



REPUBLIQUE ALERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère De L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de Magister en Métallurgie

Étudié par : K. REHOUMA

Sous la direction de M. BOUABDALLAH

Thème :

INFLUENCE DU TRAITEMENT DE HAUTE TEMPERATURE SUR LE COMPORTEMENT STRUCTURAL DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE 304 L SOUDE

Devant le Jury

- Président : Amar BENCHAAALA Professeur (USTHB)
Rapporteur : Mabrouk BOUABDALLAH Maître de Conférences (ENP)
Examineurs : Fatah HELLAL Maître de Conférences (ENP)
Nadia KECHOUD Chargée de Cours (ENP)
Abdelmadjid KASSER Chargé de Cours (ENP)
Invités : Mhamed MAOUCHE Chef de Service Contrôle (GTP)
Mustapha BELKADI Chef de Service R.X. (CRD)
Choukri DERDER Docteur Institut Max Plank (Allemagne)

Novembre 2002

Remerciements

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et ma reconnaissance à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. notamment :

Monsieur le Professeur A. BENCHAALA directeur du Centre de Recherche scientifique et Technique en Soudage et Contrôle Non Destructif à CHERAGA, qui non seulement m'a fait l'honneur d'accepter de participer au jury et de le présider, mais a eu en outre la gentillesse de s'intéresser de très près à ce travail.

Monsieur le docteur M. BOUABDALLAH maître de conférence à l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP) d'EL-HARRACH, qui a assuré la direction de ce travail avec lucidité, ses remarques nombreuses et détaillées qu'il a formulé ont grandement contribué, en mettant en lumière un certain nombre de questions susceptibles d'améliorer et donner une forme achevée à ce travail.

Monsieur A. DJEGHLLAL Chef de Département Métallurgie à l'ENP d'EL-HARRACH pour toute l'aide matérielle et morale qu'il m'a apporté depuis que j'ai réintégré le département.

Monsieur le docteur F.HELLAL maître de conférence à l'ENP d'EL-HARRACH qui a bien voulu faire partie du jury, et à qui je dois une reconnaissance toute particulière pour l'aide qu'il m'a apporté quant à la caractérisation par analyse d'image.

Monsieur A.KASSER chargé de cours au département de Métallurgie à l'ENP d'EL-HARRACH qui non seulement a accepté de faire partie du jury mais a accepté aussi et avec gentillesse de corriger mon résumé de mémoire en version anglaise.

Mme N.KECHOUD chargée de cours au département Métallurgie à l'ENP qui a accepté de faire partie du jury et je saisi cette occasion pour lui dire combien j'ai apprécié son cour sur les propriétés physiques des matériaux qu'elle a donné avec sérieux et compétence.

Monsieur K.ABADLI chargé de cours au département de métallurgie à l'ENP d'EL-HARRACH avec lequel j'ai eu plusieurs discussions fructueuses concernant les aciers inoxydables et la richesse de ses connaissances sur la question dont il m'a fait profit.

Monsieur K.TAMOURT BIR chef de département technique à GTP de REGHAIA ainsi que Monsieur M.MAUCHE chef de service contrôle et Monsieur C.TEBIB ingénieur principal dans le même service et à travers eux toute la direction générale de cette entreprise et son personnel qui m'ont accueilli dans leur laboratoire pour y réaliser le soudage et les essais mécanique et qui n'ont pas hésité à mettre tous les moyens matériels à ma disposition.

Monsieur M.BELKADI chef de service RX au Centre de Recherche et Développement de SONATRACH de BOUMERDES ainsi que Mme K. GUELLIL ingénieur analyste, pour leur gentillesse et leur disponibilité durant mon passage chez eux .

Monsieur R.CHENNOU ingénieur spécialisé au laboratoire de traitement thermique et métallurgie à la SNVI de ROUBA pour toute l'aide qu'il m'a apporté quant à la réalisation de certaines analyses chimiques.

Monsieur A.BADIDI BOUDA chef du laboratoire de caractérisation ultrasonore du CSC de CHERAGA ainsi qu'à tout le personnel du laboratoire plus particulièrement monsieur R.LOUNI chercheur associé

et enseignant à l'université de BAB-EZOUAR pour son sérieux et précieux travail.

Monsieur A.OULBSIR qui a effectué le contrôle aux RX des tubes soudés au niveau du tomographe.

Je remercie également tout le personnel de l'atelier d'usinage du CSC de CHERAGA.

Enfin, je remercie tous mes collègues du laboratoire de Métallurgie/Défectologie pour l'aide morale qu'ils m'ont apporté durant ces deux années de Magister.



ان الصناعات البتروكيمياوية تستعمل عادة هياكل مركبة من الفولاذ الغير المتلف. ضمن مجموعة هذه المواد نذكر الفولاذ (304 L) ، لافيريت دلتا تلعب دورا هاما في ضعف هذه الهياكل المركبة . في إطار هذه الدراسة ، نعرض مجموعة النتائج الخاصة بكمية لافيريت دلتا بالنسبة للأستينيت المحصل عليها بعد تسخين إلى درجة حرارة عالية و خلال فترات زمن متوالية . نعرض كذلك نتائج دراسة مقارنة لتشخيص ملاحم مركبة من هذا الفولاذ (304 L) ، حيث أستوصل أحدهما من أنبوب سخن مسبقا إلى درجة حرارة عالية .
التقنيات المستعملة هي : الميتالوغرافية النوعية ، التشخيص عن طريق الأشعة السينية ، ومعايير الصلابة.

هذه النتائج تظهر ان كمية لافيريت دلتا قليلة التغير خلال التسعين دقيقة الأولى . بعدها ، وخلال مدة أطول ، تزداد كمية لافيريت . و بالموازات ، فإن كبر حبيبات الأستينيت خلال التسخين تؤدي إلى ضعف معتبر في صلابة هذا المعدن. بعد التلحيم و بصفة عامة فإن الميزات الميكانيكية للمعدن ترتفع .

Abstract :

The petrochemical industry, often uses austenitic stainless steel welded elements. In 304L grade, delta ferrite plays an important role in the brittleness of welded structures. In this work we present the results of austenite-Ferrite proportions obtained after heat treatment at high temperature and various time ranges. Also, we present here the results obtained from a comparative study of two welds of the same steel whose one of them was taken from a pipe which had undergone a high temperature treatment for a long dwell time. The techniques used for analysis were qualitative metallography, image analysis, x-ray diffraction, and hardness tests. The results show that the delta ferrite proportion evolves slowly with time up to 90mn. However, beyond that time an additional fraction of delta ferrite is observed. Consequently, due to high temperature, an increase in grain size of austenite is observed leading to a sharp decrease in hardness of the material. But, in general after welding, the mechanical properties of the material were slightly improved.

Key words: austenitic stainless steel 304L, welding, delta ferrite, Interface energy, grain boundary movement, characterization.

Résumé :

L'industrie pétrochimique utilise souvent des assemblages d'éléments en acier inoxydable austénitique. Dans les nuances du type 304L, la ferrite delta joue un rôle important dans la fragilité des éléments soudés. Dans ce travail nous présentons les résultats des analyses de proportion de phase austénite - ferrite obtenue après traitement de haute température pendant des durées échelonnées. Nous présentons aussi les résultats d'une étude comparative des caractéristiques de deux joints soudés du même acier dont l'un est prélevé d'un tube traité préalablement à haute température avec une longue durée de maintien. Les techniques utilisées sont la métallographie qualitative, l'analyse par traitement d'image, l'analyse par diffraction des RX, et les mesures de dureté. Les résultats montrent que la proportion de ferrite delta évolue peu durant des durées allant jusqu'à 90 mn. Cependant, une durée plus longue entraîne l'apparition d'un taux supplémentaire de ferrite. Parallèlement, le grossissement du grain austénitique durant le traitement entraîne une diminution appréciable de la dureté de ce matériau. Après soudage, les propriétés mécaniques augmentent en générale.

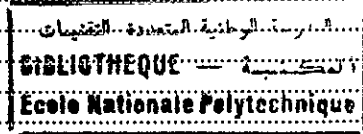
Mots clés : acier inoxydable austénitique 304 L ; soudage, ferrite delta ; énergie d'interface ; migration des joints de grains, caractérisation.

SOMMAIRE



INTRODUCTION GENERALE.....	4
PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	4
<u>I. PROPRIÉTÉS GÉNÉRALES DES ACIERS INOXYDABLES.....</u>	4
<u>INTRODUCTION.....</u>	5
<u>1. ROLES DES ELEMENTS D'ADDITION SUR LES PROPRIETES DES ACIERS INOXYDABLES.....</u>	6
<u>2. TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES</u>	8
2.1- Choix de la température et de la durée de traitement.....	8
2.2- Structure au refroidissement lent:.....	8
2.3- Traitement d'hypertrempe :.....	8
2.4-Traitement anti - ferrite des nuances austénitiques.....	9
2.5-Traitements thermiques particuliers appliqués aux aciers inoxydables austénitiques	10
2.5.1- traitement de relaxation	10
2.5.2- Traitement d'optimisation des caractéristiques de fluage.....	10
<u>CONCLUSION :.....</u>	11
<u>II MÉCANISMES DE GROSSISSEMENT DES GRAINS.....</u>	12
<u>INTRODUCTION.....</u>	12
<u>I- MIGRATION DES JOINTS DE GRAINS.....</u>	12
1.1- Energie et structure du joint.....	12
1.2- Vitesse de déplacement d'un joint de grain.....	13
<u>2- CINETIQUE DE GROSSISSEMENT DES GRAINS.....</u>	15
2.1-Paramètre d'équivalence température - temps:	15
2.2-Evolution de la taille moyenne des grains:	16
<u>III. MÉTALLURGIE DE SOUDAGE</u>	18
<u>INTRODUCTION :</u>	18
<u>1 - SOLIDIFICATION DANS LES SOUDURES EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE</u>	18
1.1- Structures de solidification :	18
1.2- Influence de la vitesse de soudage sur la vitesse de solidification:.....	20
1.3- Modes de solidification :	21
1.3.1. influence de la vitesse du front de solidification sur le mode de solidification primaire des aciers inoxydables	22
1.3.2 Influence du rapport C_{req}/N_{req}	24
1.4 - Effets des éléments d'addition	25
<u>3. CONSEQUENCES METALLURGIQUES DES CYCLES THERMIQUES DE SOUDAGE:.....</u>	25
3.1- Précipitation de carbures :	25
3.2 - Fissuration à chaud :	27
3.3 - Les composés intermétalliques :	28
<u>CONCLUSION</u>	29
<u>PARTIE II : MATÉRIAU ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES.....</u>	30
<u>1. MATÉRIAU ET TRAITEMENTS APPLIQUÉS.....</u>	31
1.1. Identification du matériau brut de réception	31
1.2. Traitements thermiques.....	32
1.2 Soudage des tubes	33
1.2.1 Description du procédé utilisé.....	33
1.2.3 Déroulement de l'opération de soudage	34
1.2.4 Paramètres de soudage:.....	35
1.3 - Calcul des paramètres de soudage	35
1.3.1 Calcul de la vitesse de soudage:.....	35
1.3.2 Calcul de l'énergie de soudage:	36
1.3.3 Calcul de la température de soudage:	37
<u>2. METHODE DE CARACTERISATION STRUCTURALE.....</u>	40

2.1 Caractérisation des échantillons traités thermiquement	40
2.1.1- Observation micrographique	40
2.1.2 Mesure de la taille moyenne des grains	40
2.1.3 Mesure de la dureté Vickers	41
2.2. Diffraction des RX par les structures cristallines	41
2.2.1 principe	41
2.2.2 Principe de la mesure de la taille moyenne de cristaux	42
2.2.3 Principe de mesure de l'intensité diffractée	43
2.2.4 Dépouillement des diffractogrammes	43
2.3 Méthode de caractérisation par ondes ultrasonores	46
2.3.1 Principe	46
2.3.2 Atténuation	47
2.3.3 Impédance acoustique :	48
2.3.4 Mesure de l'atténuation	48
2.4 Caractérisation des soudures des tubes	51
2.4.1 Macrographie	51
2.4.2 Micrographie:	51
2.4.3 Essais mécaniques	52
<i>PARTIE III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS</i>	53
<i>1. EVOLUTION DE LA TAILLE DES GRAINS</i>	54
1.1 Observations micrographiques	54
1.2 Mesure de la taille des grains par analyse d'image	54
1.3. Mesure de la taille des grains par diffraction des RX	55
1.4 Influence du grossissement des grains sur la dureté du matériau	56
1.5 Conclusions	56
<i>2. INFLUENCE SUR LES TRANSFORMATIONS STRUCTURALES</i>	57
2.1 Effets sur la forme des pics de diffraction	57
2.2 Evolution du taux de ferrite	59
<i>3. EVOLUTION DE L'ATTÉNUATION ULTRASONORE</i>	59
<i>2. CARACTÉRISATION DES JOINTS SOUDÉS</i>	61
2.1 Macrographie	61
2.2 Micrographie	61
2.3 Profil de dureté Vickers	64
2.4 Essais mécaniques	65
<i>CONCLUSION GÉNÉRALE</i>	66
<i>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES</i>	67
<i>ANNEXES</i>	69



INTRODUCTION GENERALE

Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet de recherche intitulé "Influence des paramètres de soudage sur les caractéristiques d'une soudure". Ce projet fait partie du programme de recherche du laboratoire de métallurgie /Défectologie du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle non destructif de Chéraga à Alger.

Jusqu'à présent, et dans le cadre de ce projet, nous avons étudié l'influence de l'épaisseur soudée ainsi que l'énergie de soudage et le préchauffage sur les caractéristique d'une soudure (zone fondue, zone affectée thermiquement). Ces études ont été faites sur des aciers ordinaires.

