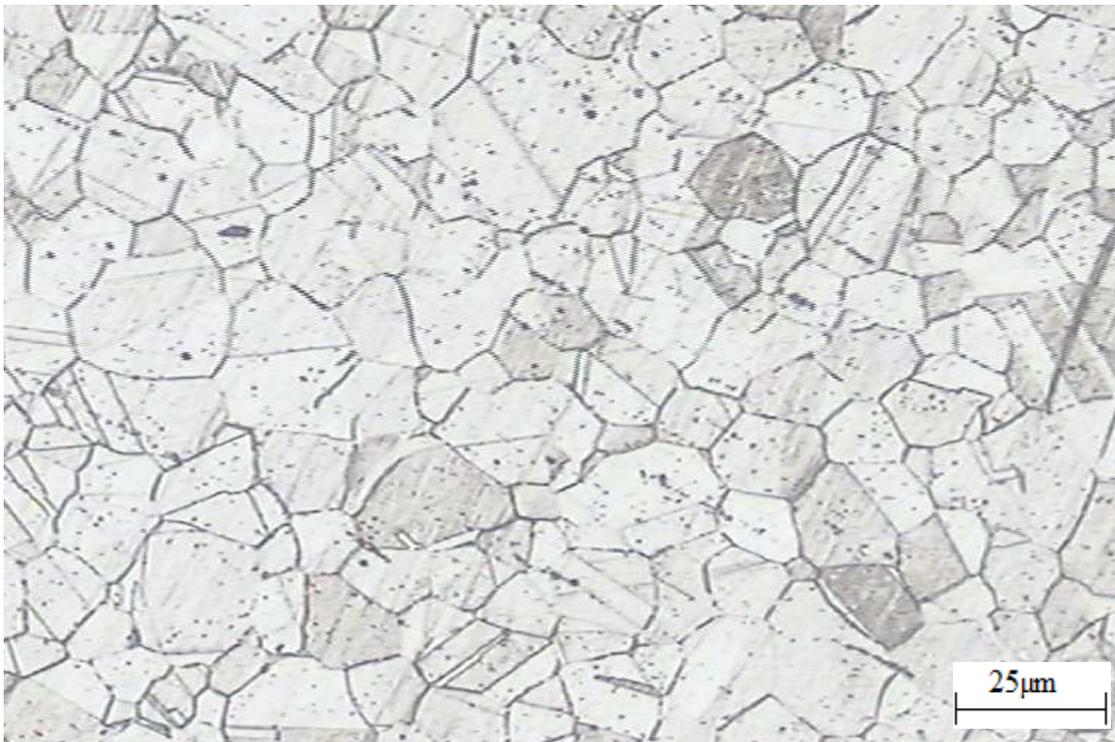


Figure V.6. Surface (b) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

➤ **Echantillon après 4 h de maintien**



Figure V.7. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

➤ **Echantillon après 16 h de maintien**



Figure V.8. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

V.1.3. Traitement à une durée comprise entre 60 et 800 h

Dans cet intervalle de temps de vieillissement, on observe quelques évolutions de la microstructure. En effet, nous remarquons que l'attaque chimique affecte le joint de grain. Ainsi, le joint semble plus large (*Figure V.9*) ce qui prouve que ces joint sont le siège de transformations conduisant à la formation de précipités de carbures éventuellement.

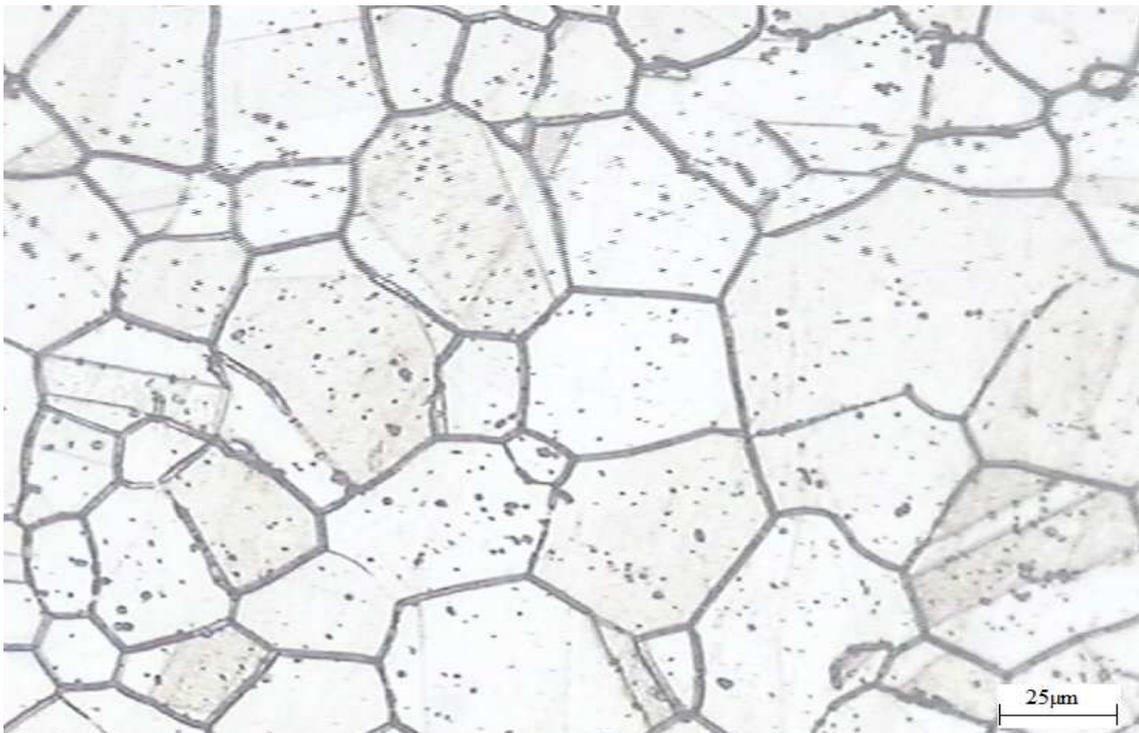


Figure V.9. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

La micrographie ci-dessus présente deux phénomènes :

- (1) : joint de grain stable qui a un angle de 120°
- (2) : on a des joints de grains qui tendent à se stabiliser par formation des angles de 120°

➤ **Echantillon après 120 h de maintien**

La micrographie ci-dessous (*Figure V.10*) montre des grains qui vont se stabiliser par croissance, et déplacement des joints de grains de grande taille au détriment des grains voisins de petite taille.

Ce phénomène se traduit par :

La variation de pression de vapeur est inversement proportionnelle au rayon de courbure du joint. Donc la force motrice augmente lorsque le rayon de courbure du joint diminue.

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

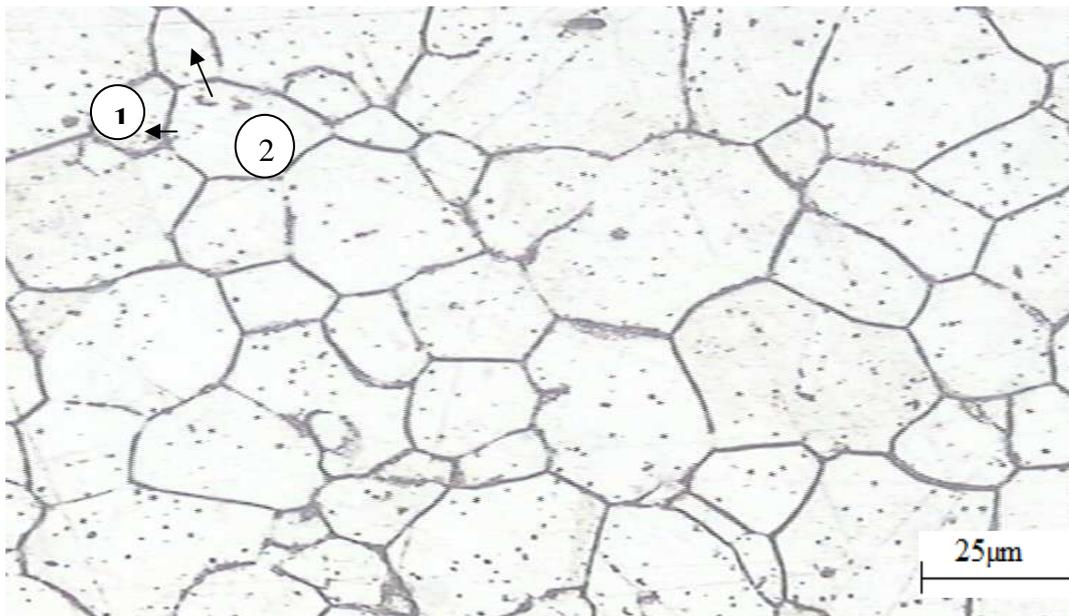


Figure V.10. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

➤ **Echantillon après 240 h de maintien**

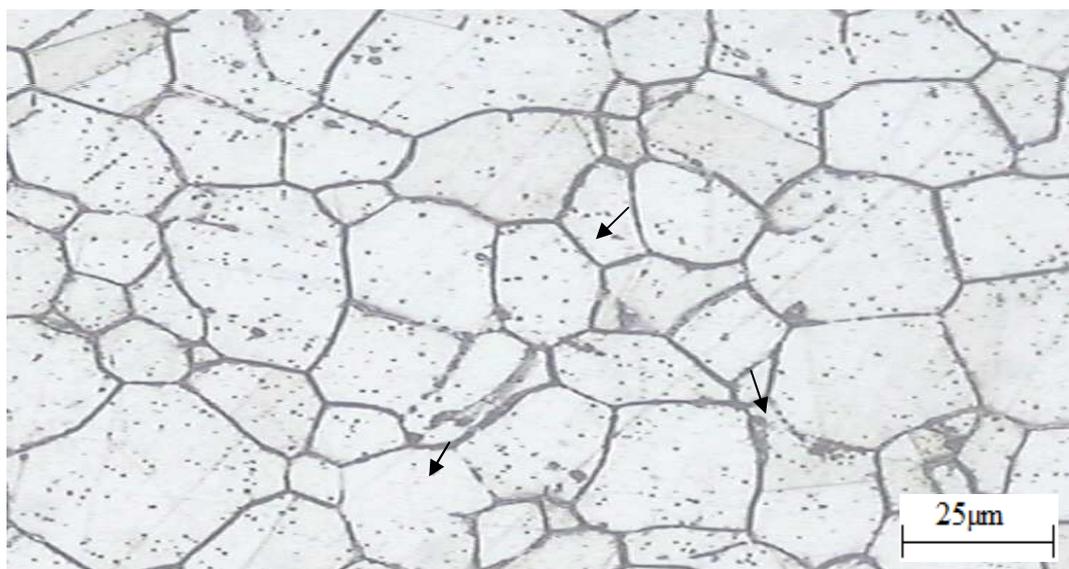


Figure V.11. Surface (a) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

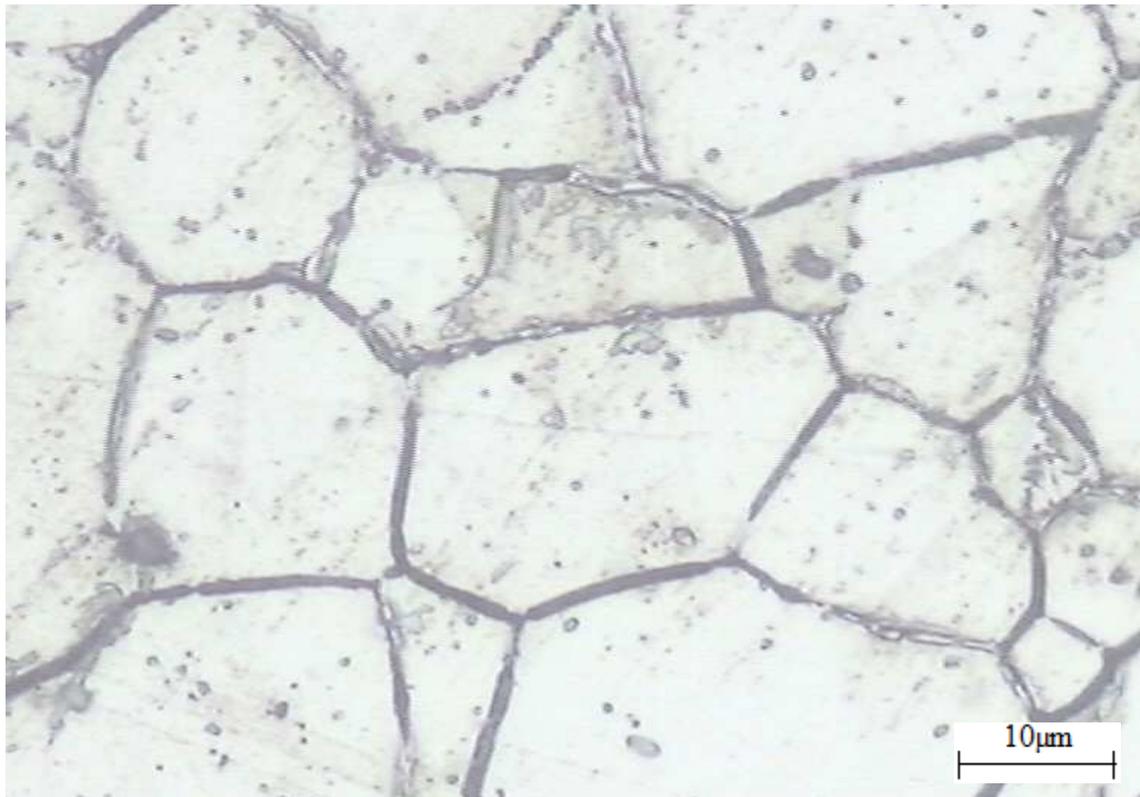


Figure V.12. Surface (a) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.

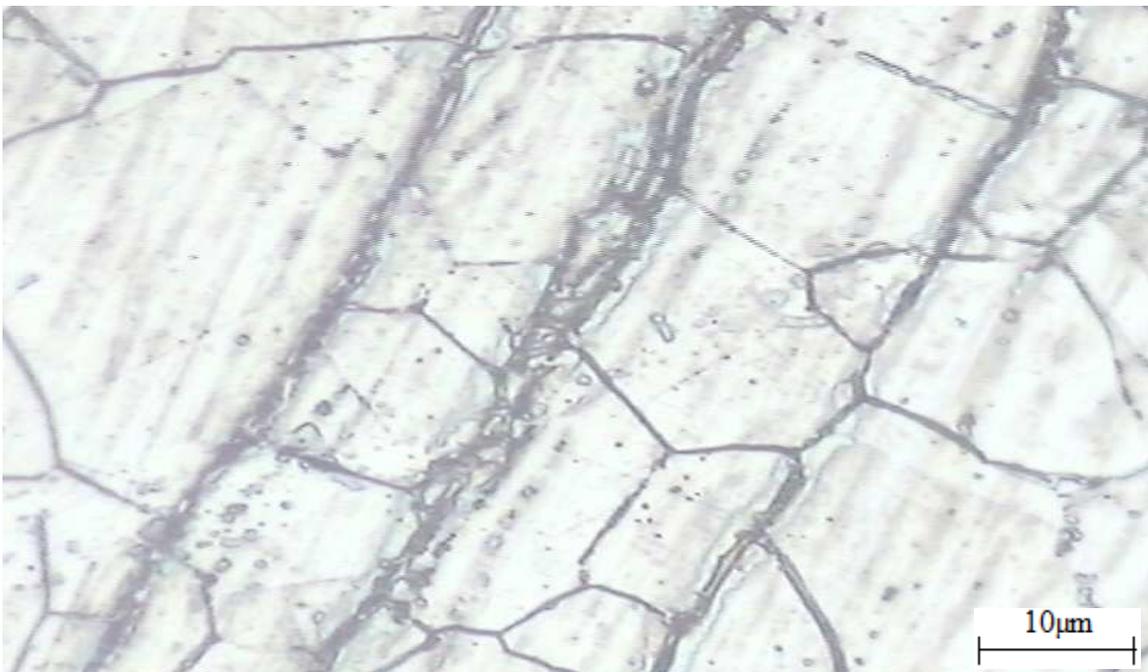


Figure V.13. Surface (b) attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.