Les aciers inoxydables et plus particulièrement les austénitiques prennent une place très importante dans la construction métallique. Ils sont largement utilisés dans l'industrie chimique, dans la pétrochimie, le nucléaire, la médecine; dans l'alimentaire, l'agro-alimentaire et dans la chaudronnerie lourde.

Utilisés souvent comme tuyauterie dans le transport de fluides (eau ou gaz) à haute température et sous de forte pression, ces aciers présentent une bonne résistance à la corrosion et de bonnes caractéristiques mécaniques.

Actuellement, et dans le cadre de ce mémoire, nous nous sommes intéressés d'une part aux problèmes posés par le soudage de ces aciers et d'autre part, à l'influence du grossissement du grain austénitique sur les caractéristiques de la soudure.

Nous avons soudé des tubes destinés au transport . Ces tubes sont d'une nuance austénitique du type AISI 304L. Ils sont d'un diamètre de 50.08mm (deux pouces) et d'une épaisseur de quatre mm. Pour nous permettre une bonne connaissance de cette influence, nous avons jugé utile de voir la cinétique de ce grossissement de grains. Pour cela, un certains nombre de traitements thermiques ont été réalisés. Nous avons fixé la température de ce traitement à 1050°C avec différents temps de maintien.

Par ailleurs, un des tubes à souder était traité préalablement à cette température pendant quatre heures avant d'être soudé.

Dans la première partie de ce document, nous exposons l'étude bibliographique menée dans le cadre de ce mémoire. En effet, jusqu'à présent, plusieurs études sont faites sur les problèmes liés au soudage de ces aciers. Plusieurs d'entre elles, concernent les phénomènes de corrosion de ces aciers une fois soudés. Peu d'études ont été consacrées au grossissement du grain austénitique dans ces aciers.

Dans la deuxième partie de ce document, nous décrivons les procédures expérimentales utilisées dans le cadre de ce travail.

Dans la troisième partie, nous présentons et analysons les résultats des différentes investigations effectuées sur les échantillons traités thermiquement et ceux prélevés sur les deux cordons de soudures.

Enfin, nous clôturons ce document par une conclusion générale suivie d'une annexe.

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. PROPRIETES GENERALES DES ACIERS INOXYDABLES

INTRODUCTION

Les aciers inoxydables sont tout d'abord des aciers, c'est à dire qu'ils sont composés principalement de Fer. Ensuite ils sont inoxydables par la présence du chrome (Cr) (voir fig.1). L'inoxidabilité est assurée par une proportion de chrome importante (supérieure à 10.5 %). Bien que le chrome soit facilement oxydable à l'air, il protège la surface de l'acier à l'aide d'une couche dite de passivité. Cette couche est constituée d'oxydes durs et résistants. Ils font écran entre le métal et l'atmosphère et le protègent contre les attaques de celle-ci. Malheureusement dès que l'on s'écarte de la corrosion atmosphérique ils devient nécessaire d'ajouter à l'acier d'autres éléments tels que: Ni, Mo, Cu, Si, etc. Ces éléments d'alliages se répartissent en deux catégories: ceux qui stabilisent le Fer α (éléments alphagènes) et ceux qui stabilisent le Fer γ (éléments gammagènes) (voir fig.2). Le choix de ces éléments détermine l'état structural final. C'est cet état structural, qui détermine, dans une certaine mesure, les propriétés mécaniques, physiques et la résistance à la corrosion. Par ailleurs, un traitement thermique judicieux, permet à la structure de retrouver ses caractéristiques mécaniques optimales.

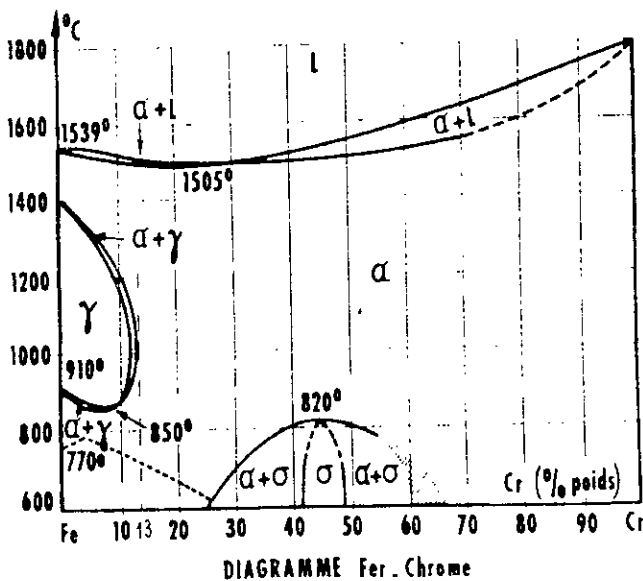


Fig. 1 : Diagramme binaire Fe - Cr [1]

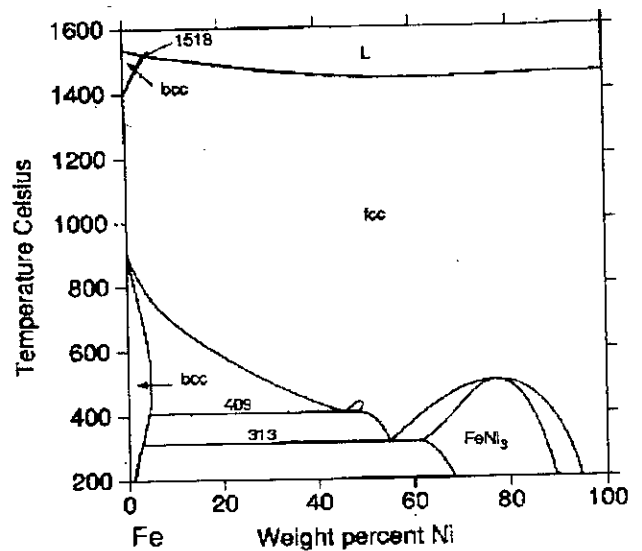


Fig. 2 : Diagramme binaire Fe - Ni [1]

Les principales familles d'aciers inoxydables (voir fig.3) [1] possèdent, en fonction de leur composition chimique un comportement particulier tant dans la mise en œuvre (formage en particulier) que dans le soudage. Chacune de ces familles a des applications bien déterminées. Elles se complètent les unes les autres pour recouvrir des applications très diverses de résistance à différents types et formes de corrosion. Les nuances austénitiques cristallisant dans le cubique à face centrées (c.f.c.), présentent l'avantage d'une ductilité remarquable et d'une très bonne soudabilité; ce qui leur a permis un grand développement industriel surtout en chaudronnerie lourde. Ils trouvent des applications diverses dans l'industrie chimique, pharmaceutique, pétrochimique etc.... Les constructions soudées de ces aciers peuvent présenter des défauts après soudage (fissuration après solidification) et une faiblesse aux attaques préférentielles de

corrosion par piqûres [2]. C'est pourquoi le choix des métaux d'apport devrait être judicieux afin d'obtenir un cordon de composition analogue au métal de base. Cette même catégorie des austénitiques possède une bonne soudabilité du fait que le choix de la composition du métal d'apport peut être contrôlée afin de produire une certaine teneur en ferrite delta. Ceci pour prévenir la fissuration à chaud durant la solidification.

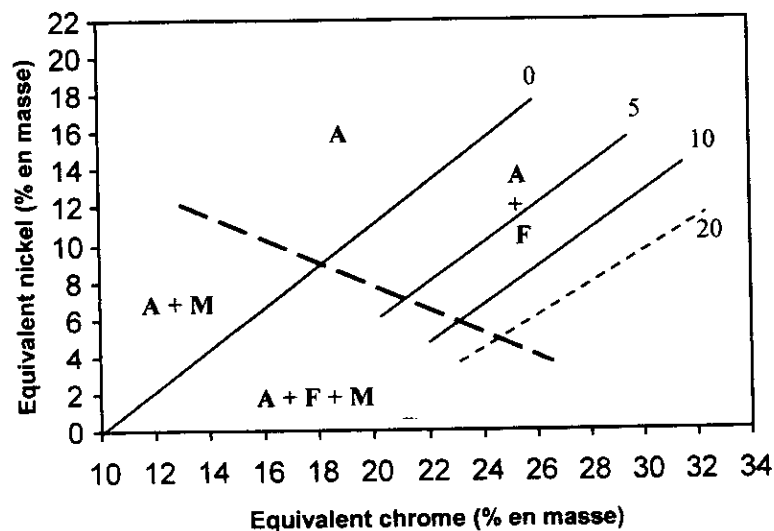


Fig.3 : Diagramme de PRYCE et ANDREWS [1]

1. ROLES DES ELEMENTS D'ADDITION SUR LES PROPRIETES DES ACIERS INOXYDABLES [3]

Chaque élément d'addition allié au fer peut soit jouer un rôle particulier sur les caractéristiques générales, soit un rôle commun lorsque plusieurs éléments d'addition sont présents dans la composition finale. Le rôle particulier des principaux éléments additionnés à un acier peut se résumer comme suit :

- Le chrome (Cr) : C'est un élément stabilisateur du Fer α . Il est carburigène. Il est la cause de la passivation de l'acier et constitue, au delà de 12% l'élément d'alliage essentiel des aciers inoxydables.
- Le molybdène (Mo) : C'est un élément alphasé. Il améliore la résistance à la corrosion des aciers inoxydables en milieux réducteurs. En présence d'ions halogènes, il améliore en particulier la résistance à la corrosion par piqûres. De plus, il augmente la résistance mécanique à chaud.
- Le silicium (Si) : C'est un élément également alphasé. Il améliore la résistance à l'oxydation à chaud.
- Le vanadium (V) : Élément alphasé, il élève la résistance mécanique à chaud.
- Le titane (Ti) : Élément alphasé, il se combine (dans les aciers ferritiques et austénitiques) avec le carbone pour former un carbure de titane dont l'existence rend l'acier insensible à la corrosion intercrystalline.
- Le niobium (Nb) : C'est un élément alphasé. Il se combine également avec le carbone et s'oppose à la corrosion intergranulaire.
- Le nickel (Ni) : C'est un élément gammagène. Il est l'élément principal avec le chrome dans les aciers inoxydables austénitiques. Il améliore la résistance à la corrosion et renforce en particulier la résistance à la corrosion sous tension.

- Le manganèse (Mn) : Élément gammagène, il rend difficile la transformation de l'austénite en martensite α dans les aciers Cr - Ni et lors de sollicitations mécaniques aux basses températures.
- Le carbone (C) : Il stabilise le fer γ . C'est l'élément essentiel non métallique de tous les aciers. Pour des raisons de corrosion chimique la teneur en C est dans la plupart des cas maintenue très basse.
- L'azote (N) : Stabilisateur d'austénite, il agit comme le carbone. Dans les aciers austénitiques, il accroît les caractéristiques mécaniques sans compromettre les valeurs de la ténacité.
- Le cuivre (Cu) : Il est additionné aux aciers austénitiques dans des cas particuliers pour améliorer la résistance à la corrosion ou pour accroître l'aptitude à la frappe à froid.
- Le soufre (S) : Il améliore l'usinabilité par enlèvement de copeaux, l'augmentation de sa teneur remet en cause la résistance à la corrosion.

Les aciers inoxydables se divisent selon leur structure correspondante en :

- Aciers martensitiques : Ces aciers contiennent à la base uniquement du fer et du carbone avec une addition de chrome dont la quantité est liée à la quantité du carbone. Ces teneurs sont : Cr (12 à 18 %), Ni (jusqu'à 7 %), C (0.05 à 1.2 %), Mo (jusqu'à 3 %)[4] .
- Aciers ferritiques : Ces aciers contiennent à la base uniquement du fer et du carbone avec une addition de chrome en quantité supérieure à celle contenue dans les nuances martensitiques. Les teneurs des principaux éléments d'addition sont les suivantes: Cr (13 à 30 %), C (<0.10%).
- Aciers austéno-ferritiques: Ces aciers contiennent à la base du fer et du carbone avec des additions de chrome et de nickel dont les quantités sont déterminées pour obtenir un taux de ferrite situé aux environs de 50%. Les teneurs des éléments d'addition sont : Cr (22 à 27 %), Ni (4 à 8 %).
- Aciers austénitiques: Ces aciers contiennent à la base du fer, du carbone avec des additions de chrome et de nickel dont les quantités sont déterminées pour obtenir un acier totalement austénitique. Les teneurs des éléments d'addition sont : Cr (18 à 20%), Ni (8 à 10%), C (une valeur moyenne de 0.06%). Ces aciers peuvent contenir une faible teneur en ferrite, qui peut atteindre dans le métal déposé par soudage notamment 8 à 10%, exceptionnellement 15%. Ils se classent en (04) groupes:
 - ✓ Aciers austénitiques en dessous de 400 à 500°C (hors fluage).
 - ✓ Aciers austénitiques résistants mécaniquement aux températures élevées jusqu'à 650°C ÷ 700°C selon les nuances.
 - ✓ Aciers austénitiques réfractaires.
 - ✓ Aciers austénitiques résistants à des attaques corrosives sévères.

Ces aciers possèdent des caractéristiques mécaniques différentes de celles des autres aciers inoxydables. Ils n'ont pas de limite élastique bien définie. Leurs allongement à la rupture sont très importants. Leurs résiliences sont excellentes. Elles ne présentent jamais de caractère de rupture fragile. Le fluage est à prendre en compte à partir de 450 à 500°C selon les nuances.