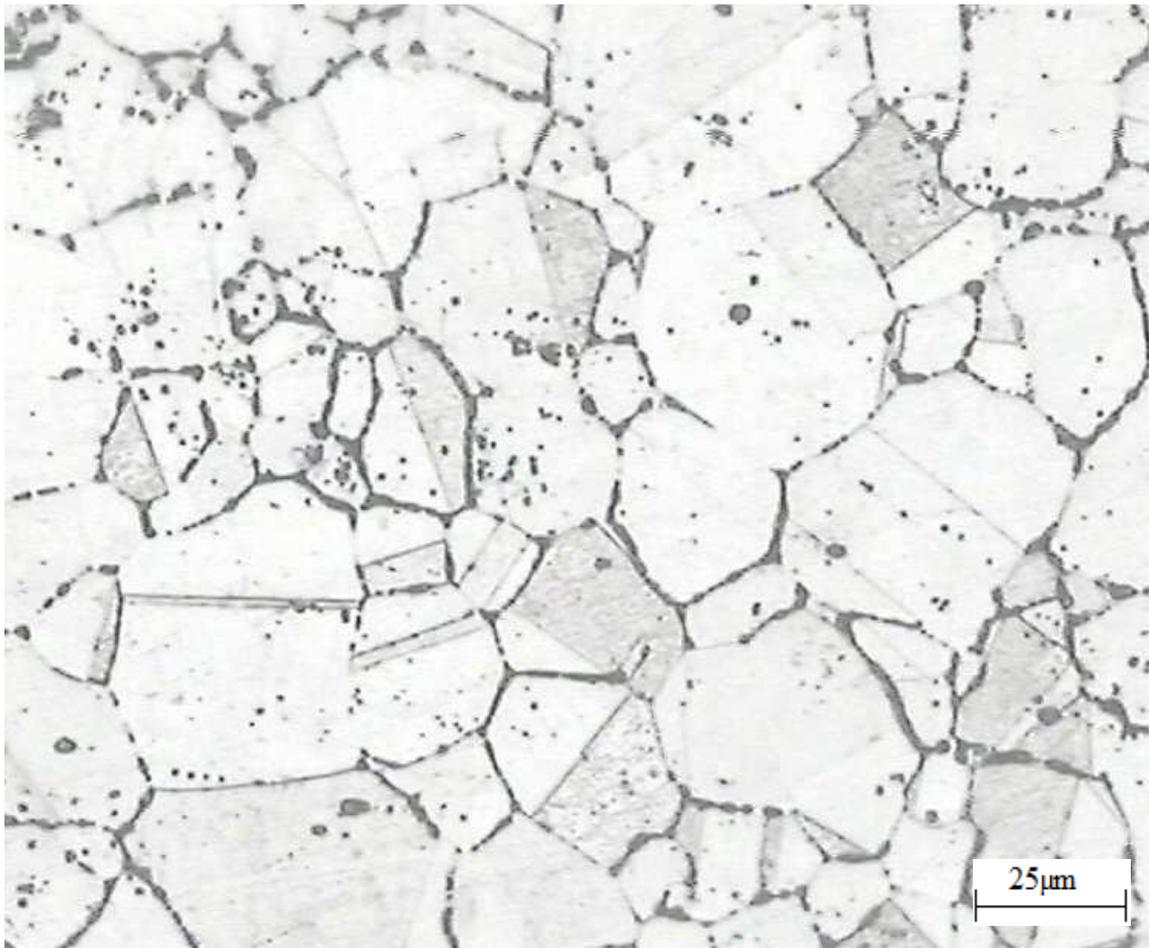
V.1.4. Traitement à une durée supérieure 800 h

Figure V.14. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.



Figure V.15. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.

Echantillon après 1000 h de maintien

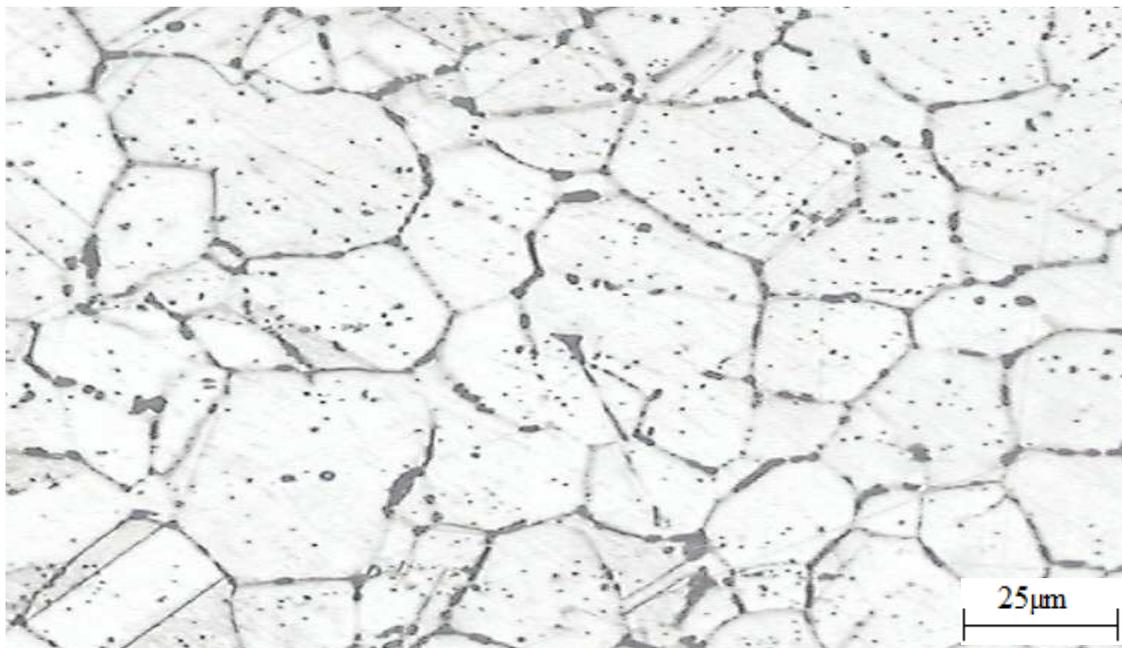


Figure V.16. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 200.

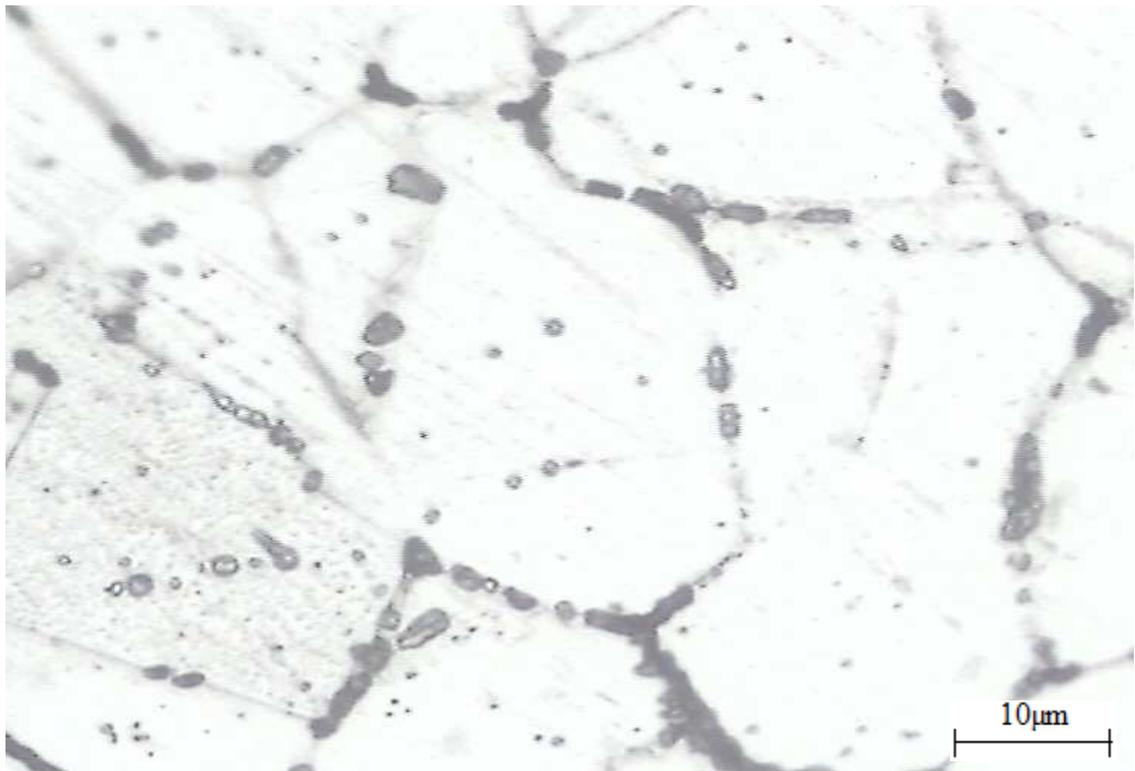


Figure V.17. Attaque électrolytique Acide Oxalique G x 500.

L'observation des micrographies de l'ensemble des échantillons nous permet de constater (*Figure V.14, 15, 16,17*) un grossissement des grains qui apparaît au fur et à mesure que la durée du traitement augmente. La présence des macles même pour des durées prolongées de vieillissement. La structure des joints de grain évolue et on observe des amas de particules de différentes tailles alignés le long des joints de grains

V.2. Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C

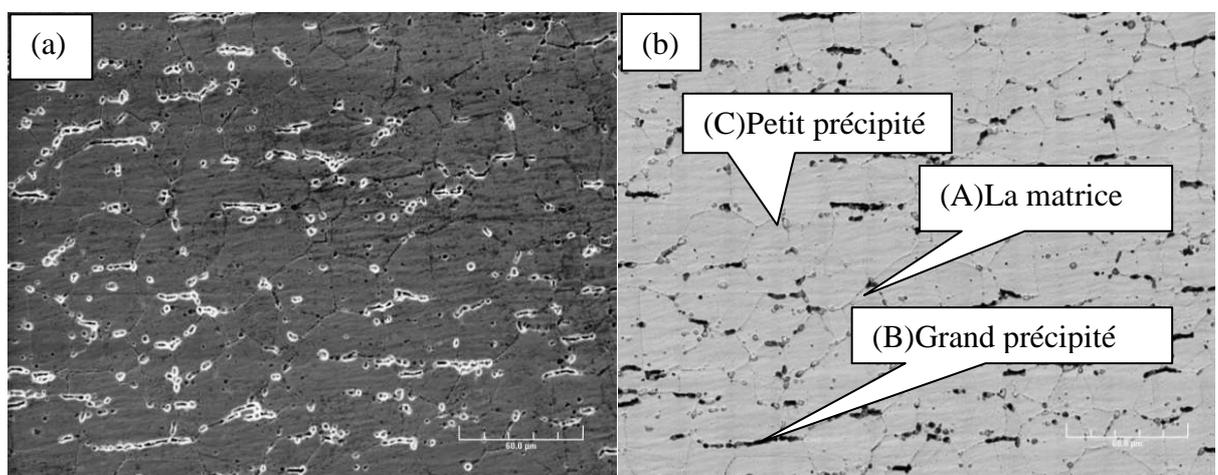


Figure V.18. Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C.

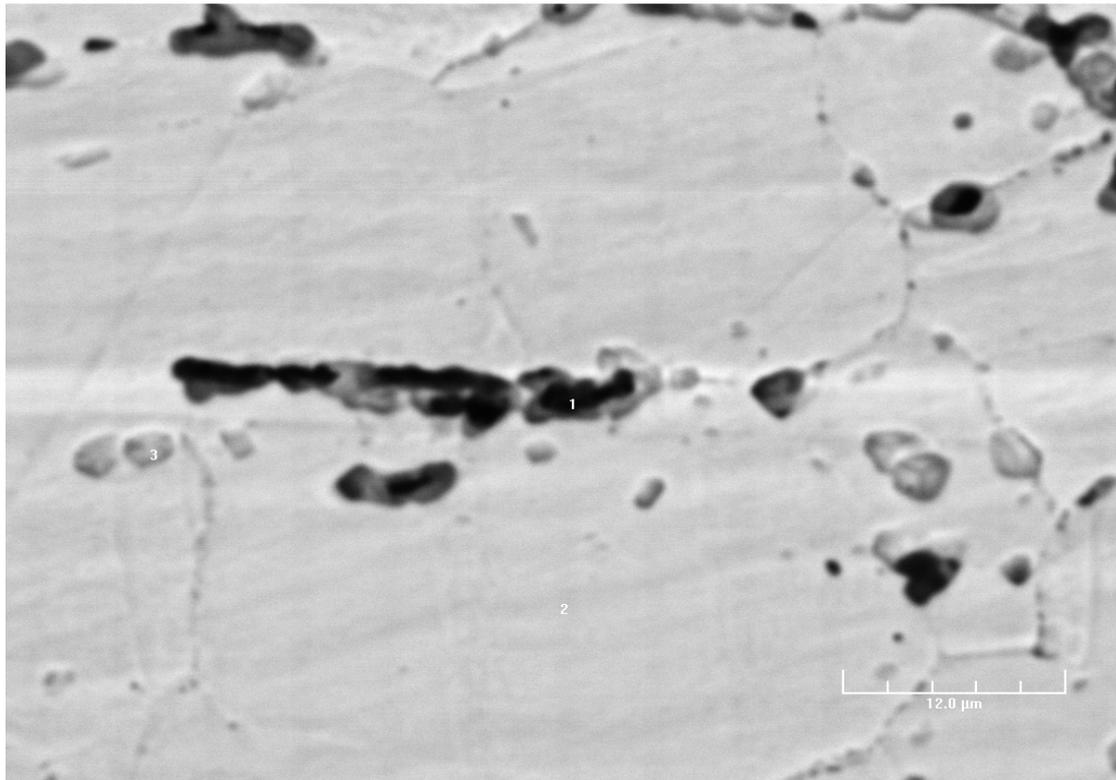


Figure V.19. Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C.

les micrographies obtenues à l'aide du microscope électronique à balayage (*Figure V.18,19*) montrent la présence de grands précipités aux niveau des joints des grains et des précipités petites tailles dispersées dans la matrice et au voisinage des joints des grains.

V.2.1. spectres qualitatif correspondant à la zone balayée par le MEB

Les spectres qualitatifs correspondant à la zone balayée par le MEB. Nous donnent la composition chimique des trios zone observe par le MEB.

A. La matrice

■ [_137_S001.pgt](#)

FS: 18000

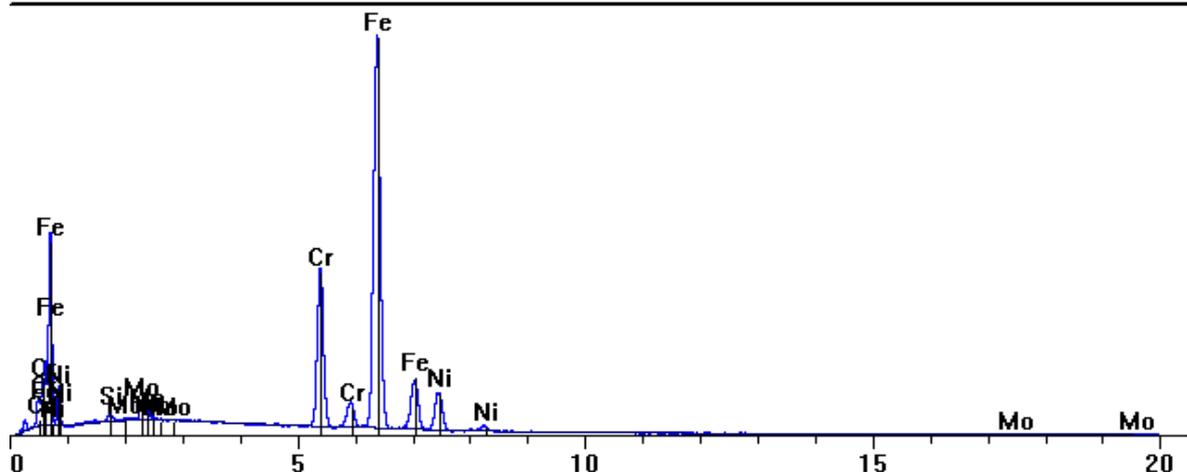


Figure V.20. Spectres d'analyse de composition chimique du métal de la matrice.

B-Grand précipité■ **_136_S001.pgt**

FS: 14000

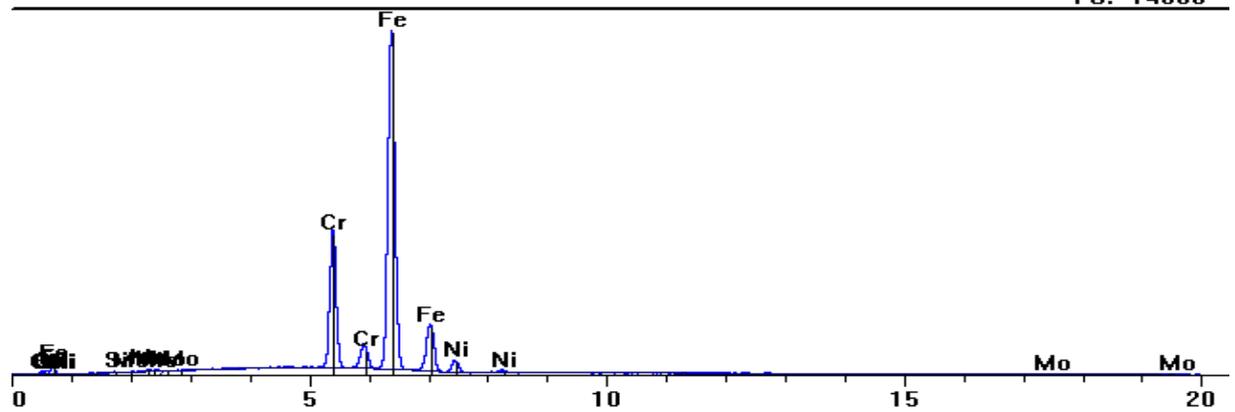


Figure V.21. Spectres d'analyse de composition chimique du grand précipité dans le métal de basse.