2. TRAITEMENTS THERMIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES [4]

2.1- Choix de la température et de la durée de traitement

Le maintien à haute température conduit à une solution solide homogène (remise en solution de la totalité des carbures, carbonitrides ou phases intermétalliques). Cette opération élimine aussi l'écroûissage et les contraintes résiduelles antérieures. La valeur maximale de la fourchette de température pour ce traitement est limitée pour plusieurs raisons:

- D'une part des maintiens prolongés à hautes températures peuvent entraîner un grossissement exagéré des grains austénitiques.
- D'autre part, les diagrammes d'équilibre Fer - Cr - Ni montrent qu'une phase ferritique δ peut apparaître à haute température (phase qui sera conservée après trempe rapide).

La valeur minimale de la fourchette de température pour ce traitement est fixée par la nécessité de remettre en solution les différents précipités du type carbure de chrome ou phase intermétallique par exemple. Les nuances avec addition de Molybdène Mo , stabilisées ou non peuvent donner lieu à la formation de phases intermétalliques à base de Mo ou de phase σ qui ne sont remises en solution qu'à une température supérieure à 1050°C. Au contraire, dans le cas des nuances de type Cr-Ni stabilisées au Titane ou au Niobium (Ti,ou Nb) , il n'est pas nécessaire le plus souvent de remettre en solution les carbures qui sont ici des carbures de Titane ou de Niobium. Dans cette hypothèse, une température de 950°C est suffisante.

2.2- Structure au refroidissement lent:

Le carbone présent à plus ou moins haute teneur dans ces aciers peut précipiter à basses températures sous forme de carbures ou de carbonitrides de fer et de chrome, généralement du type $M_{23}C_6$ et M_7C_3 . Ces précipités sont responsables des zones déchromées aux joints de grains entraînant des phénomènes de corrosion intergranulaire. Ces carbures sont solubles dans l'austénite à hautes températures. Un refroidissement rapide ultérieur à l'ambiante maintient le carbone en sursaturation métastable sans précipitation de carbures. Dans le cas des aciers stabilisés au titane ou au niobium, les carbures stables de type TiC ou NbC empêchent en grande partie la formation des ces carbures de chrome. Enfin, signalons l'existence, selon la composition des aciers, de phases intermétalliques, phase σ , phase χ , phase de laves, en générale riche en éléments d'alliage, par exemple en chrome. Ces phases sont souvent préjudiciables, soit pour des raisons de propriétés mécaniques, soit pour des raisons de corrosion. La plupart sont remis en solution à hautes températures.

2.3- Traitement d'hypertrempe :

Dans les aciers inoxydables austénitiques, la phase austénitique est stable à l'état d'équilibre à haute température. Cette phase austénitique peut être maintenue métastable à la température ambiante par un refroidissement rapide depuis son domaine de stabilité. Le traitement d'hypertrempe est le traitement le plus appliqué aux aciers inoxydables austénitiques. Ils s'agit d'un chauffage et maintien à hautes températures dans une fourchette comprise entre 1050°C et 1100°C suivi d'un refroidissement rapide. Durant le chauffage, et à cause de la conductivité thermique de ces aciers qui est relativement faible (de l'ordre de la moitié de celle des aciers doux ou non alliés), il est nécessaire durant ces traitements, d'assurer des vitesses de chauffage assez lentes sur des pièces massives pour éviter les gradients et contraintes thermiques. Pour la même raison, les durées de maintien à la température d'hypertrempe doivent permettre une bonne homogénéité de la température nécessaire à la mise en solution complète en tous les points des pièces traitées. En pratique, les durées de maintien sont de l'ordre de 0.7 à 2.5 min/mm d'épaisseur. Après maintien à haute température, le refroidissement se fait selon le cas, soit par trempe à l'eau, soit par trempe

à l'air soufflé ou calme. Les conditions de refroidissement dépendent de la composition chimique de l'acier et des dimensions de la pièce traitée d'une façon générale :

- Les vitesses de refroidissement les plus rapides sont nécessaires pour éviter la précipitation des carbures de chrome, ou de phase σ dans les alliages à fortes teneurs en carbone ($C \% > 0.030$) et chargés en Cr - Ni - Mo .
- Par contre, pour des pièces de forme complexe les vitesses de refroidissement rapide sont à éviter pour les nuances austénitiques. Leur conductivité thermique étant faible et leur coefficient de dilatation supérieur à celui des autres nuances, les pièces complexes et massives subissent des contraintes thermiques et des déformations dangereuses.
- Les nuances les moins chargées en éléments d'alliage (Cr : 18 à 20 %, Ni : 8 à 12% ; Mo : 1.5% et le C < 0.03%) ou stabilisées, peuvent supporter des vitesses de refroidissement relativement lentes sans risque de précipitation anormale.

2.4-Traitement anti - ferrite des nuances austénitiques

Pour certaines applications, il est important d'avoir à la livraison des matériaux exempts de traces de ferrite ou contiennent des teneurs faibles (quelques %). Les principales raisons sont :

- D'une part, les matériaux austénitiques peuvent être utilisés à des températures de 500°C à 800°C, auxquelles la phase ferritique riche en chrome se transforme plus ou moins rapidement en phase σ . Ceci entraîne une fragilisation qui s'explique par une chute des valeurs de la résilience.
- Il est connu que le biphasé est responsable de la baisse des propriétés de forgeabilité des nuances à matrice austénitique. Par conséquent, les demi- produits destinés à des travaux à chaud doivent avoir un taux ne dépassant pas 3 à 5 % de ferrite.

La ferrite rencontrée peut avoir (02) origines :

- ✓ Dans les diagrammes d'équilibre ternaires Fe-Cr-Ni au dessus de 900°C (voir fig.4) on constate dans le coin riche en Fe, qu'une augmentation de température favorise l'apparition de ferrite δ . Cette ferrite δ d'équilibre peut être maintenue à l'état métastable par le refroidissement de l'hypertrempe. Des essais ont montré qu'un maintien de quelques minutes à haute température était suffisant pour atteindre la teneur d'équilibre de la phase δ [4].
- ✓ Dans certains cas la teneur en ferrite mesurée est supérieure à la teneur d'équilibre à la température d'hypertrempe. Cette ferrite supplémentaire, dite ferrite hors d'équilibre, est due à des ségrégations provenant de la première solidification, la composition moyenne étant en générale assez proche de la limite $\gamma / (\alpha + \gamma)$ (à haute température) du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni. Ces ségrégations peuvent conduire localement à la formation de domaines biphasés $\alpha + \gamma$ et donc à la formation de la ferrite maintenue à l'état métastable par le refroidissement de l'hypertrempe. Les valeurs de ces ségrégations dépendent de la cinétique de solidification, de la taille des lingots, de la température de coulée etc... Des traitements d'homogénéisation, de longue durée à haute température sont en général suffisants pour éliminer ou minimiser ces ségrégations. Ainsi, les traitements généralement retenus pour minimiser la teneur en ferrite résiduelles sur les demi-produits en aciers austénitiques sont du type :

- Maintien 36 heures à 1150°C.
- Refroidissement au four jusqu'à 1000°C ou 1050°C.
- Hypertrempe.

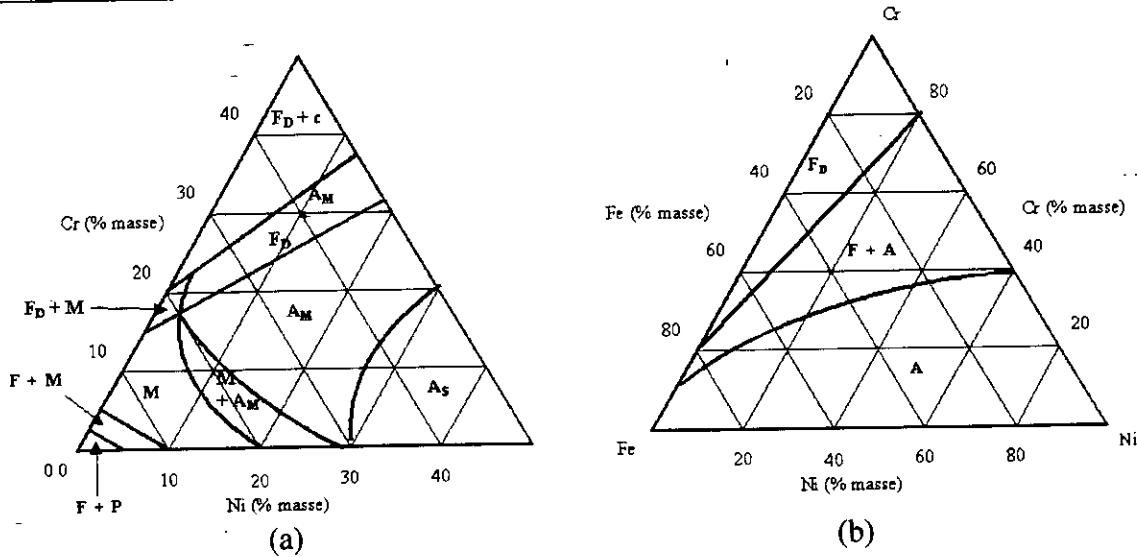


Fig. 4. (a) Portion du diagramme ternaire Fe – Cr – Ni métastable à la température ambiante (b) Coupe à 1100 °C. (d'après [4]).

F= Ferrite, A= Austénite, M= Martensite, P= perlite, F_D= Ferrite delta, A_M =Austénite métastable, A_S =Austénite stable, c = carbure.

2.5 - Traitements thermiques particuliers appliqués aux aciers inoxydables austénitiques

Les traitements thermiques cités ci-dessus ont pour objectifs d'optimiser les propriétés d'usage habituel à savoir les caractéristiques de résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques à la température ambiante. Dans certains cas particuliers, plus spécialement pour les nuances austénitiques, on est conduit à utiliser des traitements thermiques spéciaux pour améliorer les propriétés par rapport à la stabilité dimensionnelle (par l'intermédiaire des contraintes résiduelles) ou les caractéristiques mécaniques à chaud.

2.5.1- traitement de relaxation

Les contraintes résiduelles sont définies comme étant des contraintes existantes dans un système sans qu'il soit soumis à une contrainte extérieure. Ces contraintes résiduelles proviennent toujours d'hétérogénéité de déformations et souvent dues soit aux opérations de mise en forme (forgeabilité à froid, usinage, etc...), soit aux sollicitations thermiques lors de traitements de trempe ou de soudage. Ces sollicitations thermiques sont plus importantes dans les aciers inoxydables austénitiques d'autant que leur conductivité thermique est faible et que leur coefficient de dilatation est élevé. La plupart des opérations de relaxation se font par traitement à chaud. La vitesse de refroidissement doit être assez lente pour éviter - surtout pour les pièces de fortes épaisseur - des gradients thermiques, ce qui introduit de nouvelles contraintes résiduelles.

2.5.2- Traitement d'optimisation des caractéristiques de fluage

Ce traitement consiste à améliorer les caractéristiques mécaniques des nuances austénitiques en assurant une précipitation fine et dispersée de carbures ou carbonitrides. Les séquences sont les suivantes :

- Hypertrempe à haute température.
- Ecouissage.
- Revenu.

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé

Le durcissement par précipitation obtenu dépend étroitement de la structure cristalline, de la forme, de la taille et de la répartition des précipités. La nature de ces précipités peut changer dans de larges limites selon la composition chimique des aciers et les conditions de traitement. L'augmentation de la limite élastique et la résistance à la rupture dues à ce traitement est naturellement liée au blocage du mouvement des dislocations dans la matrice par la présence de ces précipités. Il existent deux types de durcissement :

- durcissement dû à des phases intermétalliques.
- durcissement dû à des carbures ou carbonitrides.

CONCLUSION :

Le choix d'un traitement thermique pour des aciers inoxydables plus spécialement austénitiques dépend de :

- La composition chimique de l'acier.
- La présence et nature des impuretés.
- La dimension et forme de la pièce à traiter.
- Les propriétés d'emploi recherchées, soit les propriétés mécaniques , soit la tenue à la corrosion.
- Les moyens disponibles pour la réalisation du traitement.

Dans tous les cas , la décision de l'application d' un traitement thermique quelconque ne devra être prise qu'après une sérieuse analyse du problème.

II MECANISMES DE GROSSISSEMENT DES GRAINS

INTRODUCTION

Durant le maintien à haute température lors d'un traitement thermique de l'acier inoxydable austénitique, divers processus peuvent évoluer:

1. Migration des interfaces γ/γ conduisant à un grossissement du grain.
2. Apparition de nouveaux grains de ferrite conduisant à une augmentation du taux de ferrite δ .

I- MIGRATION DES JOINTS DE GRAINS

1.1- Energie et structure du joint

Dans un système polycristallin comme c'est le cas de tous les aciers, les petits cristaux sont séparés par des joints. Les atomes au voisinage immédiat de ces joints sont dans un état d'énergie supérieur. Ainsi, l'énergie libre totale se trouve augmentée d'une quantité proportionnelle à la surface totale des interfaces:

$$G = G_0 + A\gamma \quad (1)$$

Avec:

G_0 : Energie libre du système exempt d'interfaces.

γ : Travail nécessaire pour créer une unité d'interface à température et pression constantes.

A : Surface totale des interfaces.

Il existe des joints de grains dont l'énergie est relativement basse, bien que l'angle de désorientation entre les deux grains voisins soit important. On distingue (02) types de joints à grand angle :

- Joints ou plans d'interface parfaitement cohérents.
- Joints ou plans d'interface parfaitement incohérents.

Les deux phénomènes précédents peuvent survenir à l'occasion du soudage dans la zone affectée thermiquement. La zone fondue subit également diverses transformations en relation avec la composition du bain, la température maximale et la vitesse de soudage.

Un joint parfaitement cohérent est parallèle à un plan cristallin dense (plan du type (111) dans le système c.f.c.) : Les atomes du joint appartiennent à la fois au cristal (1) et au cristal (2) d'où faible distorsion du réseau cristallin au voisinage de ce joint. Pour cette raison, l'énergie d'une telle interface est très faible (voir fig. 5a). Un plan de macles fait partie de ce type de joints.

Un joint parfaitement incohérent est incliné d'un angle ϕ_m par rapport à un plan cristallin dense. Dans ce cas, la distorsion entre les deux cristaux adjacents est nette (voir fig. 5b). La distorsion du réseau cristallin est importante au voisinage du joint. L'énergie d'une telle interface est relativement élevée, mais inférieure à l'énergie d'un joint de grains classique.

Un joint semi-cohérent comporte des zones de distorsion importantes et d'autres de faible distorsion se rapprochant de la structure d'un joint cohérent (voir fig. 5c). L'angle d'inclinaison de ce type de joint par rapport à un plan dense est compris entre 0 et ϕ_m . Son énergie varie en fonction de cet angle d'inclinaison.

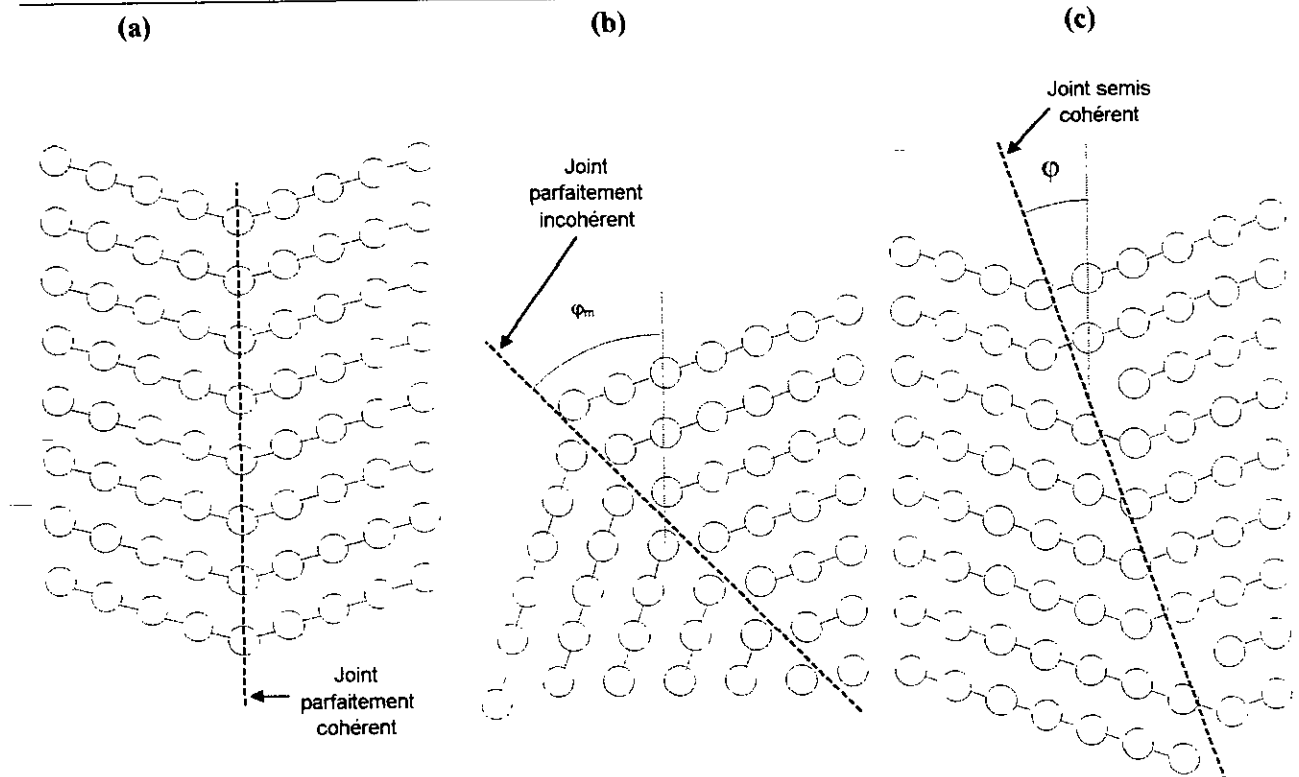


Fig. 5 : Différentes structures d'un plan de jonction entre deux cristaux adjacents [5].

L'interface entre deux phases de nature différentes comme c'est le cas des carbures dans la matrice austénitique peut avoir une structure optimale dans le but de minimiser son énergie totale. On peut distinguer :

- Interface cohérente.
- Interface incohérente.
- Interface semi-cohérente.

Souvent la formation du joint s'accompagne d'une auréole d'un champ de contraintes. Ces dernières sont liées à la distorsion du réseau cristallin avoisinant. Dans ce cas, et en raison des différences de structures des deux réseaux adjacents ; les atomes des (02) réseaux adjacents doivent se partager l'espace réservé à chaque nœud entraînant soit une compression, soit un étirement des liaisons, d'abord au niveau du joint, ensuite sur une petite épaisseur (2 ou 3 proches voisins) de part et d'autre entourant le joint. Ces contraintes sont dites de traction lorsque le volume du précipité est plus petit que celui de la phase mère. Elles sont dites de compression dans le cas contraire, c-à-d le volume spécifique du précipité est plus grand. Le cas le plus simple correspond à un accord de maille entraînant une cohérence parfaite.

Les énergies des joints de grains peuvent affecter la microstructure d'un matériau polycristallin. Par exemple, dans un acier austénitique (Fe-Cr-Ni), on peut rencontrer aussi bien des joints à grand angle que des joints à petit angle de désorientation et des joints, aussi bien cohérents qu'incohérents [5].

1.2 - Vitesse de déplacement d'un joint de grain

Si v est la vitesse de déplacement du joint, le flux d'atomes qui participent à ce déplacement doit être égale à :

$$j_{net} = \frac{v}{V} \quad (2)$$

où V est le volume atomique

Le joint a tendance à se déplacer, afin d'atteindre une structure optimale la plus proche de l'équilibre. L'expression du flux d'atomes qui se déplacent peut s'écrire sous la forme :

$$J_{net} = pnv \frac{\Delta G}{kT} \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (3)$$

v : fréquence de vibration des atomes.

n : nombre d'atomes.

P : probabilité pour qu'un atome trouve un site favorable dans le réseau.

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

ΔG : différence d'énergie entre les atomes au alentour du joint appartenant à deux grains adjacents d'où:

$$v = pnvV \frac{\Delta G}{KT} \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{KT}\right) \quad (4)$$

Ou sous la forme :

$$v = \frac{pnvV^2}{KT} \frac{\Delta G}{V} \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{KT}\right) \quad (5)$$

Dans cette expression de la vitesse de déplacement du joint ; on distingue deux facteurs :

Un facteur qui dépend essentiellement de la température; appelé Mobilité atomique.

$$M = \frac{pnvV^2}{KT} \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{KT}\right) \quad (6)$$

et un facteur qui dépend de l'énergie d'interface, donc du type d'interface.

$$\frac{\Delta G}{V} \quad (7)$$

Dans le cas courant de joints incohérents ayant une forme quelconque (joints classiques).L'énergie d'interface libre ΔG dépend de la courbure du joint.

$$\frac{\Delta G}{V} = \frac{2\gamma}{r} \quad (8)$$

Et (r) est le rayon de courbure du joint.

Le processus de migration d'un joint de grain est thermiquement activé, comme le processus de diffusion. La migration d'un joint de grain et la diffusion intergranulaire sont étroitement liés. La seule différence vient du fait que la diffusion intergranulaire nécessite un transport d'atomes le long du joint. Par contre, le mouvement d'un joint résulte d'un déplacement des atomes à travers le joint. La mobilité atomique dans un joint à grand angle est plus importante que celle des atomes appartenant à un joint cohérent. Ils existent des facteurs favorables au mouvement du joint, et d'autres défavorables à ce mouvement:

Facteurs favorables:

- élimination des défauts réticulaires (dislocations; joints de grains.. etc.).
- énergie de surface dont l'importance dépendra de la surface totale de l'interface.
- ils existent d'autres formes d'énergie qui favorise le déplacement du joint telles que: potentiel chimique, courant électrique; énergie magnétique, contraintes mécaniques.

Facteurs défavorables:

- Impuretés en solutions solides (particules étrangères insolubles).
- Inclusions et micropores.
- Phénomènes d'ancrage superficiel.

SHINICHI , SHIBATA et IAKEHIKO WATANABE [6] ont examiné la direction de migration des joints de grains après solidification dans une soudure d'un acier inoxydable AISI 310S, par une méthode de simulation technique utilisant le « modèle des sommets dynamiques » « the vertex dynamics model ». Ce modèle d'après ces auteurs peut prédire la direction du mouvement des joints de grains dans la soudure après solidification.

2 - CINETIQUE DE GROSSISSEMENT DES GRAINS

Au cours d'un traitement de recuit à haute température, un polycristal a tendance à diminuer son énergie libre totale en diminuant la surface totale d'interfaces. Il se produit un grossissement des grains qui dépendra de la température et du temps de maintien. Il faut signaler ici, que la plus grande mobilité des atomes dans les structures c.c. fait que les aciers inoxydables ferritiques sont plus sensibles aux grossissement des grains que les austénitiques.

2.1-Paramètre d'équivalence température - temps:

Ph. MAYNIER, P.F. MARTIN, P. BASTIEN et J. SEBILLE [7] ont pu établir une équivalence entre le temps de maintien et la température d'austénitisation. Ils ont trouvé que le grossissement des grains austénitiques, la fragilisation du métal à l'état martensitique et les transformations allotropiques au refroidissement sont fonction d'un paramètre empirique de la forme:

$$p = \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{C} \log \frac{t}{t_0} \right)^{-1} \quad (9)$$

T = température absolue en °K .

t = temps.

t₀ = temps de référence.

C= constante liée directement à la chaleur d'activation.

C= ΔH/ nR avec ΔH = chaleur d'activation du phénomène; et n = log 10 = 2.303

R= constante des gaz parfaits (R= 8.314 J. K⁻¹ .mol⁻¹).

Par ailleurs, plusieurs auteurs ont pu ramener empiriquement l'étude de l'évolution de certains phénomènes métallurgiques à leur variation en fonction d'un seul paramètre. En particulier, HOLLON et JAFFE [8] pour l'étude de l'adoucissement par revenu. LARSON et MILLER [9] pour l'étude des charges de rupture ou des allongements lors du fluage. Cette équivalence d'effets entre le temps et la température a été quelques fois reliée aux phénomènes fondamentaux de la diffusion: c'est le cas de F.R. LARSON et J.SALMAR [10] et G.MAREY [11]. Il existe une limite temps - Température à ne pas dépasser pour éviter la zone de grossissement plus rapide. Cette limite dépend de la composition du métal et de sa teneur en impuretés.

2.2-Evolution de la taille moyenne des grains:

Dans une structure donnée soumise à un traitement de recuit à haute température; la vitesse moyenne de croissance des grains aura la forme:

$$\frac{d\bar{D}}{dt} = \frac{\gamma}{\bar{D}} \alpha M \quad (10)$$

Où α : Coefficient de proportion.
 \bar{D} : Diamètre moyen des grains.
 M : Mobilité atomique.

Par intégration on trouve:

$$\frac{\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2}{2} = \int_0^t \gamma \alpha M dt \quad (11)$$

Où \bar{D}_0 est le diamètre moyen initial.

On déduit alors que :

$$\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2 = 2\alpha\gamma Mt \quad (12)$$

Pour simplifier, on pose:

$$\tilde{D}^2 = \bar{D}^2 - \bar{D}_0^2 \quad (13)$$

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 regrouper les termes constants en un seul facteur K tel que :

$$K = \sqrt{2\alpha\gamma M} \quad (14)$$

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

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

Cette relation concerne les grains dits « normaux ». En réalité, il y a croissance d'un certain nombre limité de grains dits « subnormaux » au détriment des autres : il y a coalescence c-à-d les gros grains consomment les petits grains aux alentours. Ces gros grains occupent un volume important dans la matrice.

ASHBY et EASTERLING [12] dans la modélisation des transformations dans la ZAT à savoir la croissance des grains supposent que la croissance des grains est contrôlée par la diffusion, et que l'énergie de surface est la force motrice et suppose qu'il n'y a pas de germination. Le taux de croissance (ou bien la taille des grains D) est donnée par [12]:

$$\frac{dD}{dt} = A f(D) \exp \left(- \left(\frac{Q}{RT} \right) \right) \quad (16)$$

Où A : constante de variation.

$f(D)$: fonction de la taille des grains.

La croissance totale de la taille des grains durant le cycle thermique de soudage est :

$$\int_{D_i}^{D_f} \frac{dD}{Af(D)} = \int_0^{\infty} \exp\left(-\frac{Q}{RT(t)}\right) dt \quad (17)$$

D_i = taille initiale des grains.

D_f = taille finale des grains.

La fonction $T(t)$ est donnée en fonction de l'épaisseur par l'équation :

pour une tôle mince.

$$T - T_0 = \theta_2 \left(\frac{\Delta t}{t}\right)^{1/2} \exp\left(-\frac{\theta_2^2 \Delta t}{2e \cdot t (T_p - T_0)^2}\right) \quad (18)$$

pour une tôle épaisse.

$$T - T_0 = \theta_1 \left(\frac{\Delta t}{t}\right) \exp\left(-\frac{\Delta t}{e \cdot t} \left(\frac{\theta_1}{T_p - T_0}\right)\right) \quad (19)$$

t = temps (s).