C-Petit précipité :■ **_138_S001.pgt**

FS: 18000

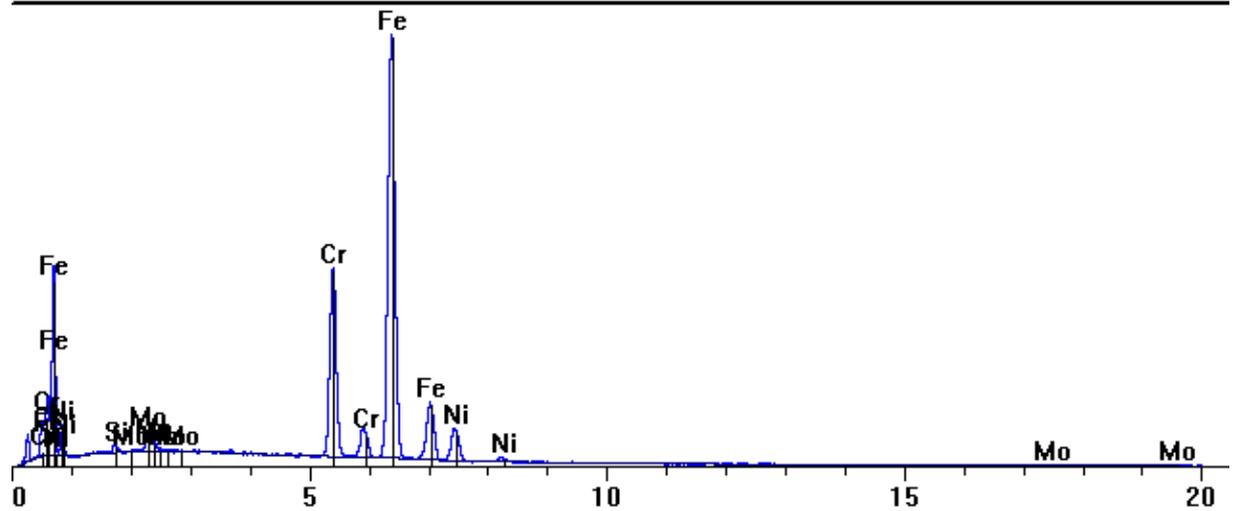


Figure V.22. Spectres d'analyse de composition chimique du petit précipité dans le métal de basse.

Les compositions chimiques des précipités et de la matrice sont illustrées dans le (Tableau V.1)

Tableau V.1. Teneur en éléments d'alliages principaux dans La matrice et la Grand précipité et Petit précipité.

Elément	Fe	Cr	Ni	Mo	Si
La matrice	70.04	18.8	9.79	0.02	1.35
Grande précipité	76.47	19.66	3.65	0.11	0.11
Petit précipité	70.93	20.60	7.55	00	1.04

La grande taille des précipités aux niveaux des joints des grains est le résultat de l'agglomération des précipités de petites tailles et que le joint de grain est le siège de la précipitation des carbures car c'est un puits de dislocations donc un site à énergie emmagasiné élevé et que l'appauvrissement d'austénite en chrome se fait au voisinage des grains. Ainsi que les conditions thermodynamiques (température, énergie) et la durée du maintien sont favorables à la précipitation des carbures et particulièrement les carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$.

V.2.2. répartition topographique des éléments présents

D'après la cartographie des éléments majeurs existants dans le métal de base vieilli à 1000 h à 700 °C. Réalisée par analyse à l'EDX, le Mn est inexistant dans le métal de base. Les deux précipités sont appauvries en Mo, Ni, Si et Fe. Alors que le Cr semble uniforme dans toute la matrice.

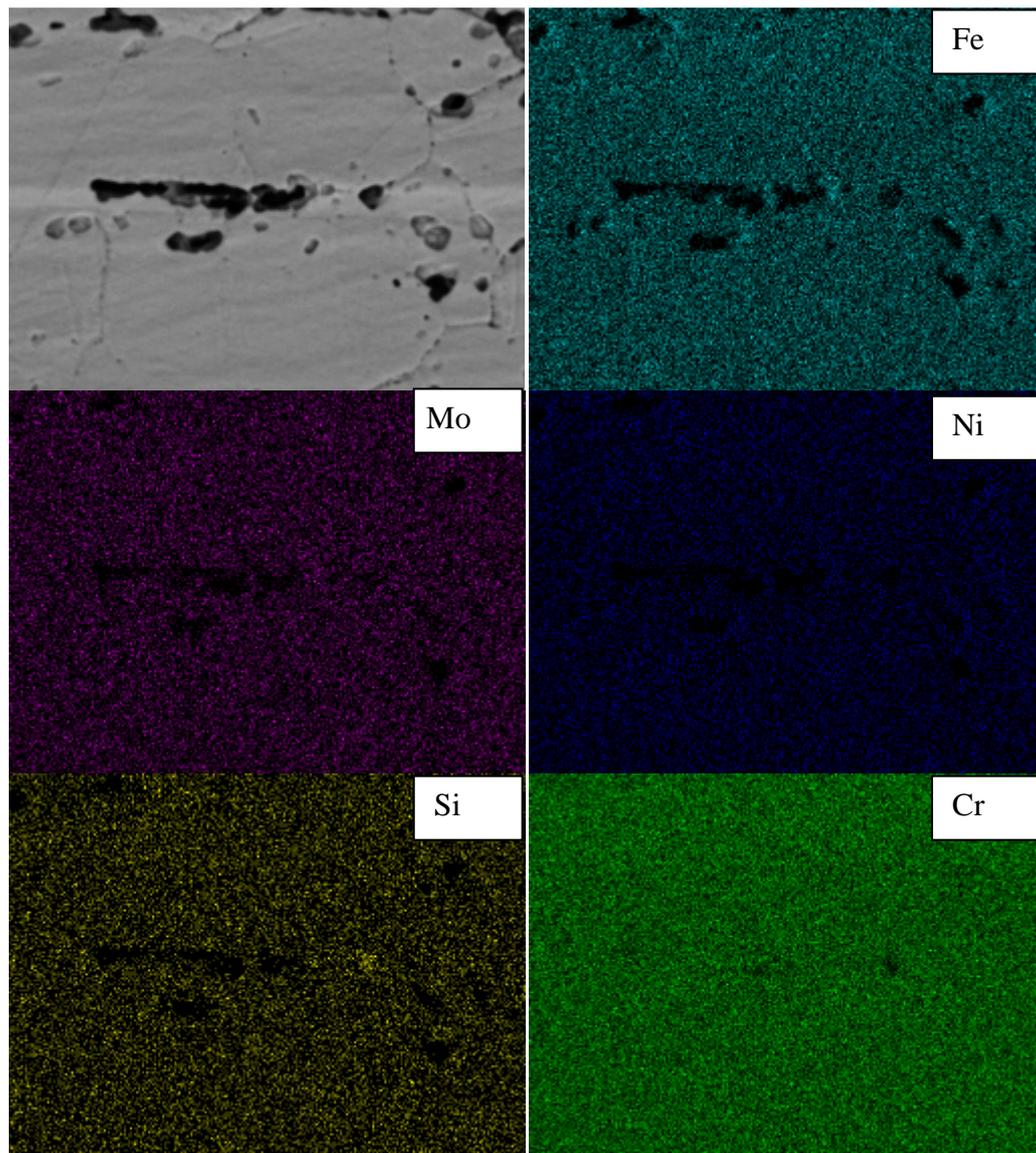


Figure V.23. La cartographie des éléments majeurs existants dans le métal de base vieilli à 1000 h à 700 °.

V.3. Analyse par diffraction des rayons X

L'examen au moyen des rayons X du métal de base avant et après traitement thermique nous a permis d'obtenir les spectres de diffraction de la (*Figure V.23*). L'état initial du matériau est caractérisé par la présence des pics de la phase γ . De même pour l'échantillon qui a subi 500 h de traitement. Mais l'intensité de ces pics est élevée dans l'échantillon de référence. Ces modifications sont liées aux changements morphologiques qu'ont subis les grains de la phase austénitique lors du traitement thermique.

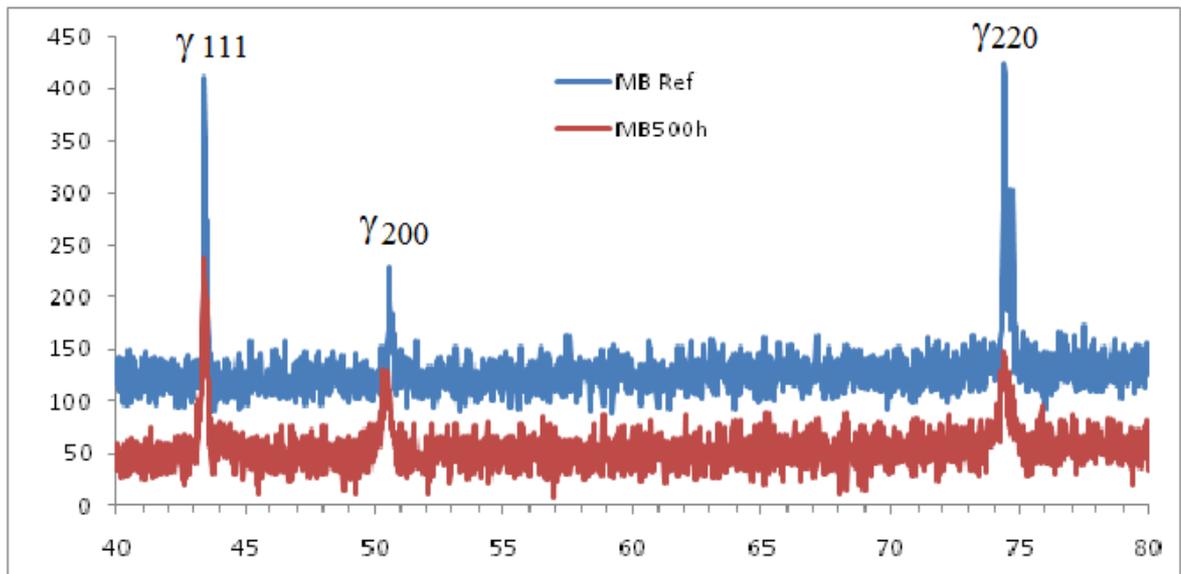


Figure V.24. diffractogrammes des RX obtenues dans le métal de base à différentes durées du maintien.

V.4. Evolution de la taille moyenne des grains

Pour voir l'évolution de la taille moyenne des grains au cours du vieillissement, on a calculé la taille moyenne des grains aux différents temps de maintien par analyse d'image à l'aide d'un programme qui fonctionne sous 'MATLAB'. Les résultats obtenus sont illustrés dans le (**Tableau V.2**)

Tableau V.2 : évolution de la taille des grains en fonction de la durée de vieillissement à 700°C.

Temp s (h)	0	1	2	4	8	16	32	64	120	240	500	1000
Taille (μm)	29.4	28.07	30.75	30.66	31.23	31.83	31.83	31.83	34.5	35.22	35.76	40

La (**Figure V.25**) montre bien une évolution significative de la taille des grains. Ce grossissement se traduit essentiellement par le mouvement des joints d'interface γ/γ qui ont une énergie d'interface relativement élevée. Sous l'action de la température, ces joints peuvent se déplacer en favorisant le grossissement de certains grains ainsi que la disparition des grains de petites tailles comme on l'a montré dans la partie évolution structurale. A cause de leur faible énergie, les macles n'interviennent pas dans le processus de grossissement des grains et elles persistent quelque soit le temps du traitement.

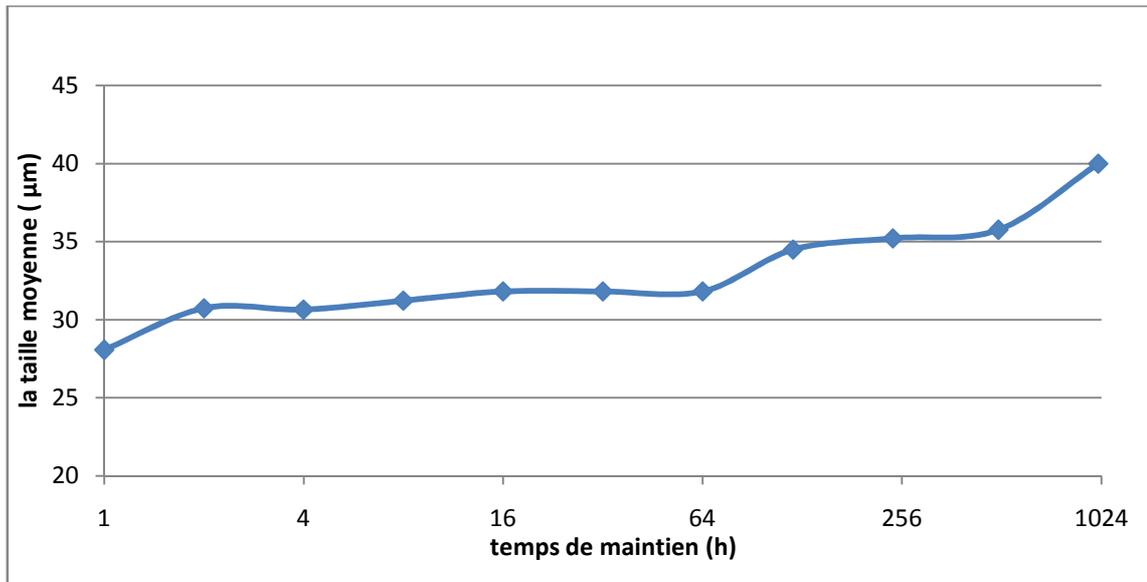


Figure V.25. Evolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de maintien.

V.5. Evolution de la dureté Vickers

Avec l'application d'une charge de 187.5 kg F, nous avons obtenu les duretés présentées dans le (Tableau V.3)

Tableau V.3. Évolution de la dureté en fonction de la durée de traitement à 700 °C.

Temps (h)	0	1	2	4	8	16	64	120	240	500	800	1000
Dureté I	168,5	167,3	176,9	175,7	175,7	175,7	168,5	146,5	163,9	140,1	183,4	198,8
Dureté II	146,5	148,4	166,2	174,5	169,7	179,5	169,7	143,7	130,1	140,1	183,4	201,8
Dureté Moyenne	170,8	167,3	171,6	175,1	172,7	177,6	169,1	145,1	147,0	148,8	183,4	200,3

Le graphe de la (*Figure V.26*) nous permet d'observer l'évaluation de la dureté suivant les durées de maintien. On constate qu'avant 64 h de maintien on a une stabilité de la dureté, cela montre qu'à des courtes durées de maintien du traitement à 700 °C on ne peut pas parler du phénomène de vieillissement.

Puis il y'a une diminution de la dureté jusqu'à 128 h qui nous renseigne qu'un changement a eu lieu et qui se traduit par le phénomène de grossissement des grains et appauvrissement de la matrice austénitique en éléments d'alliage.

De 128 h à 512 h on a une faible augmentation de la dureté, qui se traduit par une compétition entre le grossissement des grains et la précipitation des carbures formés à

partir du chrome issu de l'appauvrissement de la matrice austénitique. A partir de 512h on a une augmentation considérable de la dureté qui est due à la forte présence de précipités de carbures et peut être à la formation des phases intermétallique (σ , χ , η).

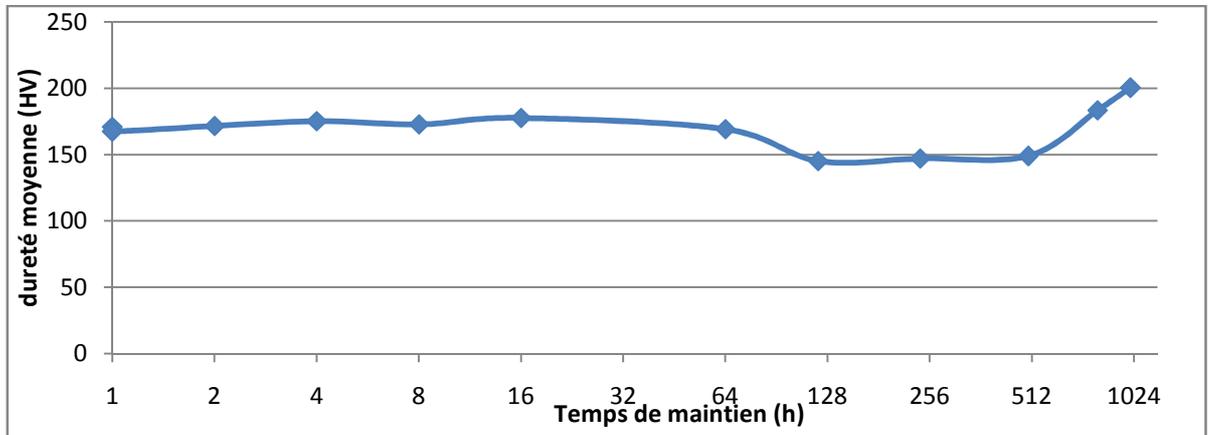


Figure V.26. Evolution de la dureté Vickers en fonction du temps de maintien.

V.6. Evolution de l'énergie de résilience

Les résultats (*Figure V.26*) montrent que la résilience diminue au cours du vieillissement parce que le phénomène de fragilisation est proportionnel à la quantité précipités. Cette fragilisation est la conséquence du durcissement de l'austénite par précipitation des carbures et des phases intermétalliques lors du vieillissement thermique.

Comme on peut voir sur le graphique à partir de 64 h nous enregistrons un début de la chute de la résilience. Nous pouvons donc considérer que ce temps correspond à la durée d'incubation de précipitation des carbures et des phases intermétalliques.

Rappelons que cette fragilisation est accompagnée par une diminution de la ténacité et la ductilité.