Δt = temps de refroidissement entre 800° et 500°C (s).

T = Température (K)

T_p = Température (K).

T_0 = Température initiale (préchauffage)(K).

θ_1 = Intervalle de température de référence, tôle épaisse (K).

θ_2 = Intervalle de température de référence, tôle fine (K).

e = Base du logarithme népérien, 2.718.

L'intégrale dans l'équation (17) ci-dessus ne dépend que de D_i et D_f . Si on fixe D ; on a :

$$\int_0^{\infty} \exp\left(-\frac{Q}{RT_i}\right) dt = I \quad (20)$$

Dans le cas où la croissance des grains est freinée par la présence de carbures ou nitrures : la loi de la croissance des grains prendra la forme :

$$\frac{dD}{dt} = A \left\{ f(D) - P(T_{(t)}) \exp\left(-\frac{Q}{RT_{(t)}}\right) \right\} \quad (21)$$

Où P = Force de freinage qui dépend de la température. Car les carbures ou nitrures tendent à croître et se dissolvent avec l'élévation de la température. Si P est grand on a dissolution complète de ces précipités.

Certains éléments métalloïdiques tel que le Carbone ou le Silicium par exemple jouent un rôle important dans la ségrégation intergranulaire.

III. METALLURGIE DE SOUDAGE

INTRODUCTION :

L'opération de soudage consiste à assembler un ou plusieurs éléments (pièces) en assurant la continuité métallique. Cette continuité métallique est assurée par le phénomène dit d'épitaxie selon lequel les cristaux de solidification adoptent, en prenant naissance à l'interface, l'orientation des cristaux du métal solide support. A l'échelle de la microstructure, ce phénomène se traduit par le fait que les joints de grains du métal de base traversent sans discontinuité l'interface qui est devenue la zone de liaison (voir fig. 6) [13]. Ce phénomène est observé au niveau de la zone de liaison séparant le métal fondu du métal de base affecté par la chaleur. Il est également observé au niveau de l'interface séparant deux passes de soudage successives, dans le cas où le réchauffage dû à la passe qui suit ne provoque pas de recristallisation dans la passe précédente.

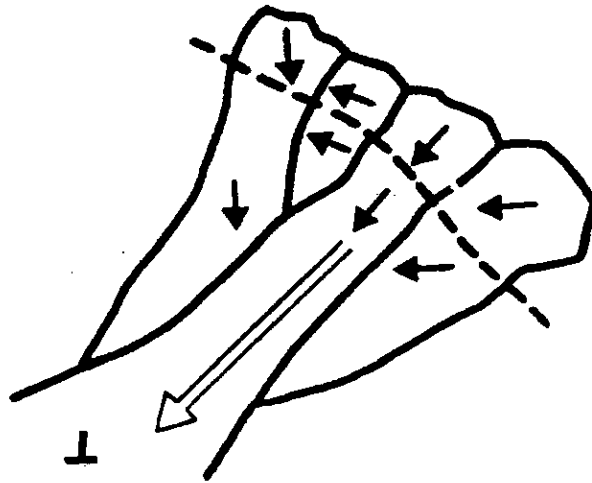


Fig. 6 : Croissance épitaxiale et sélective pour une trajectoire de solidification T donnée [13].

Si lors d'un soudage, le refroidissement est suffisamment lent, les grains colonnaires dont la direction cristallographique $\langle 100 \rangle$ correspond à la trajectoire de solidification (perpendiculaire aux isothermes), auront tendance à se développer préférentiellement. Ces grains dont la vitesse de croissance est maximale se développent au dépens des autres, donnant naissance au phénomène dit de "croissance sélective". Le profil des pièces soudées est modifié par une fusion locale. Celle-ci est suivie d'une solidification et d'une évolution microstructurale dans la zone affectée par la chaleur (ZAC), au voisinage du cordon de soudure.

1 - SOLIDIFICATION DANS LES SOUDURES EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE [14]

1.1- Structures de solidification :

Lors du soudage, le métal fondu se comporte comme un « puit » de chaleur dont l'efficacité varie avec l'énergie utilisée et l'épaisseur de la pièce.

Durant la solidification d'un alliage, si les conditions d'équilibre sont maintenues, le soluté est rejeté à l'interface S/L et diffuse vers le liquide pour former une couche de diffusion en avant de l'interface. La solidification est alors dite à front plan. Il faut pour cela que la température réelle du liquide soit toujours supérieur ou égale à la température du liquidus. Cela se traduit par un gradient thermique G élevé.

$$G = \frac{dT_L}{dx} \quad (22)$$

avec T_L : Température du liquide.

x : Distance par rapport à l'interface.

Si le refroidissement est trop rapide, ce qui est généralement le cas pour les soudures en aciers inoxydables austénitiques, la diffusion du soluté est limitée. Il y a donc un excédent de soluté à l'interface qui peut provoquer le phénomène de « surfusion constitutionnelle ». Le gradient thermique G est tellement faible pour que sur une certaine distance la température réelle du liquide soit $T_L < T_{\text{équil}}$. (voir fig. 7).

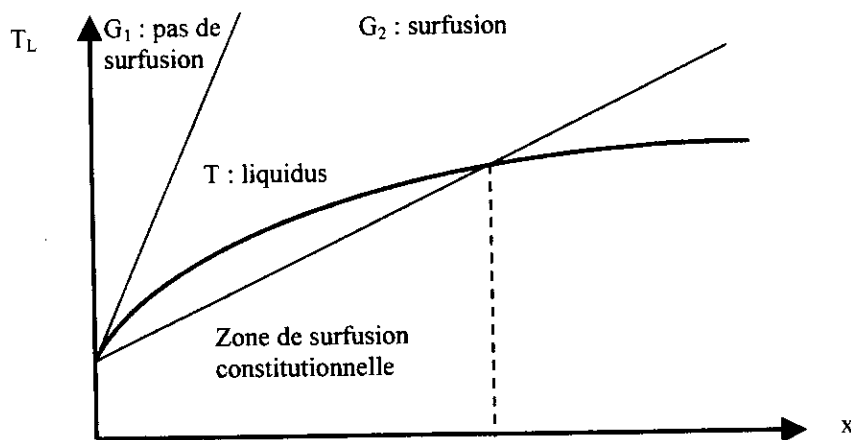


Fig. 7 Effets du gradient thermique sur la surfusion constitutionnelle [15].

Ces instabilités entraînent une disparition de l'interface plane. La solidification est alors de type cellulaire ou dendritique avec des branches primaires se développant parallèlement à des directions préférentielles associées à la structure cristalline. Dans le cas des structure cubiques, la croissance s'effectue selon la direction $\langle 100 \rangle$ (voir fig. 8).

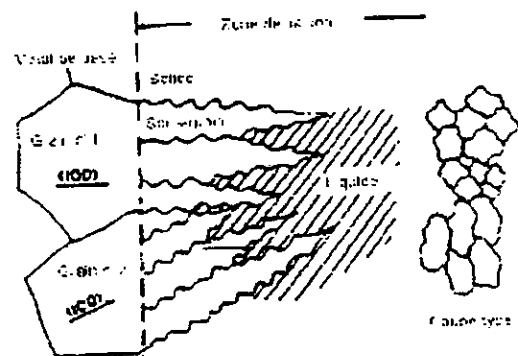


Fig. 8: Croissance selon le mode cellulaire - dendritique [15].

Cette structure dendritique est aussi observée à l'ambiante car, même dans le cas d'un soudage multipasses, 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'aciers ferritiques car, lors du refroidissement une transformation solide - solide ($\gamma \rightarrow \alpha$) détruit la structure dendritique.

En général, le degré de surfusion constitutionnel est Inversement proportionnel à :

$$D * G / \sqrt{R}$$

G : Gradient de température.

R : Vitesse de solidification.

D : coefficient de diffusion de l'élément d'alliage dans le liquide.

Il est Proportionnel à la concentration en soluté dans le liquide à l'interface L/S (C_L).

Les différents modes de solidification pouvant être obtenus en fonction de ces deux paramètres sont indiqués sur la fig. 9.

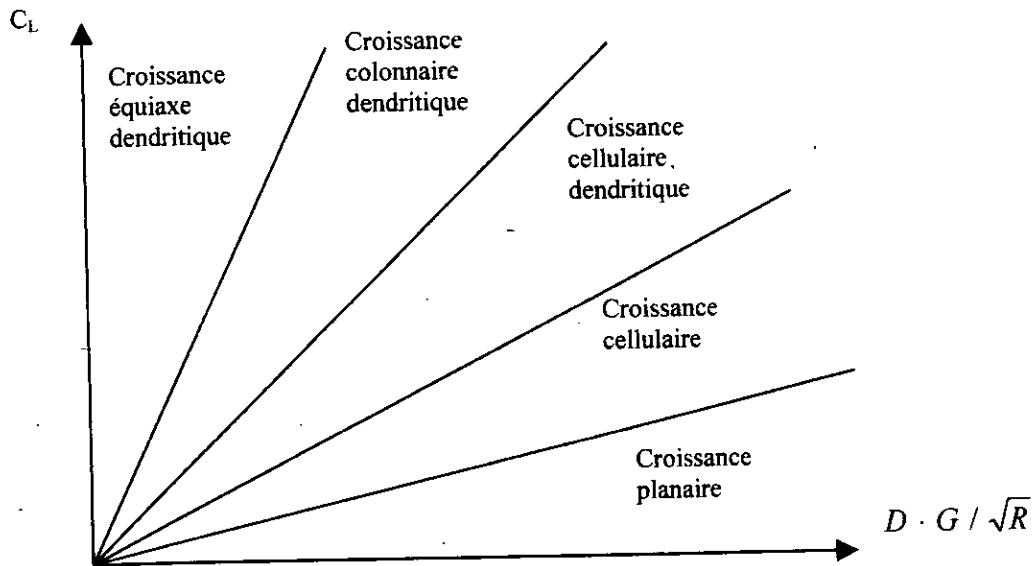


Fig. 9 : Types de solidification en fonction des valeurs de C_L et de $D * G / \sqrt{R}$ [15].

On montre en particulier que le rapport G / \sqrt{R} augmente avec l'énergie de soudage et diminue avec la vitesse de soudage.

1.2- Influence de la vitesse de soudage sur la vitesse de solidification:

Considérant une passe de soudage avec l'hypothèse d'un régime de solidification 2 D dans le plan comprenant les sens travers et de soudage. La forme du bain de fusion correspond alors à celle schématisée sur la fig.10.

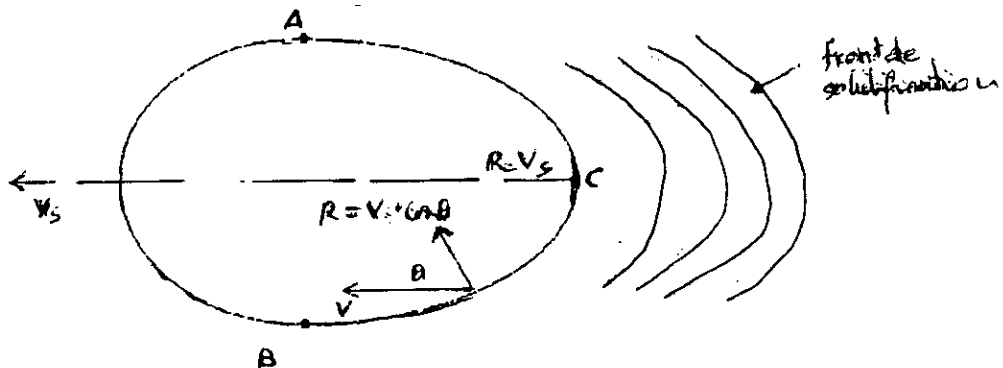


Fig. 10 : forme du bain de fusion [16].

La vitesse de solidification R est reliée à la vitesse de soudage V_s par la relation:

$$R = V_s * \cos\theta \quad (23)$$

θ est défini comme l'angle entre la normale aux isothermes et la direction de soudage.

R est alors minimale sur les bords du bain de fusion et maximale et égale à V_s au centre du bain (à l'opposé, le gradient thermique $G = \frac{\partial T}{\partial x}$ est maximal sur les bords (croissance planaire) et minimal au centre (croissance dendritique). La solidification se produit à l'arrière du bain, entre les points A et B ($\theta = 90^\circ$) et le point C ($\theta = 0^\circ$). Toutefois il existe une vitesse limite de solidification R_L . Tant que R est inférieure à R_L (vitesse de soudage lente et bain arrondi) les grains se développent bien perpendiculairement aux isothermes et leur direction d'élongation est parallèle au sens de soudage dans le centre du bain (cas a sur la fig.11). Si la vitesse de soudage augmente mais reste inférieure à R_L , la forme du bain de fusion est plus allongée et les grains se développent jusqu'à la partie centrale quasi- transversalement par rapport à la direction de soudage (cas b sur la fig. 11). Enfin pour une vitesse de soudage encore plus importante qui devient supérieure à R_L La solidification orientée perpendiculairement aux isothermes n'est plus possible et la cristallisation se fait alors d'une manière équiaxe (cas c sur la fig. 11).