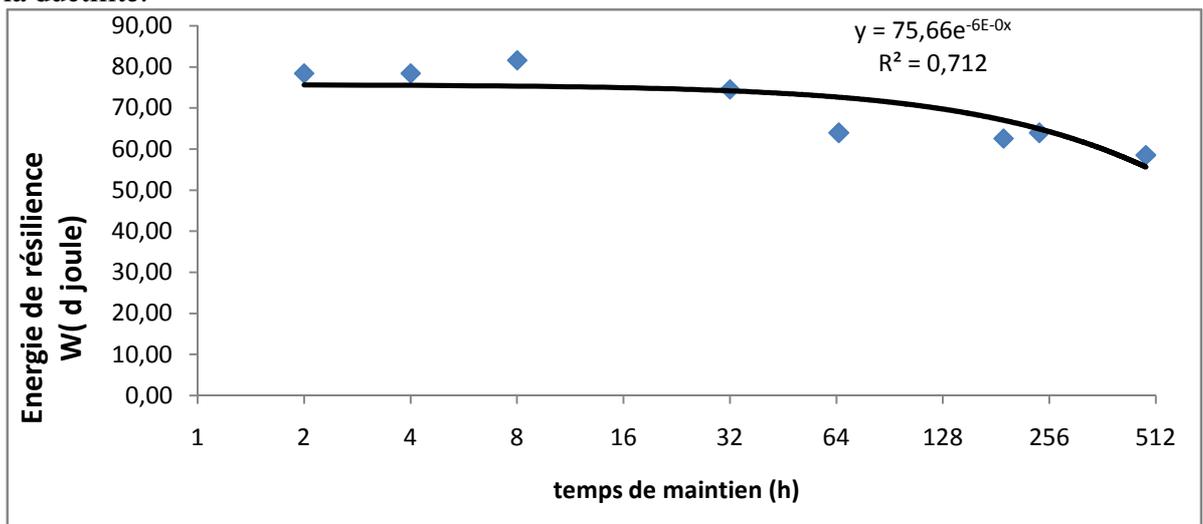


Figure V.27. Evolution de la résilience en fonction de la durée du temps de maintien.

Conclusion

Dans cette partie, on s'est intéressé à l'étude des caractéristiques structurales (micrographie et taille des grains) et les propriétés mécaniques (mesure de la dureté et résilience) de l'acier inoxydable austénitique 316L à la température de 700 ° C.

Pour cela on lui a fait subir des maintiens à différentes durées pour étudier son évolution au cours du vieillissement.

➤ La micrographie optique :

Montre qu'à partir de 60 h de maintien, on observe quelques évolutions de la microstructure. En effet, le joint semble plus large ce qui prouve que ces joints sont le siège de transformations conduisant à la formation de précipités de carbures éventuellement. et que à des durées supérieures à 800 h on a un grossissement des grains qui apparaît au fur et à mesure que la durée du traitement augmente, une présence de macles même pour des durées prolongées de vieillissement, ainsi que la structure des joints des grains évolue et on observe des amas de particules de différentes tailles alignés le long des joints de grains.

➤ La micrographie électronique :

relève pour des durées prolongées de vieillissement la présence de grands précipités aux niveau des joints des grains et des précipités de petites tailles dispersées dans la matrice et au voisinage des joints des grains.

L'évolution de la taille moyenne des grains :

Montre bien une évolution significative de la taille des grains comme on l'a montré dans la partie évolution structurale.

➤ L'évolution de la dureté Vickers :

Montre que pour des durées prolongées de vieillissement on a une augmentation considérable de la dureté qui est due à la forte présence de précipités de carbures et peut être à la formation des phases intermétallique (σ , χ , η).

➤ L'évolution de l'énergie de résilience :

Montre que la résilience diminue au cours du vieillissement puis elle chute à partir de 64 h.

L'ensemble de cette étude montre que les aciers inoxydables austénitiques 316L soumis à la température de 700 ° C, sont sensibles au phénomène de durcissement causé par la précipitation des carbures et des phases intermétalliques et particulièrement la phase σ , qui se traduit par la chute de résilience et diminution de la ductilité et la ténacité.



Chapitre VI.
Résultats des soudures et
interprétations

VI. Résultats obtenues sur les soudures :

VI.1. Evolution structurale

Dans cette partie on va montrer l'influence de la durée de maintien du vieillissement à 700° C sur la microstructure des différentes zones du joint soudé. Dans le cas présent, il s'agit des différentes zones de la soudure de l'acier inoxydable austénitique 316L, entre autre : la zone fondue, la zone affectée thermiquement et le métal de base.

Pour cela nous considérons les durées suivantes : 70, 140, 288, 500 et 1000 heures.

VI.1.1. Echantillon de référence (soudure brute) :

Afin de mettre en évidence les différentes propriétés microstructurales de la soudure de l'échantillon de référence, nous avons pratiqué différentes attaques :

- Attaque chimique l'eau Régale : cette attaque permet de visualiser la structure austénitique avec ses macles (*Figures VI.1*)
- Attaque électrolytique à l'acide oxalique : Les micrographies obtenues par l'attaque électrolytique à l'acide oxalique permet de montrer la structure biphasée ferrite austénite, avec l'austénite (la matrice) en blanc et la ferrite en noir (*Figures VI.2*).
- Attaque électrolytique au KOH : Les micrographies de la (*Figure VI.3*) montrent qu'on a une structure biphasée dans la zone fondue des trois passes,

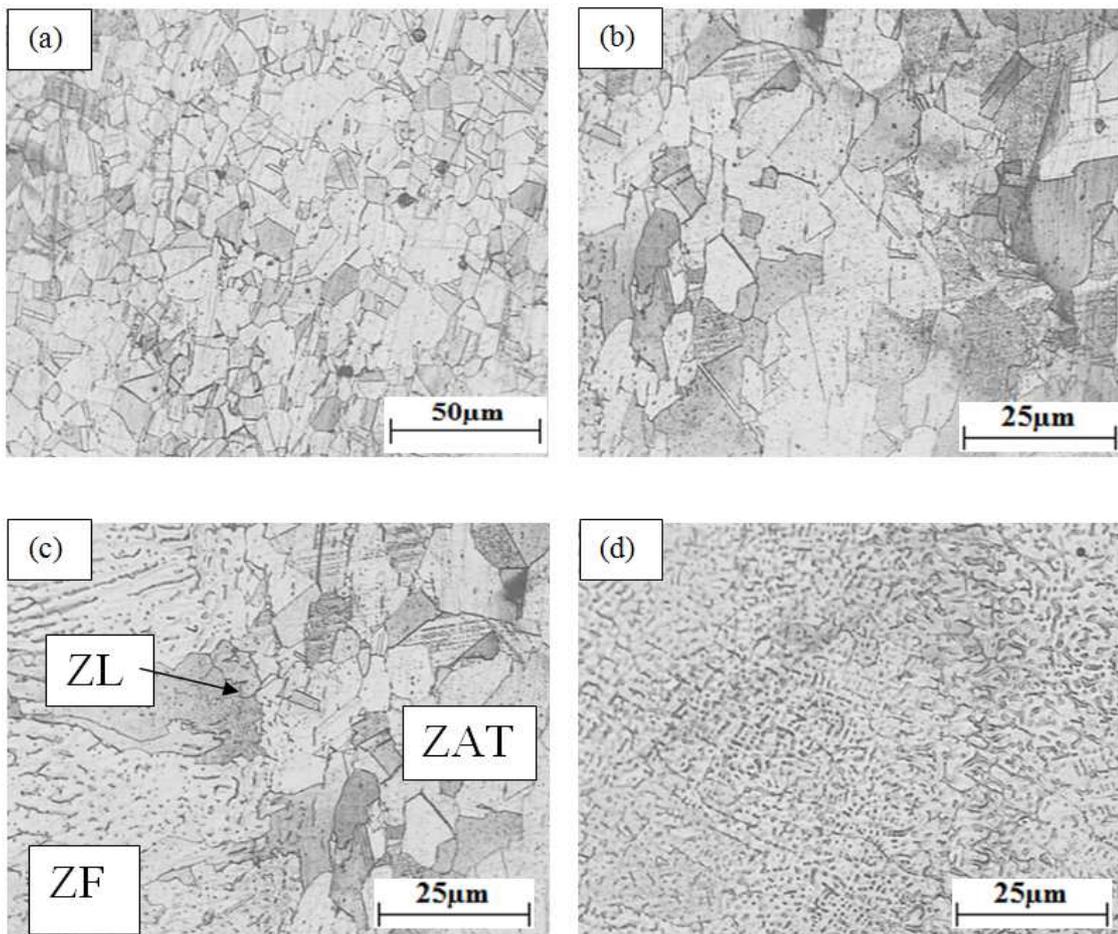


Figure VI.1 : micrographies de l'échantillon de référence après attaque chimique

(Eau Régale) **(b)** : la ZAT, **(a)** : Métal de base, **(c)**: ZAT – ZF, **(d)**: la zone fondue.

2. Attaque électrolytique à l'acide oxalique :

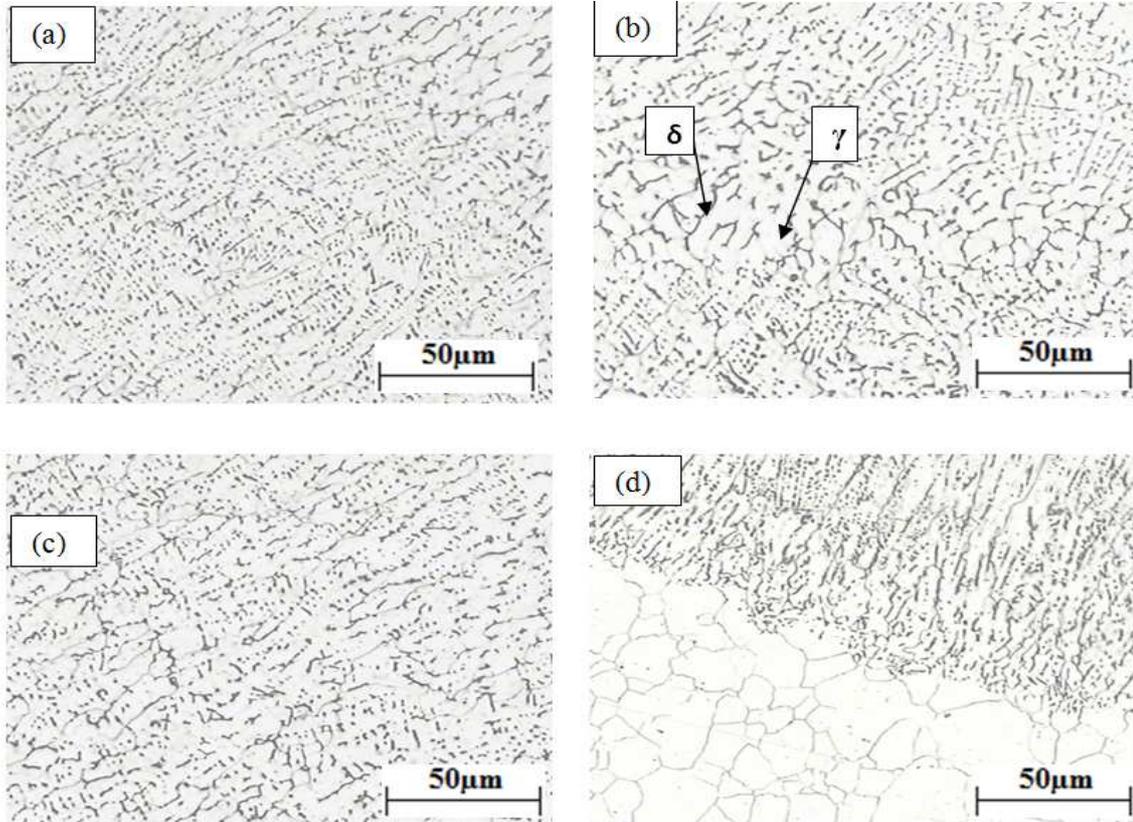


Figure VI.2 : micrographies de l'échantillon de référence après attaque électrolytique Oxaliques (a) : Métal de base, (c): ZAT – ZF, (d): la zone fondue.

3. Attaque électrolytique au KOH :

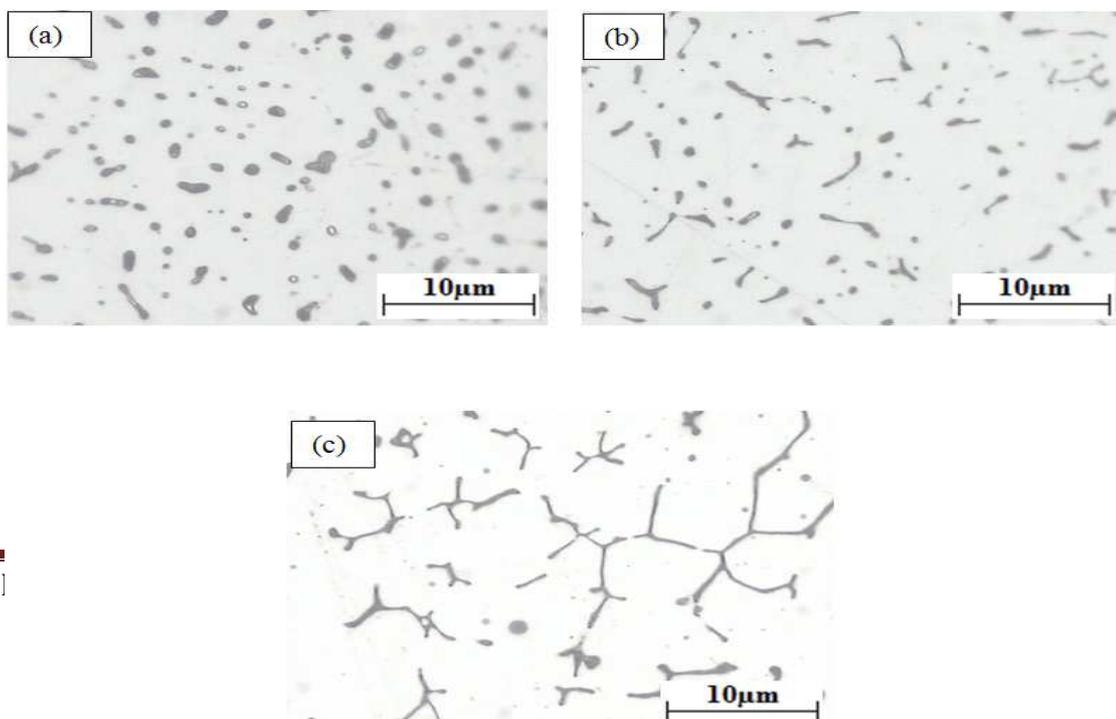


Figure VI.3 : micrographies de l'échantillon de référence après attaque électrolytique KOH.

Les micrographies de l'échantillon de référence prises dans les zones (MB, ZAT, ZF) à différentes attaques et grossissements (**Figure VI.1**) montrent qu'elles ont la même constitution micrographique (austénite-ferrite) et qui se distinguent entre elles par la morphologie des deux phases.

- **Métal de base** : Après soudage, le métal de base conserve sa structure initiale (**Figure VI.1, a**), qui est une structure austénitique avec présence de macles ;
- **La zone affectée thermiquement** : la (**Figure VI.1, b**) montre que la structure de la zone affectée thermiquement est du type austénitique avec présence de macles. La taille des grains a connu un grossissement très significatif sous l'action de la température apportée par la source de chaleur des trois passes lors de l'opération du soudage ;
- **La zone fondue** : D'après la (**Figure V.B.1, 2**), La zone fondue se distingue par la finesse et la nature dendritique. Cette structure est une structure de solidification. Le refroidissement rapide n'a pas permis une cristallisation des grains. La vitesse de refroidissement élevée est la cause du taux élevé de la ferrite δ . Cette proportion de ferrite relativement élevée peut être expliquée par le fait que la réaction de décomposition de la ferrite issue de l'état liquide ($\delta \rightarrow \gamma$) n'est pas complète. En fait, le refroidissement lors de la solidification du métal fondu est tellement rapide que cette ferrite n'a pas eu le temps suffisant pour se transformer entièrement en austénite.

Les micrographies obtenues par l'attaque électrolytique à l'acide oxalique donnent une structure biphasée ferrite austénite, avec l'austénite (la matrice) en blanc et la ferrite en noir (**Figure VI.2**).

Les micrographies de la (**Figure VI.3**) montrent qu'on a une structure biphasée dans la zone fondue des trois passes,

Dans la première passe on a structure de ferrite à morphologie mixte sphérique et lamellaire, la présence des grains sphériques est due la source da chaleur ramenée par la deuxième passe à l'envers et la troisième passe à endroit ce qui a permis aux grains lamellaires de croitre, se stabiliser et prendre la forme sphérique qui est la forme la plus stable.

La deuxième passe présente une structure lamellaire dispersée avec présence de peu de sphères

Car le refroidissement rapide lors du soudage n'a pas permis aux grains lamellaires de croitre et se stabiliser.

Dans la troisième passe on a une structure lamellaire non dispersée.