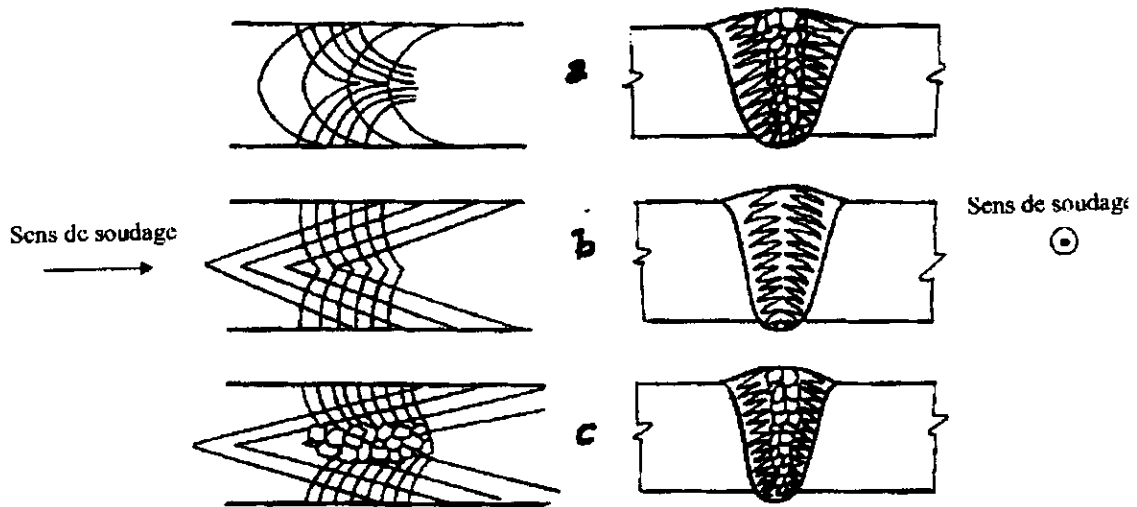


Fig. 11 : Principaux aspects de la structure de solidification en fonction de la vitesse de soudage : vues en plan et coupes transversales [13] : a) $V_s < R_L$, b) $V_s \cong R_L$, c) $V_s > R_L$.

1.3- Modes de solidification :

Selon la composition chimique des aciers inoxydables austénitiques 18/10, leur solidification peut commencer soit par un dépôt d'austénite (γ), soit par un dépôt de ferrite (δ) lui même suivi d'un dépôt d'austénite. Les cinétiques de disparition du liquide et de formation des différentes phases solides sont très différentes dans les deux cas, de même que la solubilité des impuretés telles que le S et le P qui peuvent contrôler la criquabilité à chaud du métal solidifié. Il est donc important de connaître avec précision les facteurs qui contrôlent la nature du dépôt primaire. De faibles modifications de composition nominale peuvent faire basculer le mode de solidification primaire (δ) ou (γ) de ces aciers, avec toutes les conséquences pratiques qui peuvent résulter. Il a été même observé que les conditions thermiques de solidification peuvent affecter le mode de solidification primaire. La frontière (sur la fig. 12) marque les conditions de basculement quand la vitesse de solidification est faible (solidification équiaxe au centre des produits par exemple). C'est une autre frontière qui prévaut en présence d'une forte vitesse de solidification

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé (solidification colonnaire en peau des produits par exemple). Cette frontière est indiquée en traits tiretés sur la fig. 12).

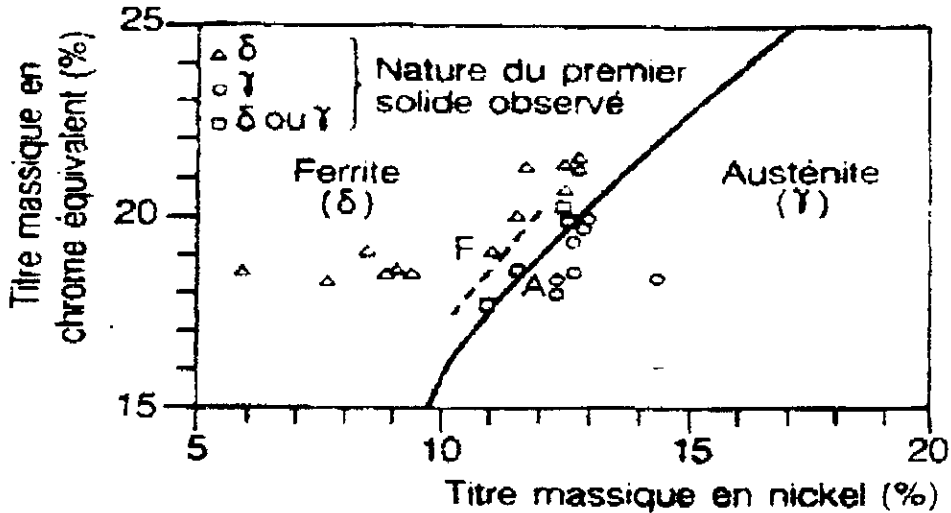


Fig. 12 : Projection sur le plan des compositions des nappes de liquidus δ et γ du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [17].

1.3.1. influence de la vitesse du front de solidification sur le mode de solidification primaire des aciers inoxydables

La fig. 13 montre que la température des pointes (δ) chute plus rapidement que celle des pointes (γ) quand la vitesse de solidification augmente.

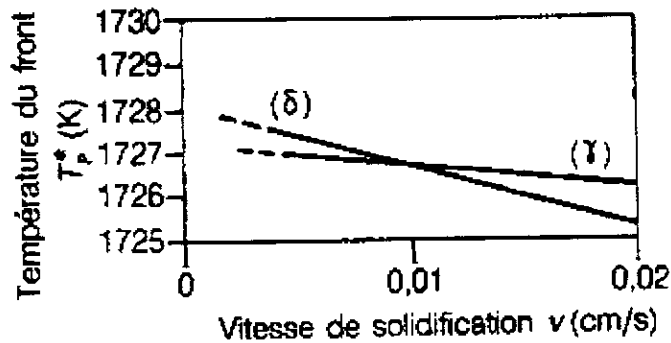


Fig. 13 : Influences comparées de la vitesse de solidification sur la température du front dendritique δ ou γ pour un alliage Fe- 18.5Cr - 11Ni (température calculée) [17].

De ce fait, pour l'alliage à 11% Ni, il existe une vitesse de solidification au delà de laquelle les pointes (γ) peuvent devenir plus chaudes que les pointes (δ), bien que le diagramme laisse prévoir une solidification primaire (δ). La transition est prévue autour d'une vitesse de solidification de l'ordre de 36 cm/h. Ainsi, pour les aciers inoxydables du type 18/10, situés dans le domaine (δ) primaire de la fig. 12, l'apparition de (γ) primaire est favorisée par des vitesses de solidification élevées. En d'autres termes, le domaine de composition des aciers présentant en pratique une solidification primaire en (γ) est élargi au détriment du domaine de solidification primaire en (δ) là où quand la solidification est relativement plus rapide.

Une étude d'ensemble sur les processus de solidification dans les métaux austénitiques soudés est établie par BROOKS et THOMPSON [19] qui mettent en relief l'effet de la solidification primaire sur la microstructure résultante.

En soudage et en fonction de la composition du métal d'apport, la solidification peut se produire selon différents modes (voir fig. 14) [18]:

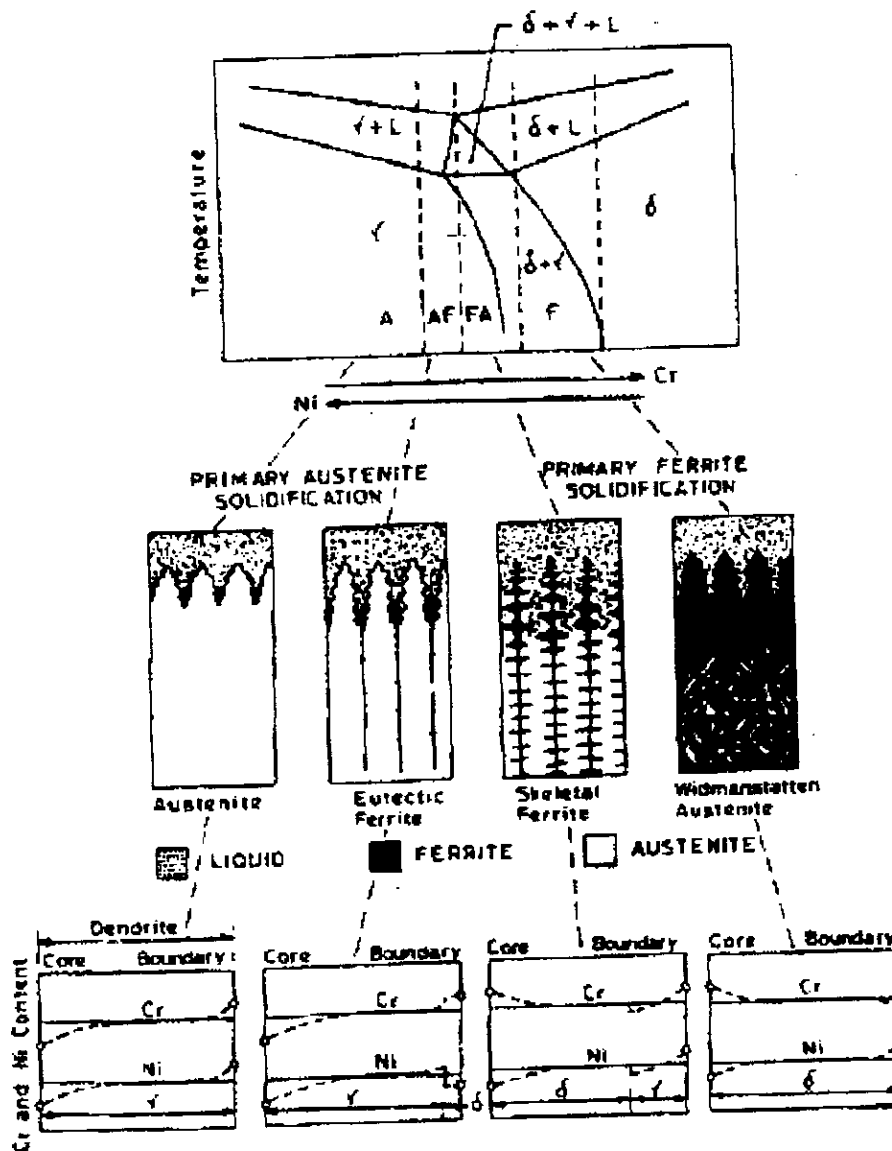


Fig. 14 : Différents modes de solidification primaire [18].

Mode A : Solidification en austénite (γ) primaire. Dans le cas de solidification en austénite primaire, les cristaux d'austénite sont appauvris en Cr et enrichis en Ni et ceux du liquide enrichis en Cr et appauvris en Ni. Cette précipitation a été étudiée par CIESLAK, et COL [14] qui ont suggéré (04) modes de solidification qui donneraient des profils de ségrégation différents. CIESLAK, et COL ont noté que ces profils schématiques de composition seraient modifiés par une diffusion sensible tant dans le liquide que dans le solide durant la solidification. Ceci est confirmé par BROOKS et COL [19]. Les éléments S et P ont tendance à former des films ségrégués à bas point de fusion lorsque le mode de solidification se rapproche du type austénitique. Ces films ségrégués provoqueraient des microfissures sous les contraintes de retrait développées pendant la solidification.

Mode AF : Solidification en austénite (γ) primaire, avec apparition de Ferrite par réaction eutectique et enrichissement en Cr à la frontière entre (02) dendrites.

Mode FA : Solidification en ferrite δ primaire puis transformation à l'état solide de la majorité de la ferrite en austénite. Cette transformation s'accompagne d'un enrichissement en Cr et d'un appauvrissement en Ni

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé
 au niveau des cœurs des dendrites. Il apparaît alors dans ces zones de la ferrite résiduelle dite « squelettique » ou « vermiculaire » (5 à 10%).

Mode F : Solidification en ferrite δ primaire avec possibilité de nucléation de grains d'austénites au sein de la ferrite (austénite dite de Widmanstätten).

La précipitation des différents éléments a fait l'objet d'études montrant que dans le cas de solidification en ferrite primaire, les cristaux de ferrite δ sont enrichis en Cr et appauvris en Ni et inversement pour le liquide.

1.3.2 Influence du rapport Cr_{eq}/Ni_{eq}

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 interdendritique. Il est toutefois difficile de distinguer les (02) 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 [19]. Il a de plus été montré que les modes de solidification pouvaient se déduire d'un rapport noté $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}}$. Les relations suivantes ont ainsi été établies

[18] :

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

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

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

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

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

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

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 $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = 1.5$ [17]. 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 [19].

1.4 - Effets des éléments d'addition

A partir d'études de refroidissement, HULL [19] a établi une relation entre la résilience et la composition. Il définit un Cr_{eq} qui, pour des valeurs élevées, résulterait en une tendance de l'alliage à former la phase intermétallique (σ) durant le vieillissement.

$$Cr_{eq} = Cr + 0.31 Mn + 1.76 Mo + 0.97 W + 2.02 V + 1.58 Si + 2.4 Ti + 1.76 Nb + 1.22 Ta - 0.226 Ni - 0.117 Co.$$

Effet du carbone: GROT et SPRUILELL [20] reconnurent l'importance du carbone et proposèrent une forme modifiée de l'équation de HULL [19], basée sur la notion de Cr équivalent effectif.

LEITNAKER [21] étend cette approche aux soudures de l'acier 316 et conclut que la formation d'intermétalliques peut être prévenue par le contrôle de la teneur en carbone. Ceci est dû à la formation de carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains δ / γ qui facilite l'appauvrissement en Cr et en Mo de la ferrite δ .

Effet du Cr et du Mo : Le comportement à la transformation est expliqué par la notion de Cr_{eq}/C , GILL et COL [22] ont trouvé pour l'acier du type 316 que la ferrite δ se transforme plus rapidement dans les métaux soudés à des équivalents élevés.