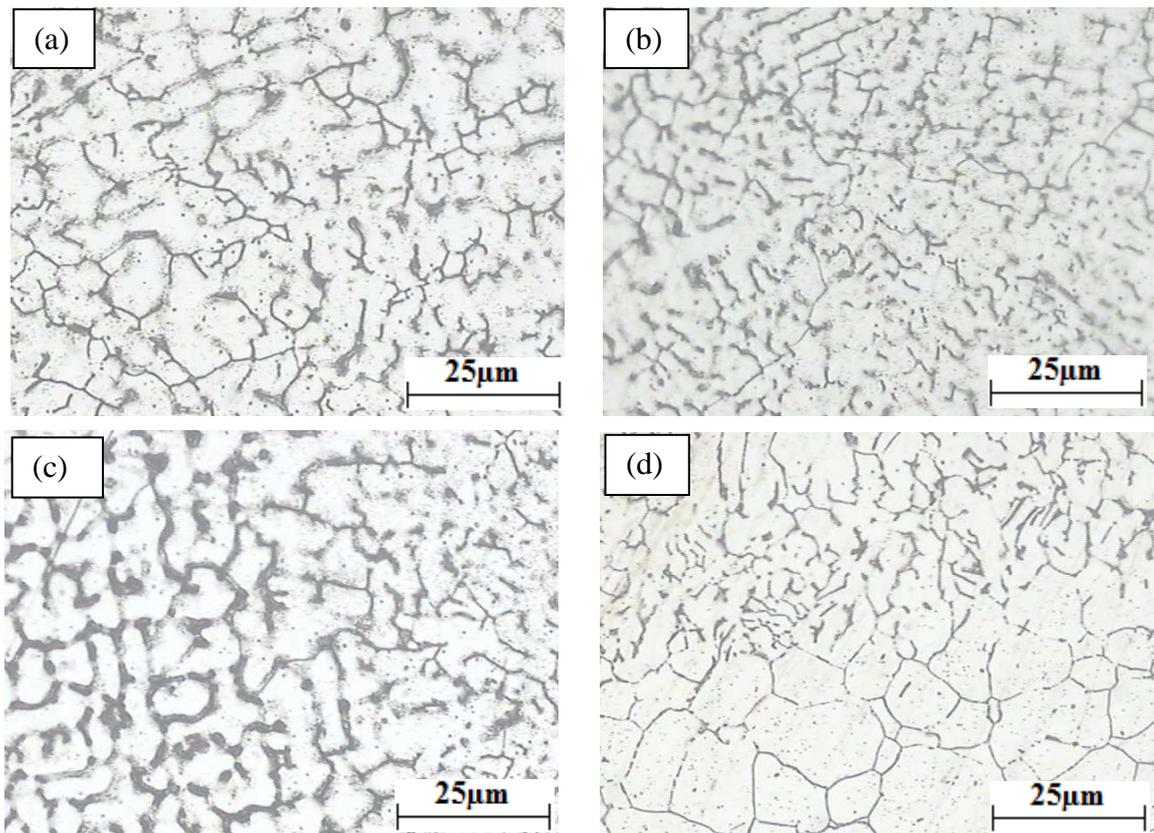
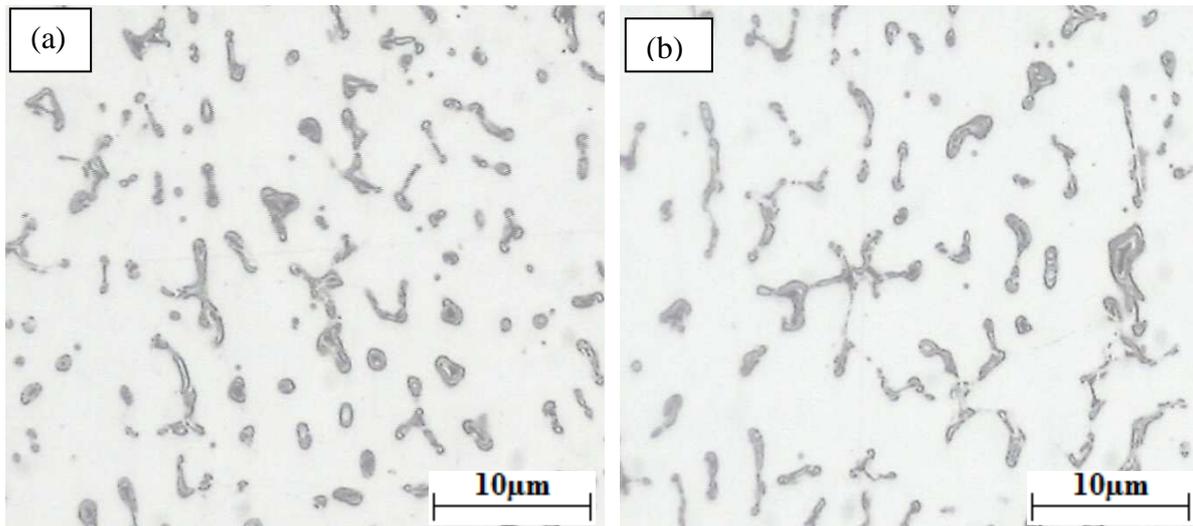
VI.1.2. Echantillon après 70 h de maintien :**1. Attaque électrolytique à l'acide oxalique**

Figure VI.4 : micrographies de l'échantillon à 70 heures de maintien après attaque électrolytique à l'acide Oxalique.

(a) : Première passe, **(b) :** Deuxième passe, **(c) :** Troisième passe, **(d) :** ZAT-ZF

2. Attaque électrolytique au KOH



(a) : Première passe G x 500.

(b) : Deuxième passe G x 500.

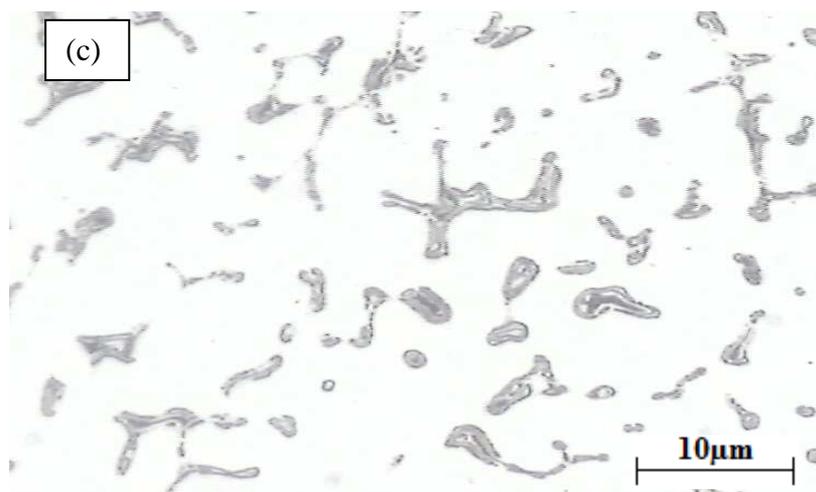


Figure VI.5 : micrographies de l'échantillon de 70 h après attaque électrolytique KOH

(a) : Première passe, (b) : Deuxième passe, (c) : Troisième passe

La (**Figure VI.4, d**) montre aussi que la ZAT a eu un léger grossissement des grains.

A 70 heures de maintien la (**Figure VI.5**) montre qu'on a un léger changement au niveau de la structure de la ferrite qui a connue un grossissement des grains et des petites taches noirs dans les grains ferritiques.

VI.1.3. Echantillon après 140 h de maintien

1. Attaque électrolytique à l'acide oxalique

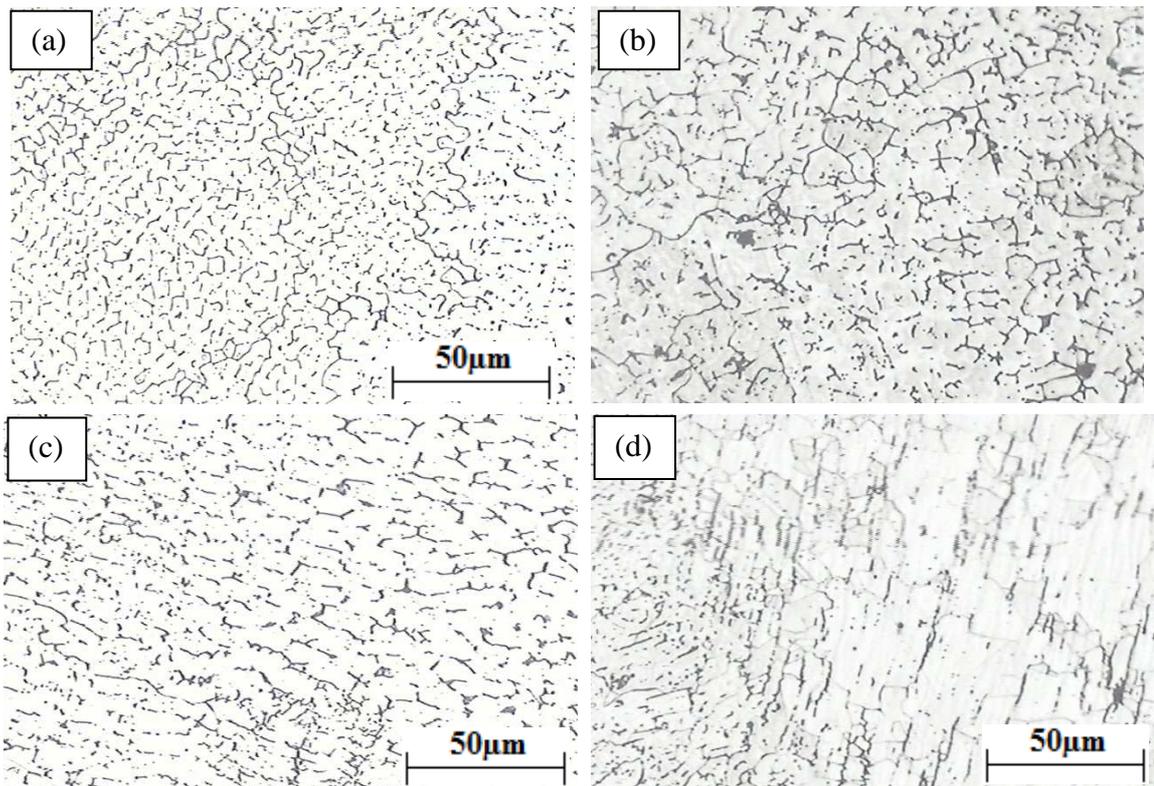


Figure VI.6 : micrographies de l'échantillon de 140 heures de maintien après attaque électrolytique Oxaliques.

(a) : Première passe, **(b) :** Deuxième passe, **(c) :** Troisième passe, **(d) :** ZF- ZAT

2. Attaque électrolytique au KOH

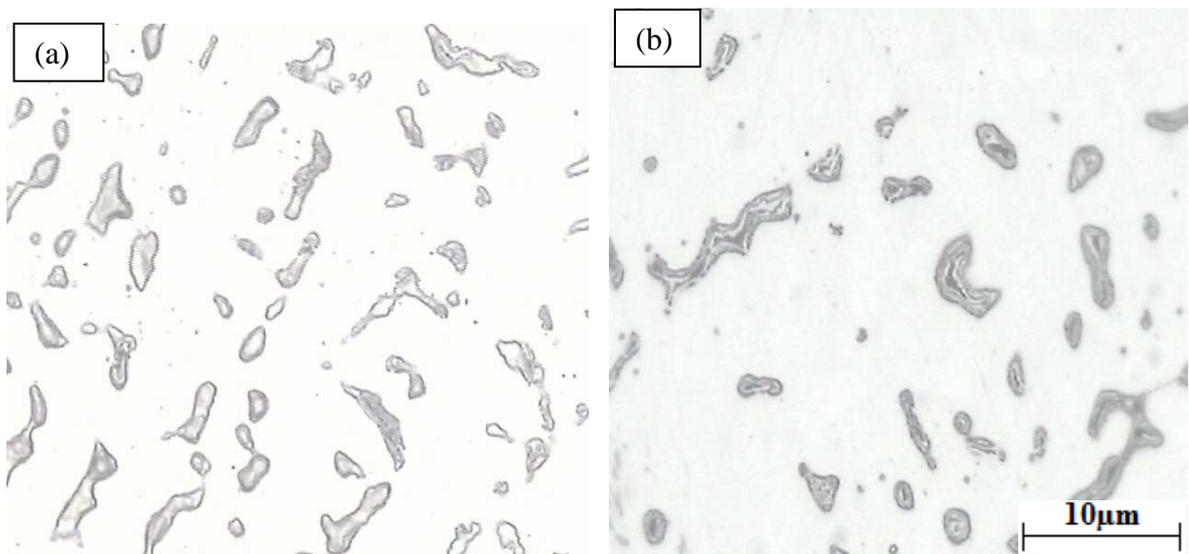


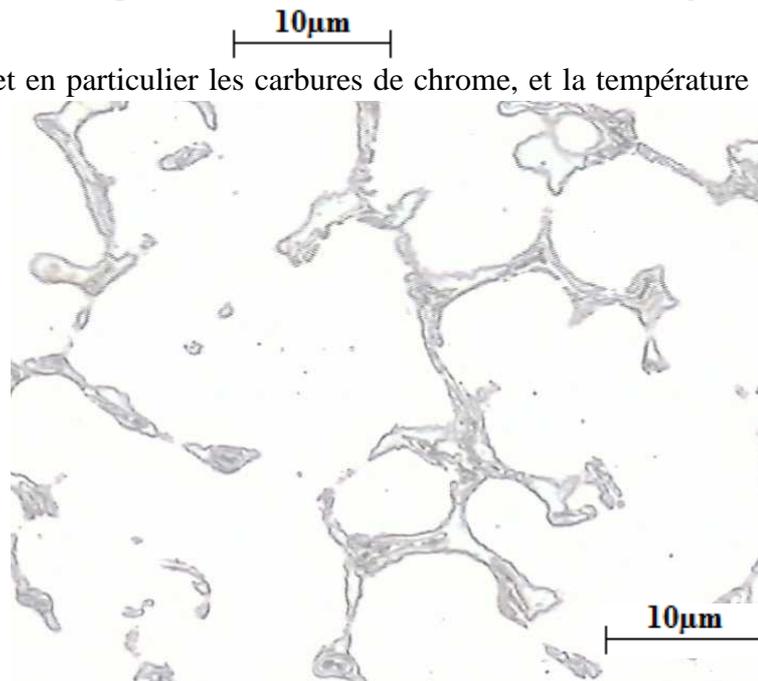
Figure VI.7 : (c)  raphies de l'échantillon de 140 h après attaque électrolytique KOH.

(a) : Première passe, (b) : Deuxième passe, (c) : Troisième passe

La (**Figure VI.6**) montre qu'après 140 h de maintien la structure dendritique d'austénite commence à prendre la forme granulaire. et que la ZAT a eu un grossissement considérable des grains.

La (**Figure VI.7**) montre le grossissement des grains ferritiques et apparition de traces noirs dans les grains et à l'interface ferrite / austénite qui peuvent être des carbures ou une phase intermétallique car comme on le sait la ferrite est le siège de la précipitation

des carbures et en particulier les carbures de chrome, et la température du maintien est favorable pour la formation de ces carbures qui se précipitent à l'intervalle de température 550 – 800 ° c.



favorable pour la formation de ces carbures qui se précipitent à l'intervalle de température 550 – 800 ° c.

VI.1.4. Echantillon après 500 h de maintien

1. Attaque électrolytique à l'acide oxalique

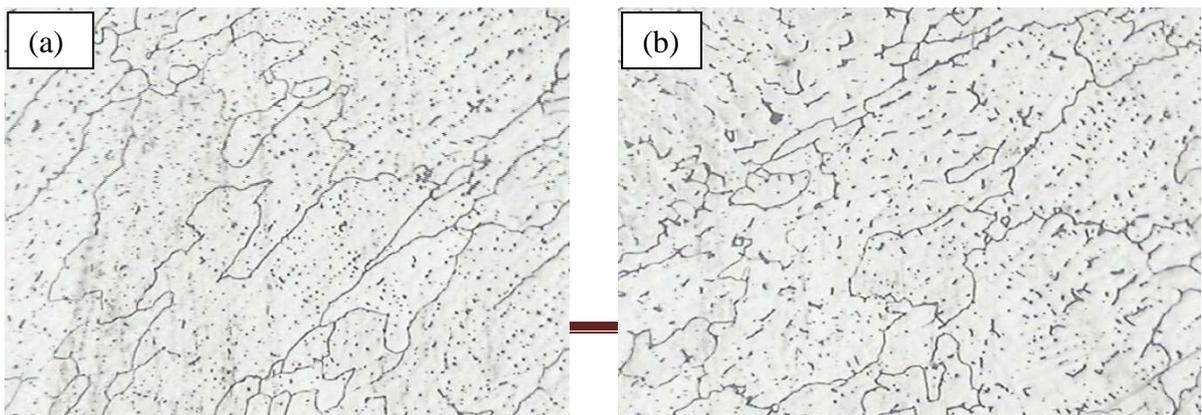


Figure VI.8 : micrographies de l'échantillon de 500 heures de maintien après attaque électrolytique Oxaliques.

(a) : Première passe, (b) : Deuxième passe (c): ZF- ZAT G x 100, (d): ZAT

2. Attaque électrolytique au KOH

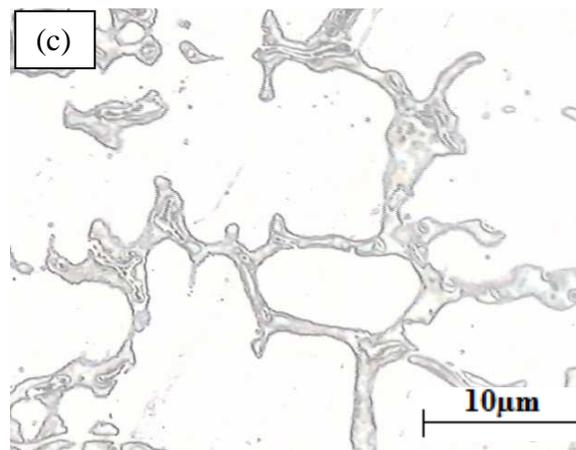
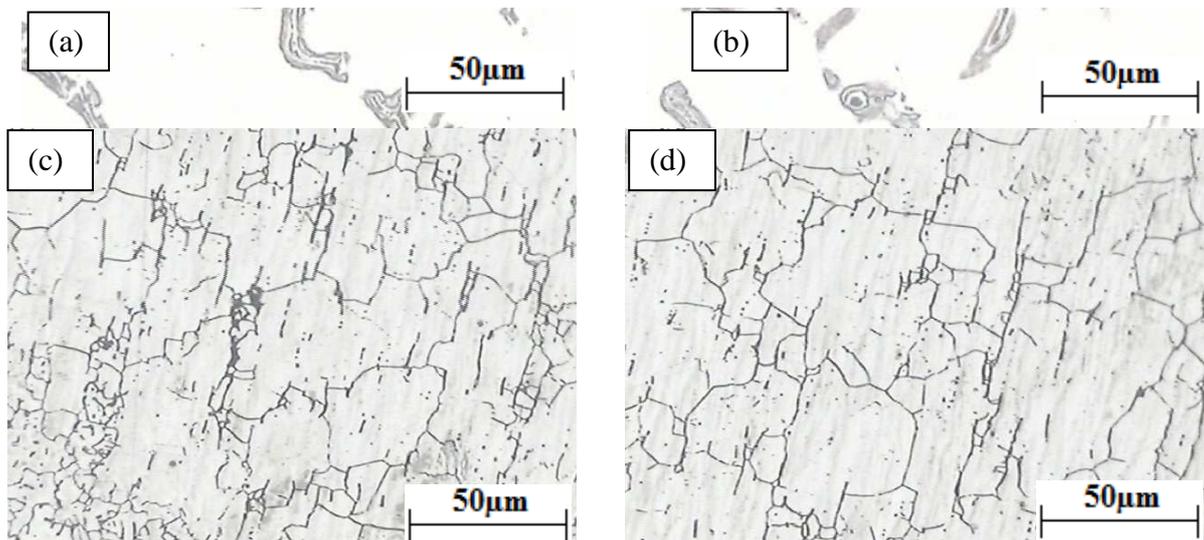


Figure VI.9 micrographies de l'échantillon de 500 h après attaque électrolytique KOH.