Les différences de cinétiques de transformations sont attribuées à la microségrégation du Cr et du Mo de l'état soudé. Les dépôts contenant du Mo possèdent une plus grande tendance à former la phase σ à partir de la ferrite δ suivent le W, le V et le Nb en ordre décroissant.

Effet du Silicium : Des travaux montrent que l'accroissement des teneurs en Si à 0.3 jusqu'à 0.4 % favorise la formation d'intermétalliques [23]. D'autres, utilisant un cordon contenant des teneurs de 0.26 à 0.8% montrent que l'élévation de la teneur en Si provoque un accroissement dramatique de la tendance à la formation d'intermétalliques au vieillissement à 600°C. L'effet du Si sur les aciers austénitiques soudés est particulièrement insidieux du fait de sa concentration dans la ferrite δ .

3. CONSEQUENCES METALLURGIQUES DES CYCLES THERMIQUES DE SOUDAGE:

Les aciers inoxydables austénitiques sont susceptibles de subir, à haute température, la transformation $\gamma \rightarrow \delta$ en totalité ou au moins partiellement. Durant le soudage, ces aciers peuvent être confrontés suivant les nuances à (03) types de risques [2]:

- ✓ La précipitation de carbures de Cr cause de la corrosion intergranulaire.
- ✓ La fissuration à chaud dans la zone fondue ou dans le métal de base.
- ✓ La fragilisation par phase "sigma" (σ) pour les aciers les plus alliés.

3.1- Précipitation de carbures :

La présence de carbone dans les aciers inoxydables austénitiques peut-être responsable d'une détérioration de leur résistance à la corrosion lorsqu'ils sont soumis à un séjour plus ou moins prolongé à des températures comprises entre 500 et 850°C environ. Des études ont permis de préciser le domaine de températures critiques de "sensibilisation de l'acier" : (480 à 750°C) [2]. Cette température dépend de:

- la composition chimique de l'acier.
- le temps de maintien à la température de sensibilisation.

Lorsqu'on soumet un assemblage soudé d'un acier inoxydable austénitique même peu carburé ($c = 0.06$) à des essais de corrosion dans le réactif de Monnypenny bouillant (réactif de Strauss), réactif utilisé à

l'ébullition [2]. On constate deux zones d'attaque symétriques au cordon de soudure. Ces zones ainsi marquées représentent les zones de corrosion intergranulaire. Dans ces zones l'attaque chimique a cheminé de préférence par les joints de grains austénitiques avec désagrégation du métal. Ce type de corrosion, plus particulier aux aciers inoxydables austénitiques est une des causes d'insoudabilité des aciers destinés à la construction d'appareils devant présenter une grande résistance à la corrosion [2].

Des études très poussées (strauss-Bain, Aborn et Rutherford, Krivobok et Houdremont) ont permis de préciser les domaines de température critiques de sensibilisation de l'acier[2]. L'influence du carbone commence à se manifester dès les teneurs de 0.02%, mais cette concentration est plus élevée si le temps de maintien diminue ou si la période de chauffage et de refroidissement est très rapide, comme dans le cas des soudures. Plusieurs théories ont été élaborées pour expliquer la corrosion intergranulaire, la plus satisfaisante est celle qui fait intervenir la précipitation des carbures de Cr aux joints de grains d'austénite, avec déchromisation autour du carbure. (voir fig.15).

Des hypothèses ont été avancées pour expliquer ce type de corrosion [2]:

- Formation préalable de carbure de fer (hypothèse de Miller).
- Formation de ferrite intergranulaire par le jeu des tensions entre les grains d'austénite (hypothèse de Beckett).
- Ségrégation préalable du C dans les joints des cristaux d'austénite traités à haute température (température supérieure à 900°C), élevant le traitement de sensibilisation (hypothèse de L. colombier).

Si nous avons à agir pour améliorer cette résistance ; nous devons agir sur (05) paramètres :

- Composition chimique de l'acier.
- Durée de maintien dans le domaine des températures critiques.
- Addition d'éléments stabilisateurs.
- Structure.
- Traitements thermiques et mécaniques.

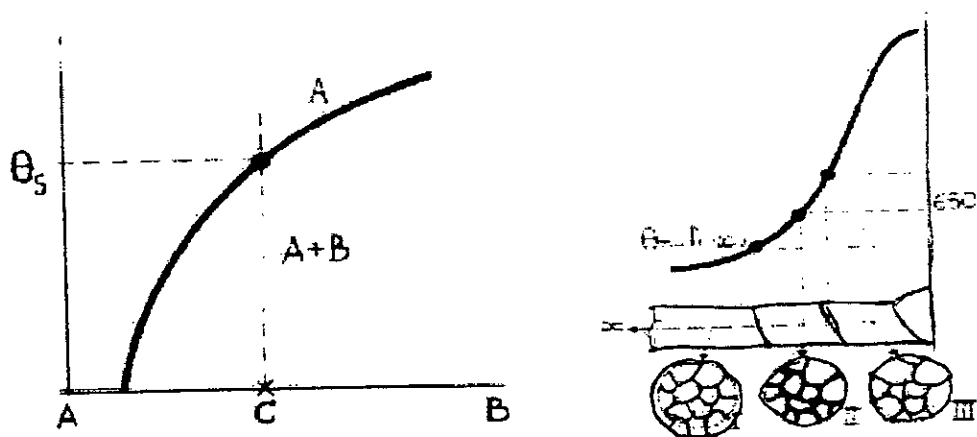


Fig. 15: Précipitation de carbures de chrome aux joints de grains austénitiques au sein de la ZAT d'une soudure [13].

* Le "réactif de Strauss" est formé par la solution suivante:
 Sulfate de cuivre cristallisé.....100g
 Eau distillée.....1000cm³

3.2 - Fissuration à chaud :

Un joint soudé (inclue zone fondue, ZAT, et cordon précédent réaffecté thermiquement) d'acier austénitique peut être le siège d'une fissuration engendrée par les contraintes de retrait et se développer à haute température (>1200°C) dans les espaces interdendritiques du métal fondu ou thermiquement affecté. La cause est l'enrichissement localisé aux joints de grains en éléments à bas point de fusion formant un film liquide à faible niveau de cohésion. La présence de certains éléments comme le Soufre, le Phosphore et le Bore favorise cette fissuration. Le mécanisme découle du mode de solidification primaire:

- Si la première solidification se fait en γ (solidification γ à gauche de l'eutectique) ; la croissance sera de type basaltique avec des phases à bas point de fusion alignées.
- Si la première solidification se fait en ferrite (solidification δ à droite de l'eutectique) , la croissance sera du type dendritique ; avec des inclusions à bas point de fusion disséminées, donc moins fragile . (voir fig. 16).

La position de l'eutectique qui délimite les (02) modes de solidifications est définie par un rapport :

$$Cr_{eq} / Ni_{eq} \cong 1.5$$

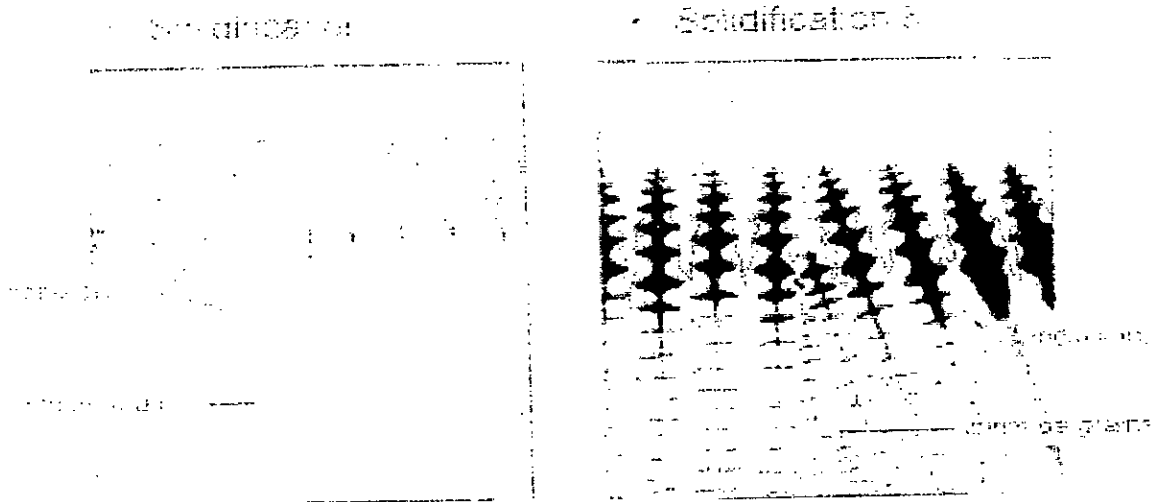


Fig. 16 : Mode de solidification et structure des joints de grains [24].

Selon les principaux diagrammes, on peut ainsi prévoir aisément la susceptibilité à la fissuration à chaud des aciers inoxydables austénitiques. Il en découle la notion de présence de ferrite dans une soudure d'acier inoxydable austénitique et son rôle pour empêcher la fissuration à chaud. Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer l'influence de cette ferrite [24] :

- ✓ La ferrite capterait les éléments nocifs qui formeraient le film liquide subsistant entre les grains aux derniers stades de la solidification (ces éléments sont en général plus solubles dans la ferrite que dans l'austénite).
- ✓ La ferrite limiteraient le niveau des contraintes de retrait car sa tenue mécanique à chaud est plus faible que celle de l'austénite.

- ✓ Les joints de grains γ/δ ne seraient pas mouillés par le liquide subsistant entre les grains aux derniers stades de la solidification et seraient de ce fait moins sensible au risque de fissuration qui augmente avec le mouillage et serait donc plus grand pour les joints γ/γ , qui, eux, sont mouillés par le liquide résiduel.

Cette ferrite est généralement de quelques % mais sa limite supérieure est fixée en fonction des exigences relatives à la tenue à la corrosion et aux propriétés mécaniques.

.. Pour éviter la fissuration à chaud des soudures il faut [24]:

- Avoir une largeur du bain de fusion étroite en diminuant l'énergie de soudage.
- Un métal d'apport donnant un dépôt biphasé (structure mixte austénite/ferrite) : les impuretés à bas point de fusion tel que le S et le P sont plus solubles dans la ferrite que dans l'austénite. Pour les acier inoxydable austénitique les métaux d'apport doivent donner un dépôt contenant 4 à 10 % de ferrite

Par ailleurs, il faut préciser, qu'il serait illusoire de rechercher une meilleure résistance à la fissuration uniquement par une composition favorable du métal déposé. Le respect des règles technologiques en vigueur est essentiel: Notamment la forme des cordons, l'obtention de cratères de fin de cordon sains; respect des intensités, etc.... jouent un rôle prépondérant en soudage.

Des études ont montré que la résistance à la fissuration est principalement déterminée par la séquence de formation de ferrite (mode de solidification) et par sa morphologie [23].

3.3 - Les composés intermétalliques :

Les alliages métalliques contenant un élément de transition B (Fe, Ni, Mn ; Co ;....) et un élément de transition A (Cr, Ti, V,....) peuvent former des phases intermétalliques dont la formule peut varier de B_4A à BA_4 . La phase σ est la plus connue parmi les composés intermétalliques. Elle est composée de 48%Fe et 52%Cr.

Hormis, le cas du soudage de fortes épaisseurs en multipasses, la formation de la phase σ est rare dans les opérations de soudage des aciers inoxydables austénitiques classiques. Elle est relativement lente. Ce n'est pas le cas pour des aciers relativement chargés en éléments de transition comme les aciers austénitiques très chargés en Cr et en Mo .

Si la précipitation de la phase σ est relativement lente (elle est conditionnée par la migration d'atomes de grand volume). Certains éléments et/ou paramètres peuvent jouer les rôles d'accélérateurs ou de retardateurs.

Tableau 1: Eléments et/ou Paramètres jouant le rôle d'accélérateurs ou de retardateurs de la formation de la phase σ [24].

	Formation	Cinétique
Facteurs « Accélérateurs »	Cr_{eq} , C	Cr, Mo, Ti, Nb ; Si Déformation à froid Présence de ferrite
Facteurs « Retardateurs »	Ni_{eq}	« Gros grains » γ N_2

Enfin, la stabilité de la phase σ est d'autant plus grande que la teneur en Cr est plus élevée. Toute hétérogénéité qui conduit à des concentrations locales en Cr, peut entraîner la formation de la phase σ .

La pratique a démontré que la phase "sigma" est limitée quand la ferrite diminue [23]. En soudage, la lutte contre la formation de la phase σ se pose avant tout dans le choix de la nuance d'acier et du métal d'apport. La durée de maintien aux hautes températures critiques étant trop faible ce qui diminue le risque de sa formation. Dans ce domaine, sa notion présente beaucoup d'importance car sa formation est particulièrement active dans les cordons de soudures à structure ferrito-austénitiques qui justement présentent une bonne résistance à la fissuration à chaud, que les cordons austénitiques moins sensibles à la formation de la phase "sigma" d'où incompatibilité gênante en soudage. Dans la pratique, la teneur en ferrite des joints doit être limitée d'où: compromis entre une bonne résistance à la fissuration lors de l'exécution du joint et une teneur très faible en phase σ .

En conclusion, la phase σ pose un problème pour les aciers inoxydables austénitiques pour des expositions prolongées à hautes températures (entre 600 et 950°C). Dans le cas du soudage, le risque de formation de la phase σ n'apparaît que pour des Cr équivalents supérieur à 22%. On évitera ce risque en diminuant les énergies de soudage et en accélérant les vitesses de refroidissement en vue de raccourcir les temps de séjour dans la zone de température à risque. Ceci est valable pour la zone fondue et la ZAT.