(a) : Première passe, (b) : Deuxième passe, (c) :Troisième passe.

La (*Figure VI.8*) montre un grossissement des grains remarquable aux niveaux des trois passes et la ZAT. La (*Figure VI.9*) montre que les taches noirs à l'intérieur des grains ferritiques sont devenus stables et de tailles plus grande. Donc ils peuvent bien être la phase sigma.

VI.1.5. Echantillon après 1000 h de maintien

La microscopie électronique à balayage en électrons rétrodiffusés fait la différence de contraste entre les phases, donc la (*Figure V.10 .a*) révèle la présence de deux phases : la matrice austénitique en blanc et la ferrite en noir tandis que la (*Figure V.10.b*) montre les différentes zones de soudage tel que la ferrite est dendritique dans la ZF, ferrite dense dans ZL et une structure pauvre en ferrite dans la ZAT.

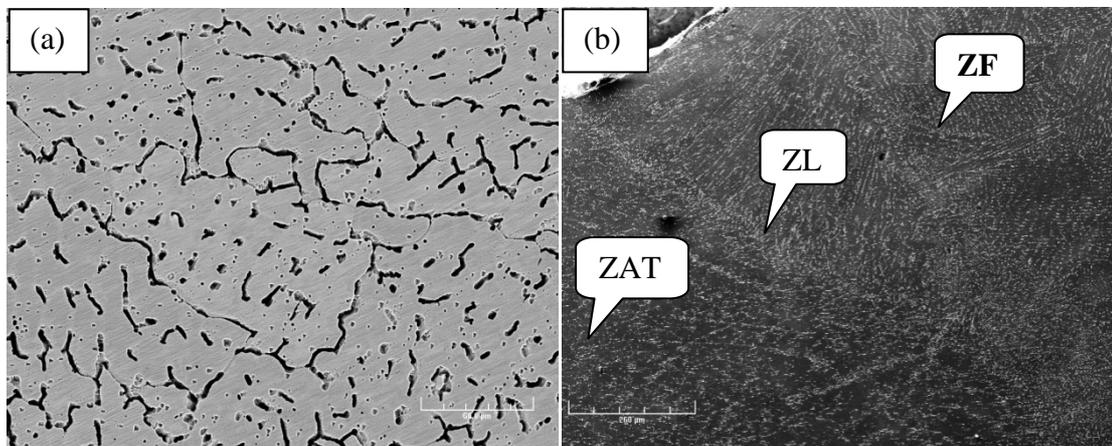


Figure V.10 : Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C. a) Zone fondue, b) Zone de liaison

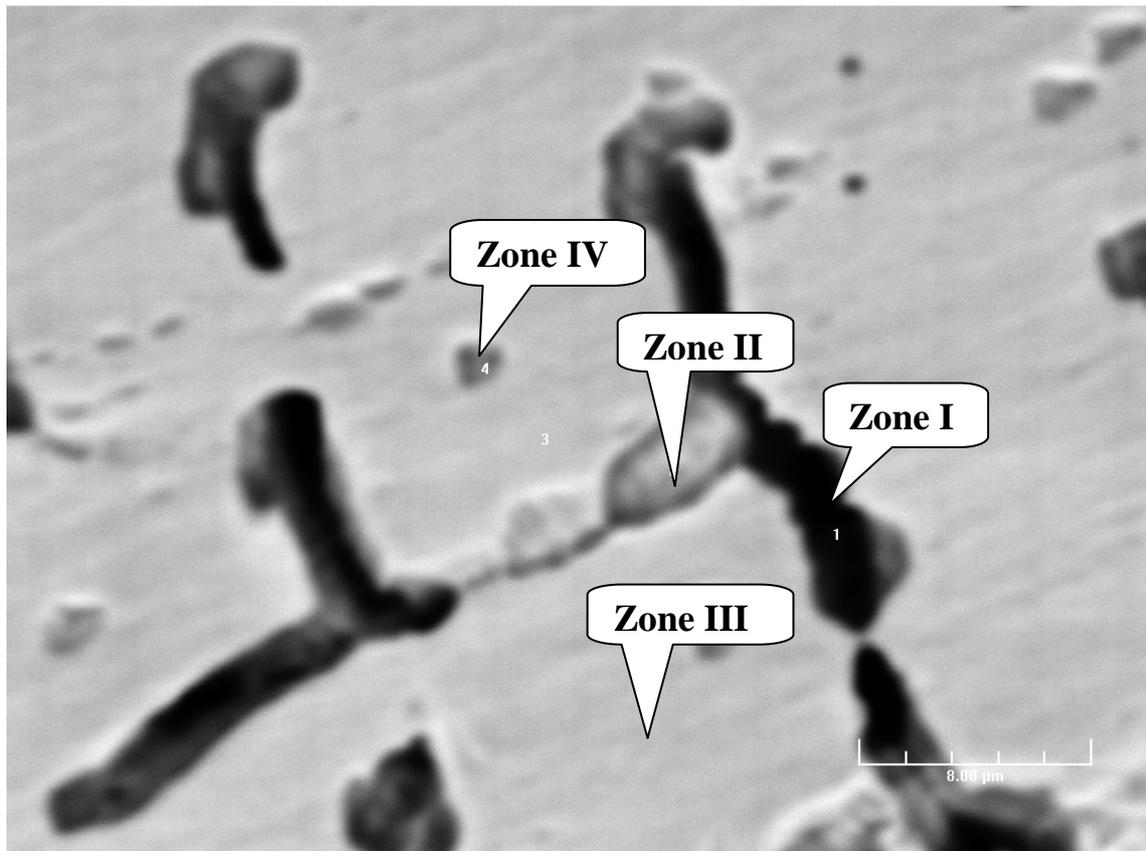


Figure VI.11 : Micrographies électroniques à balayage obtenues après 1000 h de vieillissement à 700°C.

Dans la (*Figure VI.11*) après balayage on a la présence de quatre zones : la première, sombre, profonde et de grande taille ; La deuxième grise foncée ; la quatrième grise claire de petite taille que la précédente et la troisième c'est la matrice.

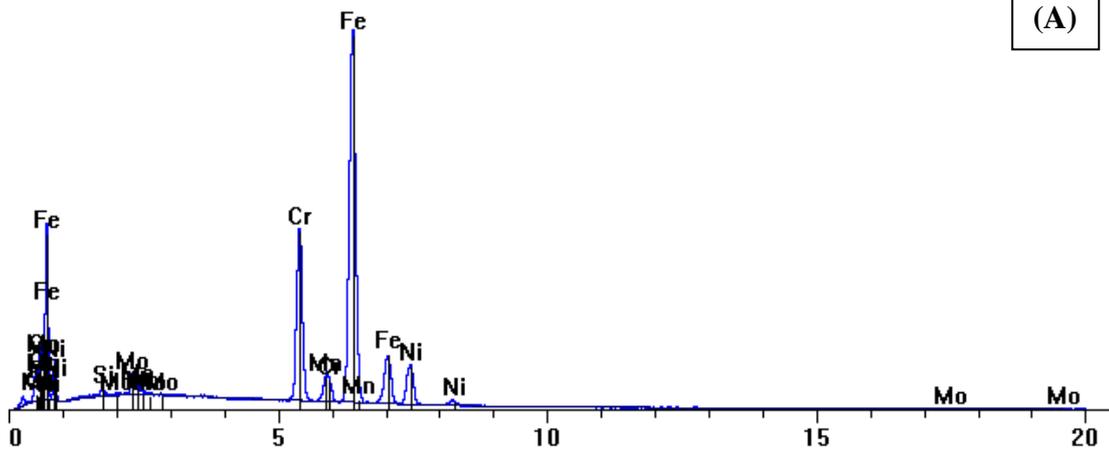
Afin de déterminer la composition et la nature de ces zones on a fait les spectres qualitatifs.

VI.1.5. Spectres qualitatifs correspondant à la zone balayée par le MEB.

1- Zone I

■ _119_S001.pgt

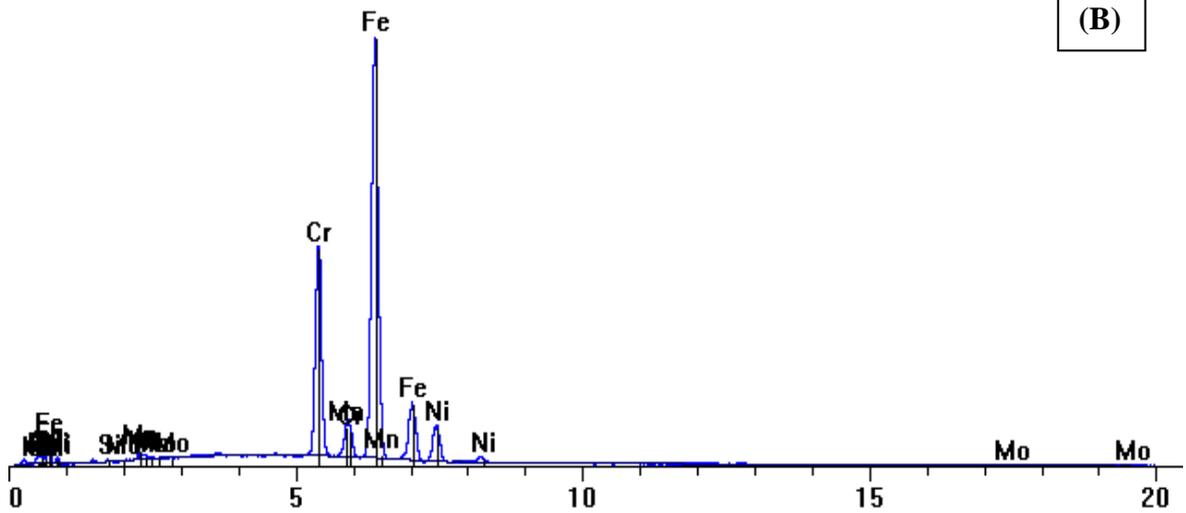
FS: 18000



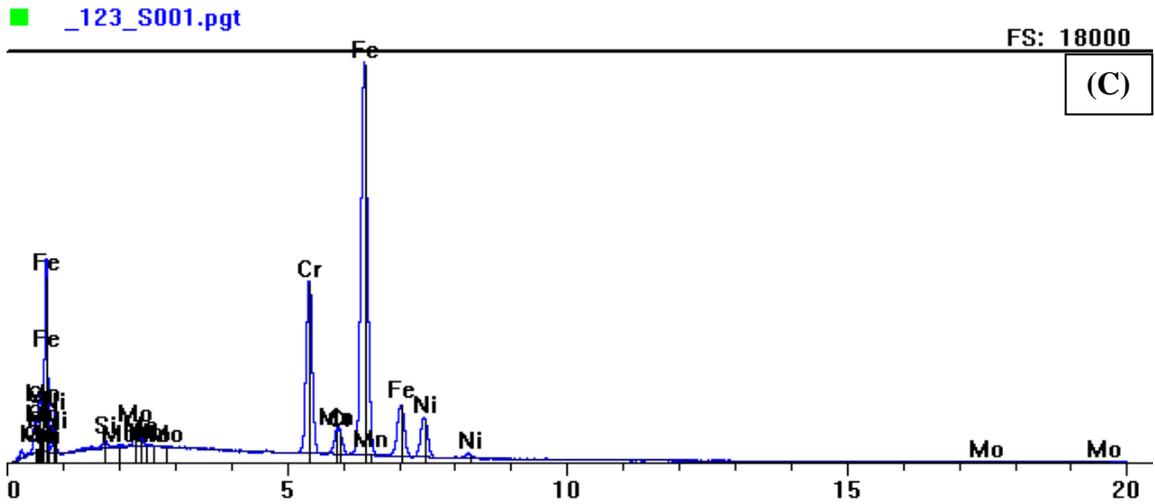
2- Zone II

■ _122_S001.pgt

FS: 16000



3- Zone III



4- Zone IV

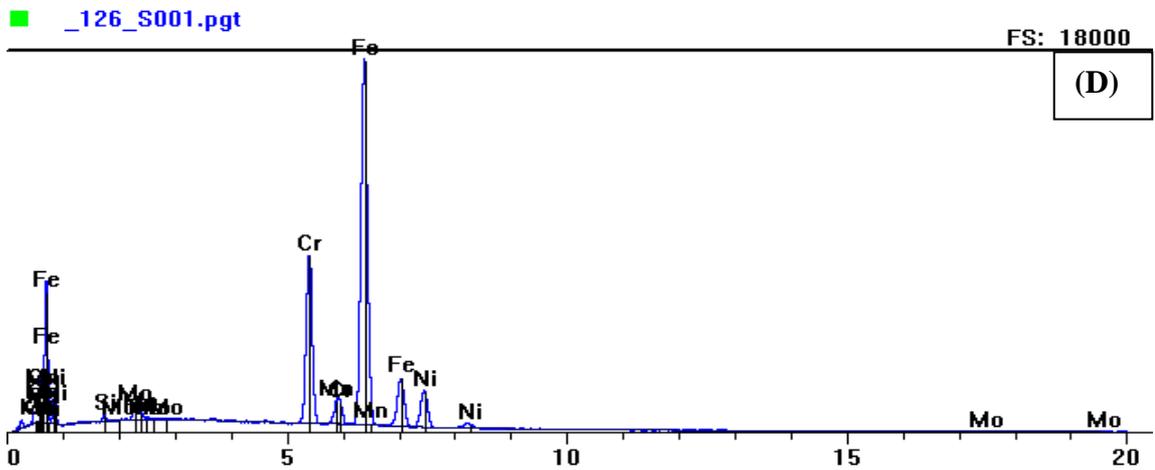


Figure VI.12 : Spectres d'analyse de composition chimique des différentes zones présent dans la zone fondue

(A).zone I, (B) zone II, (c)zone III, (D) zone IV

Tableau VI.1. : Teneur en éléments d'alliages principaux dans La zone fondu

Elément	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn
Zone I	64.00	19.21	9.89	4.83	0.80	1.27
Zone II	66.72	21.83	8.11	1.60	0.12	1.59
Zone III	65.08	18.87	9.76	4.48	0.75	1.06
Zone IV	65.47	19.88	9.58	3.73	0.52	1.07

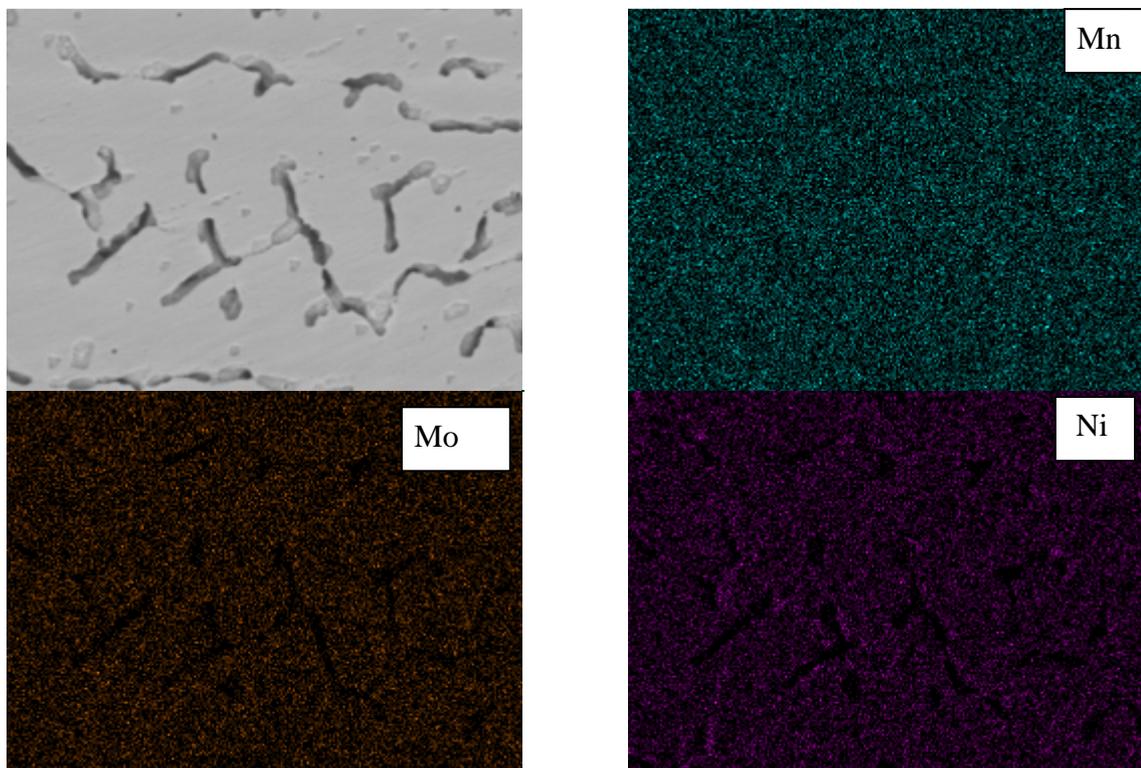
D'après l'analyse de la composition chimique des trois zones (I, II, IV) on constate que ces zones ont presque la même composition que la zone(III) qui est la matrice austénitique car :

La Petite taille des précipités ne permet pas aux spectres de les analyser soigneusement donc elle a révélé la composition de la matrice et non pas les précipités.

VI.1.6. Répartition topographique des éléments présents :

D'après la Cartographie des éléments majeurs dans la zone fondue d'un échantillon traité 1000 h à 700 °C.

Les zones grises sont appauvries en Mo, Ni, Si et Fe. Alors que le Mn et le Cr semblent uniformes dans toute la matrice.



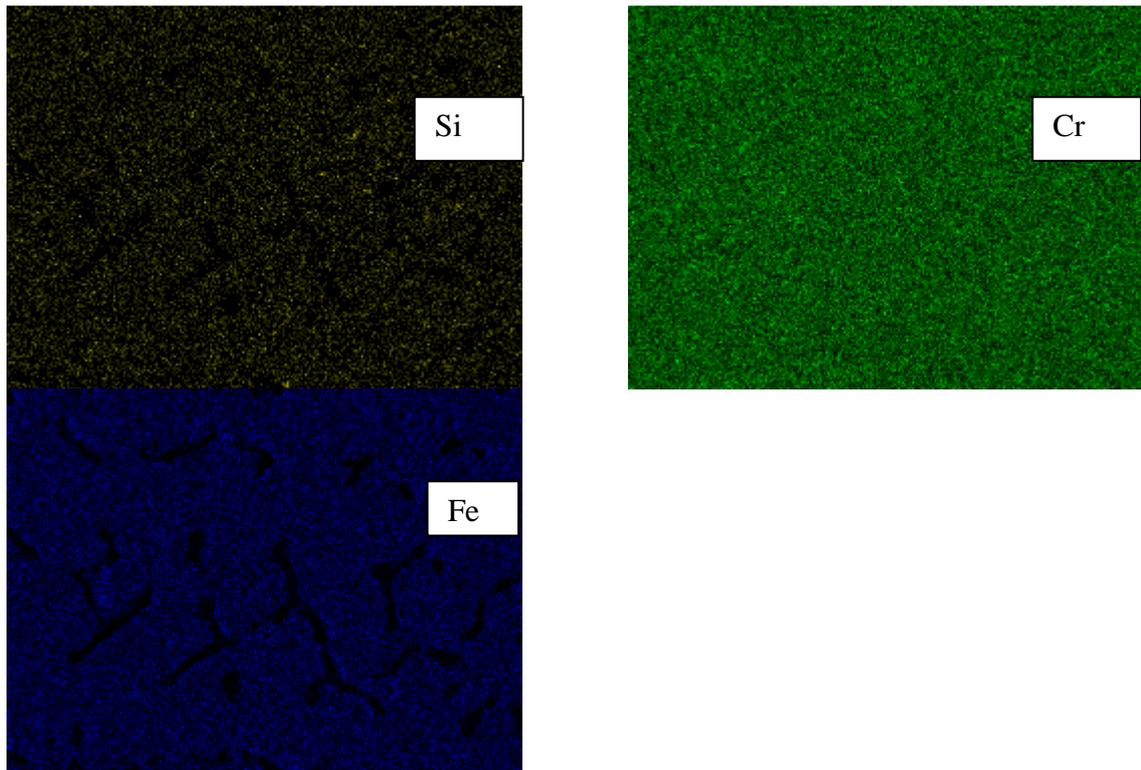


Figure VI.13 : Cartographie des éléments majeurs dans la zone fondue d'un échantillon traité 1000 h à 700 °C.

VI.2. Analyse par diffraction des rayons X :

L'examen au moyen des rayons X du métal de base avant et après traitement thermique nous a permis d'obtenir les spectres de diffraction de la (*Figure V.14*).

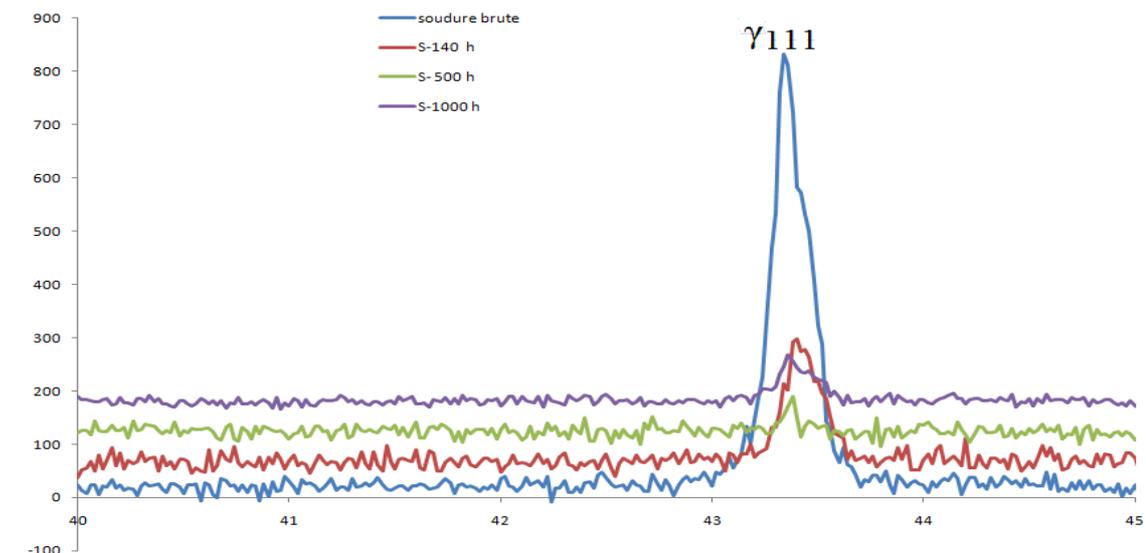


Figure VI.14 : diffractogrammes des RX obtenus dans la zone fondue à différentes durées de maintien

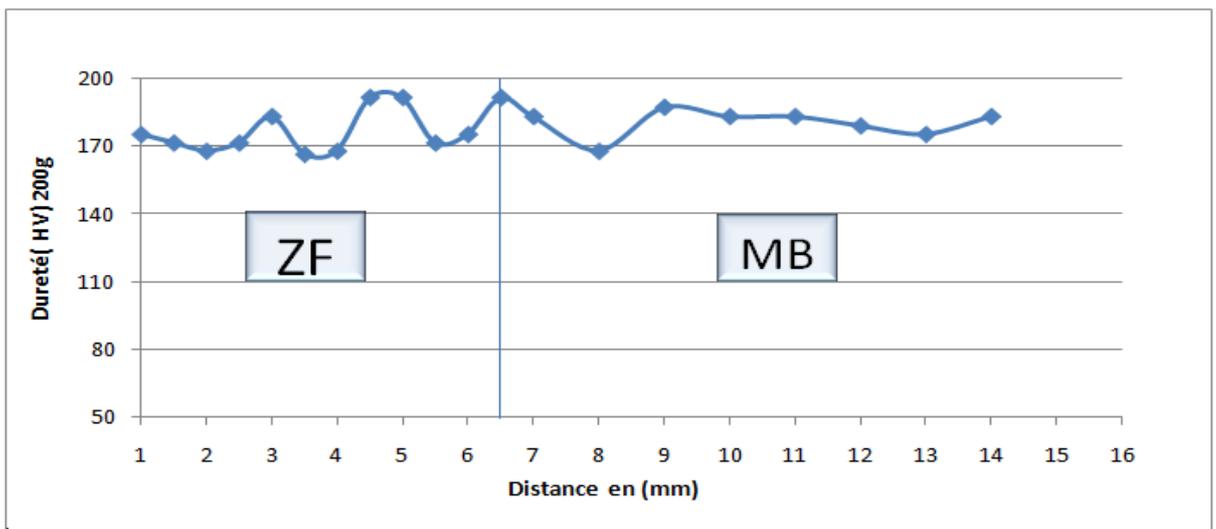
L'état initial du matériau est caractérisé par la présence de pic de la phase γ . De même pour l'échantillon qui a subi 1000 h de traitement. Mais l'intensité de ces pics est élevée dans l'échantillon de référence. Ces modifications sont liées aux changements morphologiques qu'ont subis les grains de la phase austénitique lors du traitement thermique.

VI.3. Influence de la durée du maintien sur la microdureté :

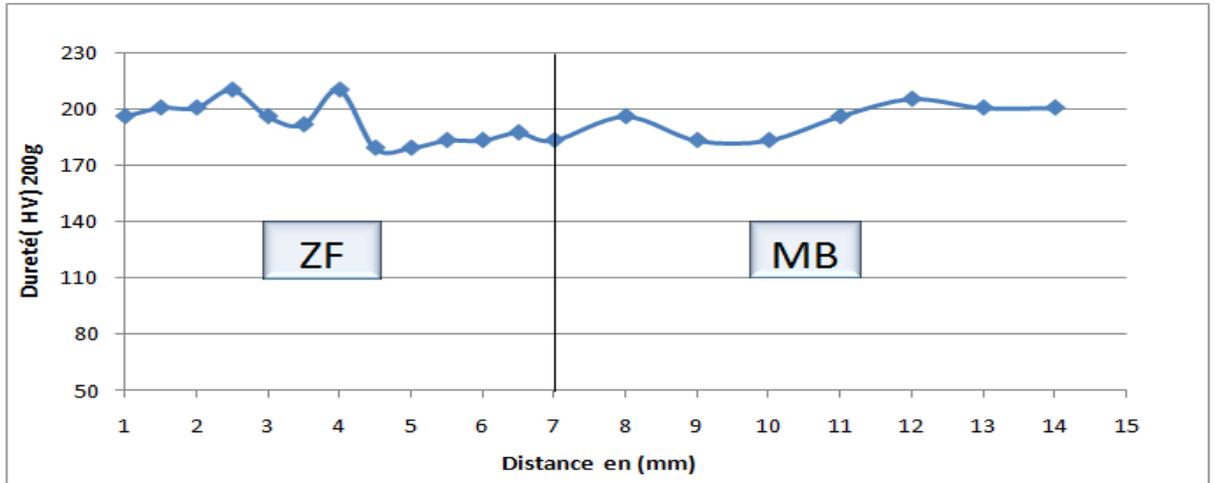
Afin de déterminer l'influence de la durée du maintien sur les propriétés mécaniques, les caractéristiques. Des éprouvettes soudées et traitées ont été comparées en termes de profils de microdureté. Les filiations de microdureté ont été effectuées sur les deux profils (deuxième passe et troisième passe) et en commençant du milieu du cordon de soudure jusqu'au métal de base.

1. La microdureté de l'échantillon brut :

-La deuxième passe

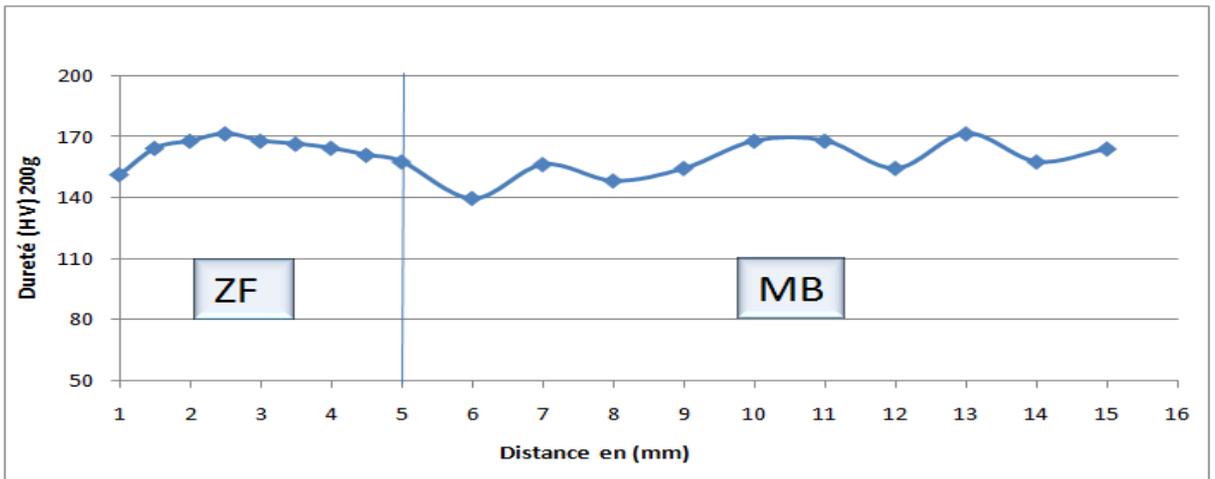


-La troisième passe

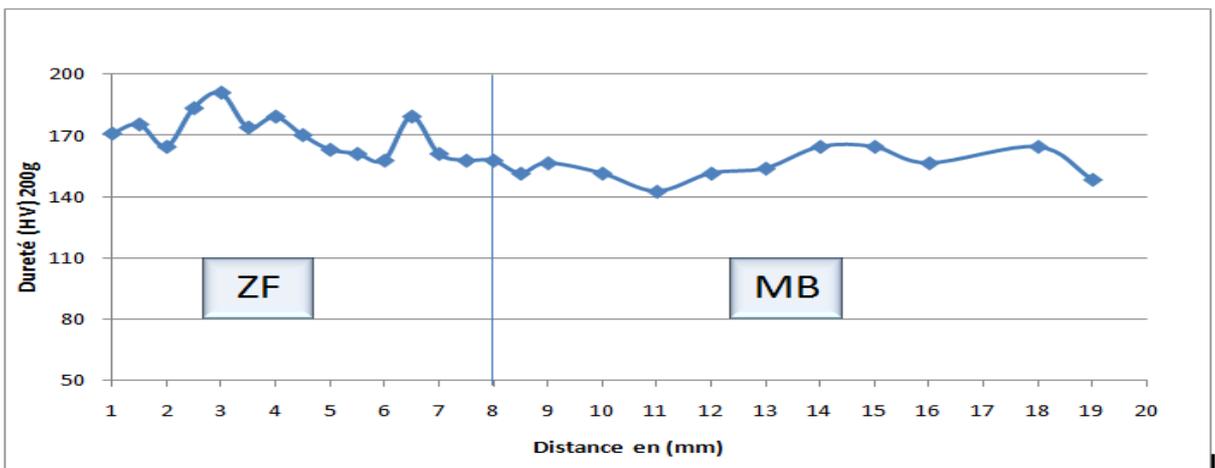


2. La microdureté de l'échantillon de 70h :

-La deuxième passe après 70h

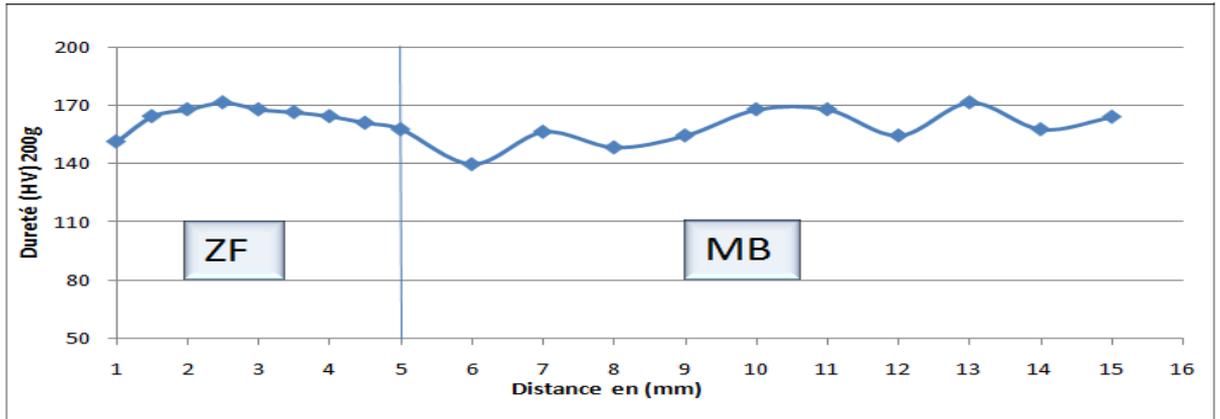


- La troisième passet70h

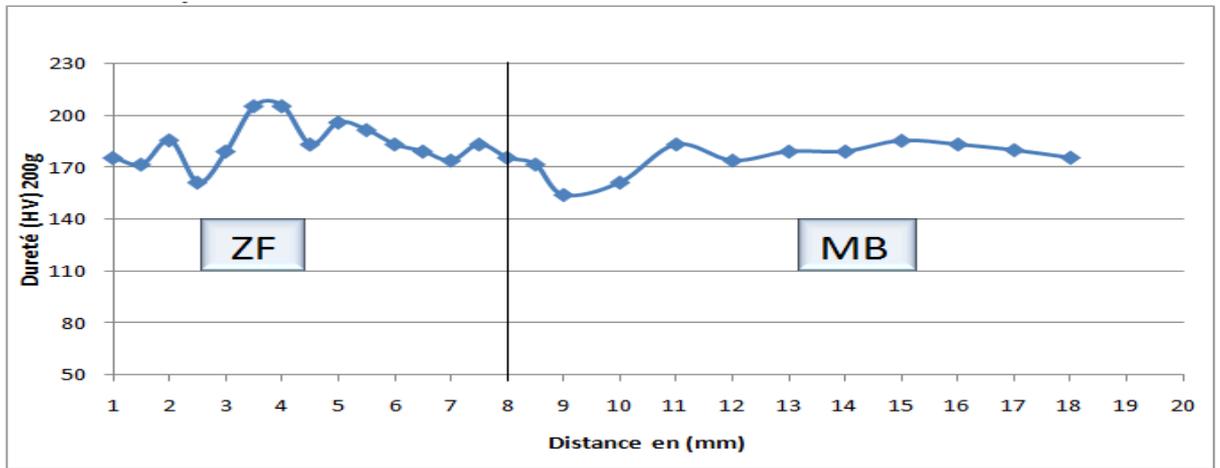


3. La microdureté de l'échantillon de t 140h :

-La deuxième passe :

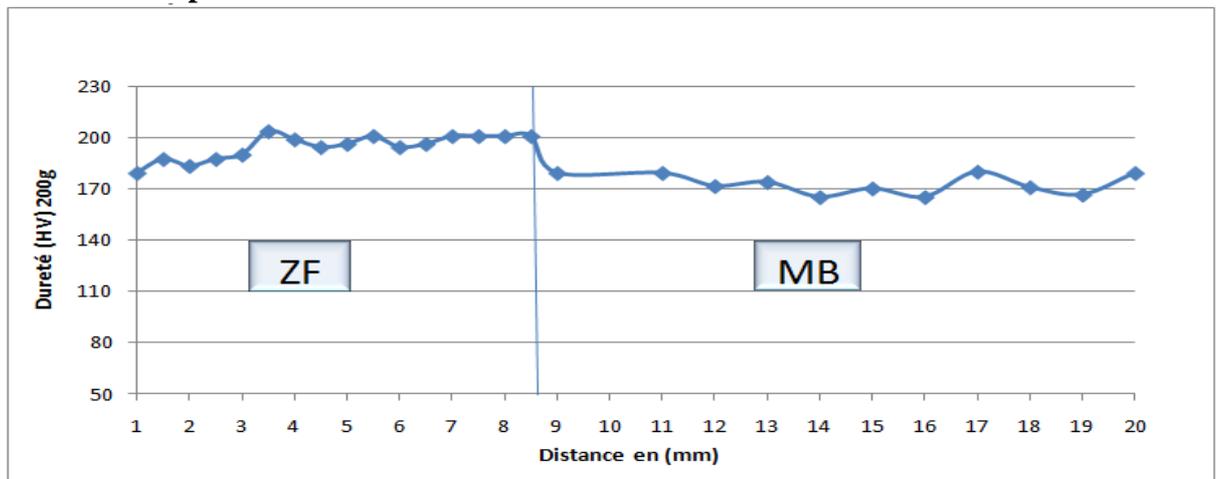


-La troisième passe



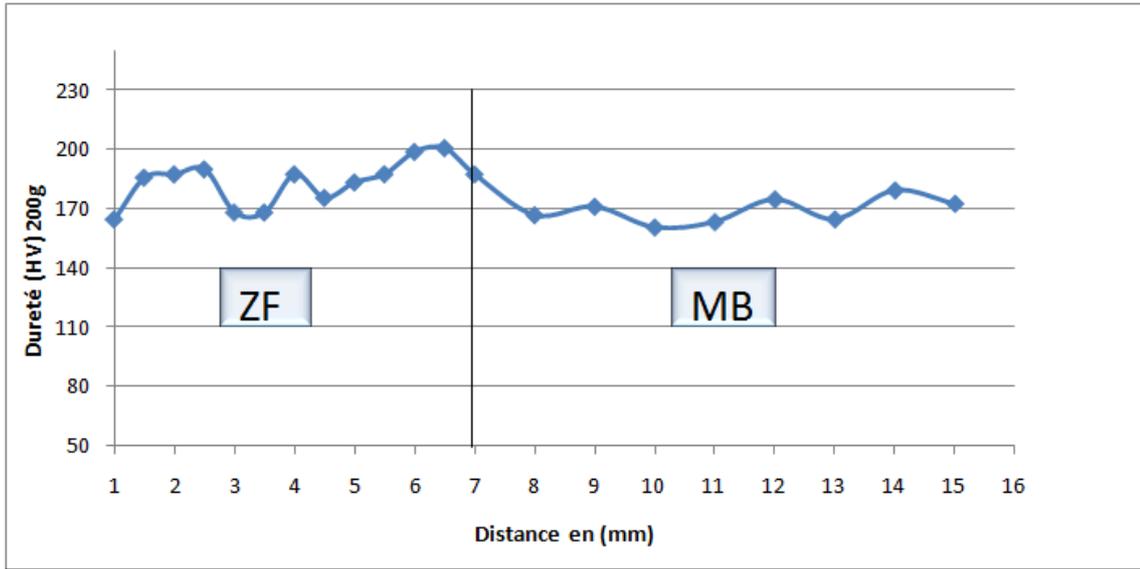
4. La microdureté de l'échantillon de t 288h

-La troisième passe



5. La microdureté de l'échantillon de t 500h

-La deuxième passe



-La troisième passe

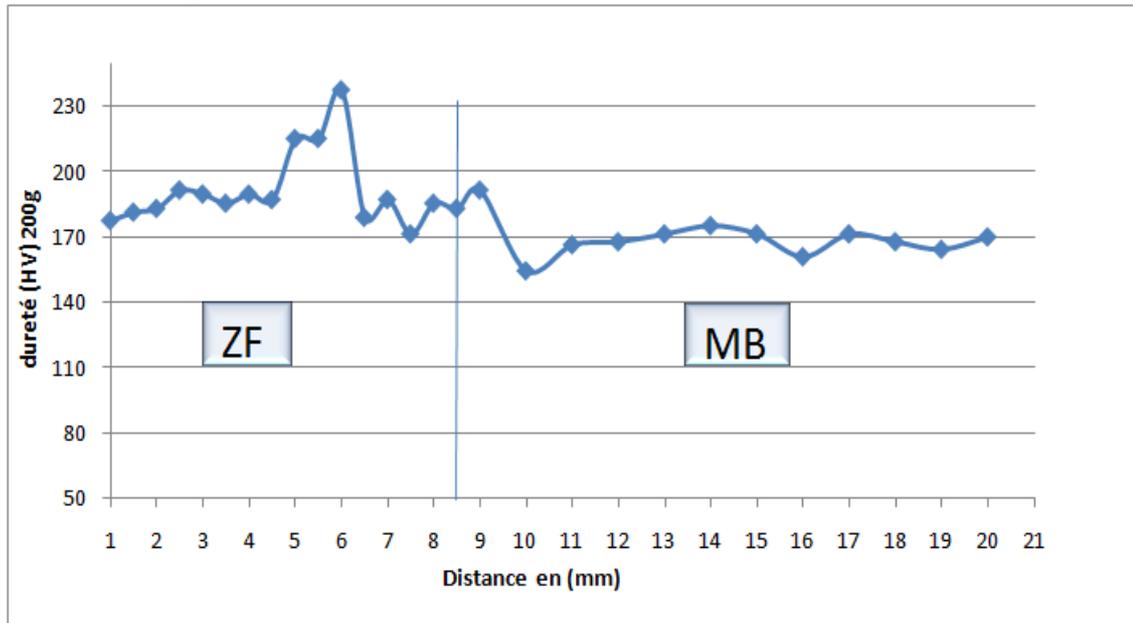


Figure VI.15 : évolution des profils de la microdureté en fonction de la durée du maintien.

Pour l'échantillon de référence, les profils de microdureté présentent des fluctuations au niveau de la zone fondue puis elle commence à diminuer au niveau de la zone de liaison, pour se stabiliser à environ 2 mm de la zone de liaison.

A partir de 70 heures de maintien, on constate un début d'homogénéisation de la microdureté au niveau de la zone fondue et apparition des fluctuations dans la zone du métal de base.

La diminution de la microdureté est sensiblement la même pour tous les échantillons.

A 500 heures il y'a présence d'un pic au niveau de la troisième passe qui a une microdureté élevé et qui peut être un précipité ou une phase intermétallique dure.

VI.3.Évolution de l'énergie de résilience en fonction de la durée du maintien.

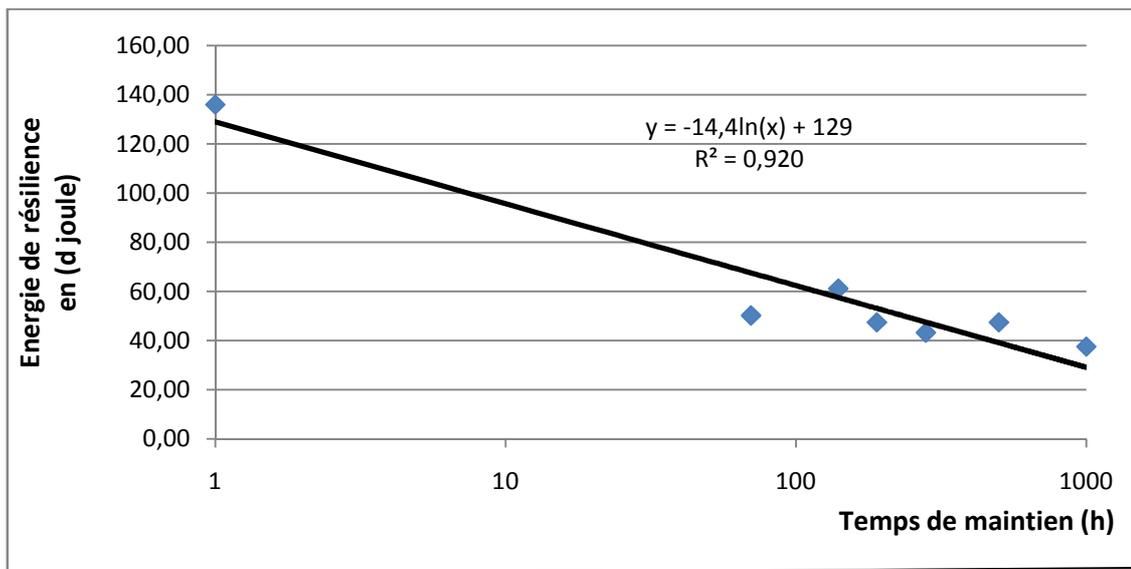


Figure VI.16 : évolution de l'énergie de résilience en fonction de la durée du maintien.

Les résultats montrent que la résilience diminue au cours du vieillissement selon une loi logarithmique : $y = -14,4\ln(x) + 129$.

Nous remarquons que le phénomène de fragilisation due à la formation de précipités et de phases intermétallique affecte fortement la ténacité de notre matériau. Cette fragilisation est la conséquence du durcissement de la matrice par précipitation des carbures et des phases intermétalliques lors du vieillissement thermique.

Comme on peut voir sur le graphe à partir de 70 h on a une chute de la résilience, donc cette durée et le temps d'incubation de précipitation des carbures et des phases intermétalliques.

Conclusion

Dans cette partie, on s'est intéressé à l'étude des caractéristiques structurales (micrographie) et les propriétés mécaniques (mesure de la dureté et résilience) de la soudure en acier inoxydable austénitique 316L à la température de 700 ° C.

Pour cela on lui a fait subir des maintiens à différentes durées pour étudier son évolution au cours du vieillissement.

➤ La micrographie optique :

Montre qu'à partir de 70 heures de maintien on observe un léger changement au niveau de la structure de la ferrite qui a connue un grossissement des grains et des petites taches noirs dans les grains ferritiques. Aussi montre que la ZAT a eu un léger grossissement des grains. Et que à des durés supérieurs à 500 h les taches noirs à l'intérieur des grains ferritiques sont devenus stables et de tailles plus grande. Donc ils peuvent bien être la phase sigma.

➤ La micrographie électronique :

Révèle que pour des durés prolongées de vieillissement on a une présence de précipités de petites tailles dispersées dans la matrice et au voisinage des joints des grains.

➤ L'évolution de la dureté Vickers :

Montre que la qualité de joint soudé est bonne

➤ L'évolution de l'énergie de résilience :

Les résultats montrent que la résilience diminue au cours du vieillissement selon une loi logarithmique : $y = -14,4\ln(x) + 129$.

L'ensemble de cette étude montre que les aciers inoxydables austénitiques 316L soudés soumis à la température de 700 ° C, sont sensibles au phénomène de durcissement causé par la précipitation des carbures et des phases intermétalliques et particulièrement la phase sigma, qui se traduit par la chute de résilience et diminution de la ductilité et la ténacité.

Conclusion générale et perspectives :

L'objectif de ce travail est de montrer l'influence du traitement thermique à 700°C sur la microstructure d'un joint soudé en acier inoxydable austénitique 316L. Pour cela on a suivi un ensemble de caractérisation même au niveau du métal de base afin de mettre en évidence l'évolution structurale et son impact sur les propriétés mécaniques du métal de base et du joint soudé et qui peuvent influencer sur la durée à la tenue en service des assemblages à base de ces aciers.

Pour cela on lui a fait subir des maintiens à différentes durées pour étudier son évolution au cours du vieillissement.

L'ensemble de cette étude montre que les aciers inoxydables austénitiques 316L soumis à la température de 700 ° C, sont sensibles au phénomène de durcissement causé par la précipitation des carbures et des phases intermétalliques et particulièrement la phase sigma, qui se traduit par la chute de résilience et diminution de la ductilité et la ténacité.

En raison du fait que les précipités responsables de la chute de la ténacité et des propriétés physicochimique en général de la soudure n'ont pas pu être identifiés même par microscopie électronique, nous proposons en complément de ce travail de :

- Réaliser des essais de vieillissement à 700 °C pour des durées plus longues afin de compléter la courbe de variation de la résilience.
- Réaliser des analyses à l'EBSD pour mieux visualiser les phases en présence après vieillissement, et particulièrement la phase sigma.
- Réaliser des analyses au MET pour identifier les précipités éventuels formés au début du vieillissement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **Guy. DAVID.** Les aciers inoxydables. Techniques et documentations Lavoisier, Les éditions de physique, 1990.
- [2] **D.T LLEWELLYN & RC MUDD,** Steels Metallurgy & applications, third Edition.
- [3] **Rhône-Alpes** La lettre de l'agence pour la maîtrise des matériaux. Numéro 4-octobre/décembre 2002.
- [4] **Frederick J. Schoen, Jack E. Lemons;** Biomaterial Science; 1996.
- [5] Thèse DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES, "Couches multifonctionnelles par procédé multi technique" Thibaut HAURE, 2003.
- [6] **D.T LLEWELLYN & RC MUDD,** Steels Metallurgy & applications, third Edition.
- [7] **R. Cazes.** "Procédés de soudage : principes généraux et critères de choix" Technique de l'ingénieur, B 7700, (2006).
- [8] **R. BLONDEAU.** "Procédés et applications industrielles du soudage" hermès science Publications. Paris (2001).
- [9] **S. Zohir.** "Influence de la vitesse de refroidissement sur les transformations Structurales d'un acier inoxydable austénitique (304L) traité à hautes températures" ENP (2006).
- [10] **W. CHAPEAU, R. BAUS.** "Application du soudage aux constructions" Editions Sciences et Lettres. (1977).
- [11] **C.W. kovach.** "High performance stainless steel, Technical marketing resources, Inc" Pittsburg. PA, USA.
- [12] **M.CHOI, R. GREIF and M. SALCUDEAN.** "A study of the heat transfer during Arc welding which applications to pure metals or alloys and low or high boiling Temperature materials", Numerical heat transfer, vol.11, PP.477-489, (1987).
- [13] **LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G,** Les aciers inoxydables, Les éditions de Physique, 1990.
- [14] **Collection ATS OTUA :** Conseils pour le soudage des aciers inoxydables.
- [15] **BERTRAND.CHASSIGNOLE :** Influence de la structure métallurgique des soudures en Acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrason / Thèse de doctorat Lyon 2000.
- [16] **Technique de l'ingénieur :** Les aciers inoxydables : critère et choix M 4540.
- [17] **C.W. kovach.** "High performance stainless steel, Technical marketing resources, Inc" Pittsburg. PA, USA.
- [18]. **B. LE BOURGEOIS.** "Soudage à l'arc, tome 3" édition Eyrolles. (1989).
- [19]. **R. Le gouic.** "Précis de soudage brassage et techniques connexes" Eyrolles. (1978).
- [20] **P. Lacombe, B. Baroux.** Conséquence sur les traitements thermiques dans les aciers inoxydables, 1990.
- [21] **J. Barralis, G. Mader.** Précis de Métallurgie, élaboration, structures- propriétés et normalisation.
- [22] **V. Calonne.** Propagation de fissure par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés: Influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 Juillet 2001.
- [23] **J -C Le Roux.** Étude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'un acier inoxydable austéno-ferritique moulé, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale, Paris, 1999.
- [24] **Marilyne Cornen** Mobilité des joints de grains en cours de recristallisation : influence de la désorientation et du maclage, René Le Gall, MATERIAUX 2006 13-17 Novembre 2006.
- [25] **KRIAÂ .A, HAMDI. N, SIDHOM. H,** Assessment of Intergranular Corrosion of Heat Treated Austenitic Stainless Steel (AISI 316L Grade) by Electron Microscopy and

Electrochemical Tests, PROTECTION OF METALS, Vol. 44 (2008), No. 5, pp. 506–513.

[26] P. J. CUNAT. Aciers inoxydables : Propriétés. Résistance à la corrosion. Techniques de l'Ingénieur. M4540. Traité Des Matériaux. p 1-17. 2005.