CONCLUSION

Pour conclure ce chapitre sur la métallurgie de soudage des aciers inoxydables austénitiques, nous pouvons dire que la soudabilité de ces aciers ne posent pas de problèmes quand les règles de l'art sont respectées. Nous avons vu que les conditions de soudage (énergie, vitesse, forme géométrique des pièces à souder) influent énormément sur certains problèmes. Nous citons la fissuration à chaud qui est étroitement liée au mode de solidification primaire. Ce dernier étant affecté par la vitesse de solidification qui elle-même est liée à la vitesse de soudage. Nous citons aussi l'influence de certains éléments d'alliage tels que le carbone concernant la précipitation de carbures, et le chrome concernant la précipitation de la phase "sigma".

**MATERIAU ET PROCEDURES
EXPERIMENTALES**

MATERIAU ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes intéressés à deux problèmes:

1. La cinétique de croissance des grains dans un acier inoxydable austénitique.
- 2. L'influence du grossissement des grains austénitiques sur les caractéristiques d'une soudure.

Les deux problèmes ont été abordés en respectant la démarche suivante :

1^{ère} étape: Identification du métal de base.

2^{ème} étape: Réalisation des traitements thermiques à haute température avec différents temps de maintien.

3^{ème} étape: Soudage de deux tubes en aciers inoxydables; dont l'un est traité préalablement à haute température avec maintien.

4^{ème} étape: Caractérisation métallographiques, mécaniques, aux RX et aux ultrasons.

1. Matériau et traitements appliqués

1.1. Identification du matériau brut de réception

Le produit de base est un tube sans soudure d'un diamètre de 50.08 mm (2 pouces) et d'une épaisseur de 4mm. Le matériau de départ pour les tubes sans soudure est constitué par des lingots ou bien par des barres rondes laminées ou forgées. A partir de ces ébauches, les tubes sans soudure, extrudés sont repris en fabrication après un contrôle soigné par mandrinage à froid et étirage à froid pour obtenir ainsi des tubes sans soudure écrouis [25]. De ce fait, entre différentes passes de formage à froid un traitement thermique s'avère nécessaire pour amener l'état écroui à un état adouci apte à la déformation ultérieure. Pour garantir les propriétés mécaniques, technologiques et de résistance à la corrosion, les tubes sans soudure en acier inoxydable sont normalement livrés à l'état recuit décalaminés.

La nuance du métal de base est de type AISI 304L. C'est un acier inoxydable austénitique, destiné au soudage avec une teneur en ferrite allant de 10 à 20 % [norme ASTM].

Des analyses de la composition chimique de cet acier ont été faites au laboratoire de BCL Béni-merad par la méthode de spectrométrie de fluorescence des RX. Pour le dosage du carbone, des analyses complémentaires ont été faites au laboratoire de la SNVI de Rouiba; par la méthode de fusion avec catalyseur (Cu).(voir résultats dans le tableau 2). Ces résultats ont confirmé ceux de la norme ASTM.

Tableau 2 : Composition chimique du métal de base.

Elément chimique	C	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	V	Mo	P	S
Pourcentage massique	0.034	0.44	1.61	11.4	18.30	0.08	0.10	0.03	0.023	0.007

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé

Des échantillons ont été prélevés du tube, selon des coupes sur les (03) axes (x, y, z). Des mesures de microdureté ont été faites sur ces échantillons (voir tableau 3 indiquant les propriétés mécaniques de cet acier). Ces mesures ont confirmé l'absence d'anisotropie mécanique. Par ailleurs, des observations au microscope optique, après préparation des surfaces et attaque chimique de ces dernières nous ont révélé une structure recuite.

Tableau 3 : Propriétés mécaniques du métal de base.

Etat	Limite élastique $R_{p0.2}$ [Mpa]				Résistance de rupture R_m [Mpa]	Allongement de rupture A_0 [%]	Dureté Vickers [HV]
	20°C	100°C	200°C	300°C			
Recuit	170	147	118	100	450 - 480	45	135-145
Ecroui max.	965				1275	4	390

1.2 Traitements thermiques

Nous avons prélevé du tube (08) échantillons de forme parallélépipédique (20 x 15 x 4) mm Les cycles de traitement thermique sont réalisés dans un four à moufle à la température maximale de 1050°C. Les durées de maintien sont échelonnées entre 15 et 180 mn. Le refroidissement s'est fait à l'air libre

Pour le traitement thermique préalable du tube à souder, ce traitement a été réalisé à l'aide d'une unité de traitement thermique type MANNINGS. Le tube traité a subi un maintien de 4h à 1050°C (voir figure17).Le tube d'une longueur de 30 cm est chauffé par effet joule grâce à des éléments de résistances électriques que l'on a enroulé autour de son corps. Sa température est mesurée par un couple thermoélectrique soudé par étincelage et asservi à un cycle programmé.

Après chaque traitement thermique, les spécimens (échantillons et tube à souder) sont nettoyés et décalaminés.

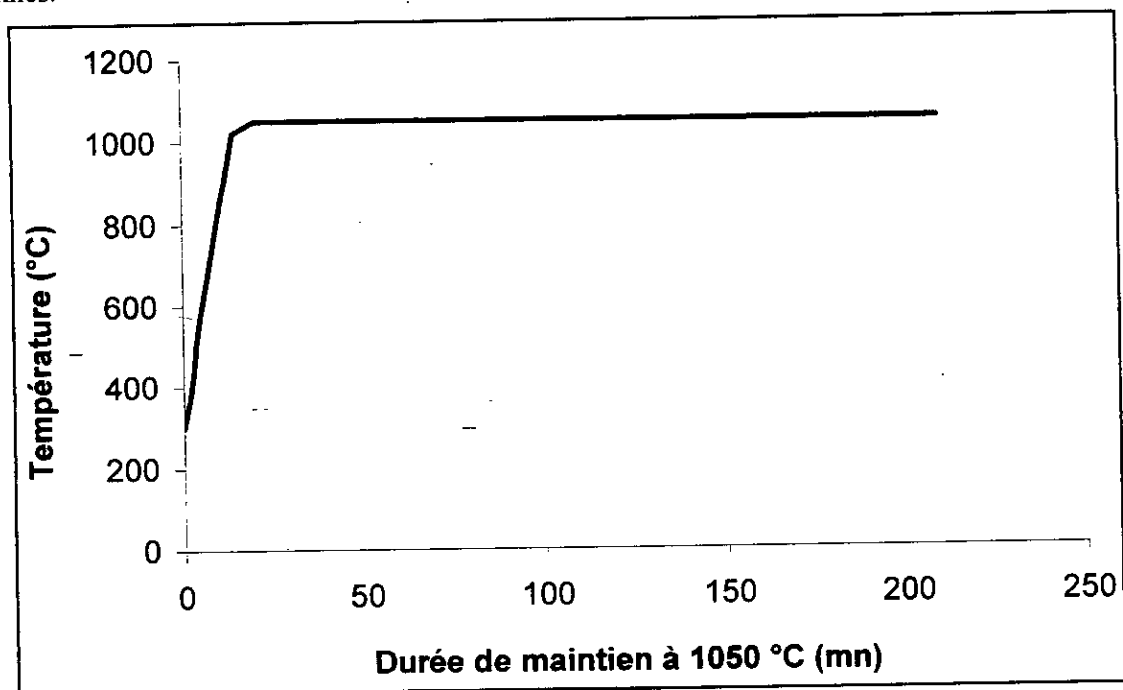


Fig. 17: Tracé de la courbe du traitement thermique du tube à souder.

1.2 Soudage des tubes :

Sous l'effet des hautes températures existantes pendant le soudage, les parties très chaudes et surtout le métal fondu doivent être protégés de l'oxydation par l'atmosphère qui entoure le bain de fusion. Il risque en effet, de se former de l'oxyde de chrome très réfractaire qui empêcherait la soudure de se réaliser. Les procédés de soudage utilisables devront donc assurer une bonne protection du bain de fusion. Ce but est facilement atteint avec les procédés de soudage à l'arc électrique: soit sous atmosphère gazeuse neutre ou réductrice, soit sous laitier apporté par une électrode enrobée, ou par un soudage sous flux électroconducteur, ou par le procédé de soudage par faisceau d'électrons qui opère sous vide. [24]

1.2.1 Description du procédé utilisé

Parmi les procédés de soudage les plus utilisés pour souder les aciers inoxydables austénitiques nous citons le procédé T.I.G (Tungstène inerte gaz) (voir fig. 18) dont les caractéristiques sont les suivantes [24] :

- Dans ce procédé, l'énergie nécessaire à la fusion du métal qui va constituer le joint soudé est fournie par un arc électrique amorcé et entretenu entre une électrode en tungstène W (ou alliage de W) et la pièce à souder.
- Le soudage des aciers inoxydables est toujours effectué en courant continu en polarité directe (pôle - à l'électrode).
- Dans ce procédé, c'est la pièce qui est soumise au bombardement électronique, alors que l'électrode, généralement en W thorié (2%) ne s'use que très peu.
- Le soudage sous atmosphère inerte (Ar, He, mélange Ar-He ou mélange Ar - H₂) se fait manuellement ou de manière automatique. Si l'on utilise un métal d'apport, celui-ci se présente sous la forme de baguette nue comme en soudage au chalumeau oxy-acétylénique ou sous la forme de bobines en soudage automatique.
- Le flux de gaz inerte qui protège la zone de l'arc des gaz atmosphérique (N₂, O₂) permet d'obtenir un arc très stable.

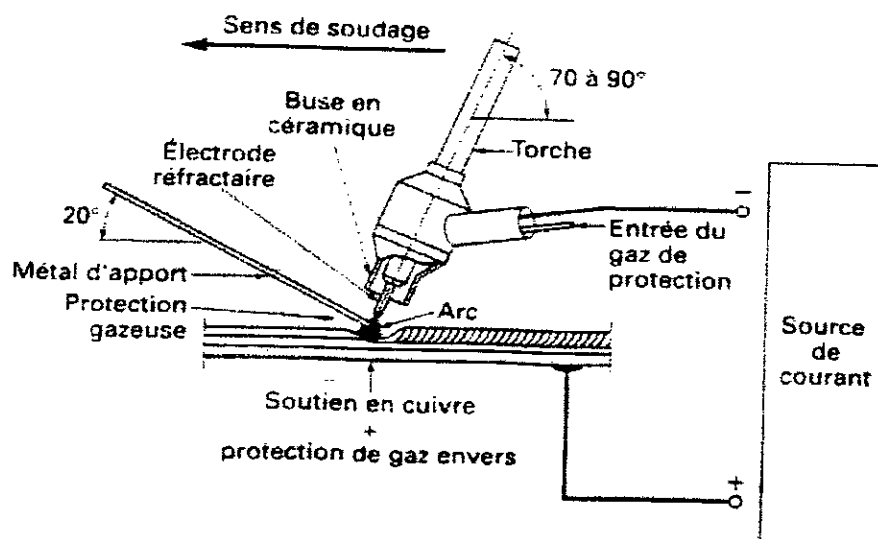


Fig. 18: Principe du soudage (manuel) à l'arc électrique avec électrode réfractaire (GTAW) [24].

1.2.3 Déroulement de l'opération de soudage

la procédure de soudage nécessite des préparatifs en vue de réaliser une soudure saine et de qualité. A cet effet les opérations suivantes ont été respectées :

1. Nettoyage des bords à souder : On a procédé à l'enlèvement de l'humidité ainsi que les huiles et graisses provenant de l'opération d'usinage à l'aide d'un solvant approprié. Ces dernières sont susceptibles d'entraîner une carburation du métal fondu et des zones voisines.
2. Pointage des tubes à souder: La fixation des bords des tubes à souder a été faite par la réalisation de points de soudure distants et répartis tout le long du périmètre des tubes. Pour nous permettre un soudage à position fixe des tubes, nous avons fixé ces derniers par points de soudure sur un palier métallique fixe.
3. Réalisation de la protection à l'envers: Il est bien évident que s'il y a risque d'oxydation du bain de fusion par l'air côté soudage, il y a aussi risque d'oxydation à l'envers du cordon de soudure. Pour cela, on a couvert les extrémité du tube à l'aide d'un papier réfractaire; et on a laissé une fente d'un petit diamètre pour permettre l'accès du gaz protecteur à l'intérieur du tube pendant l'opération de soudage.
4. Mesure de la température de soudage: On a placé un thermocouple à 3 mm du chanfrein coté face du tube, et un deuxième thermocouple à 6mm du chanfrein de l'autre coté (coté envers) du tube. Ces thermocouples nous ont permis la saisie de la température maximale pour chaque passe. Ils sont reliés à un enregistreur de température.
5. Saisi du temps de soudage: On a saisi le temps mis pour la réalisation de chaque passe à l'aide d'un chronomètre. Le temps d'interpasse a également été saisi.
6. Contrôle de la température d'interpasse: A l'aide d'un crayon thermochrome, nous avons pris la température entre les deux passes. Cette dernière, ne doit pas dépasser 150°C.
7. Choix du métal d'apport: La nuance du métal d'apport est de type AISI 308L, sa composition est choisie pour que la teneur en ferrite sur métal déposé soit de l'ordre de 5 à 15 %. Ce qui est très favorable pour diminuer le risque de fissuration dans la soudure.(voir composition chimique dans le tableau 4).

Tableau 4 : Composition chimique du métal d'apport.

Elément chimique	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S
Pourcentage massique	0.013	2.00 (ASTM)	1.00 (ASTM)	18.28	12.76	0.045 (ASTM)	0.03 (ASTM)

1.2.4 Paramètres de soudage:

Les paramètres de soudage sont résumés dans les tableaux 5 et 6.

Tableau 5 : procédé de soudage

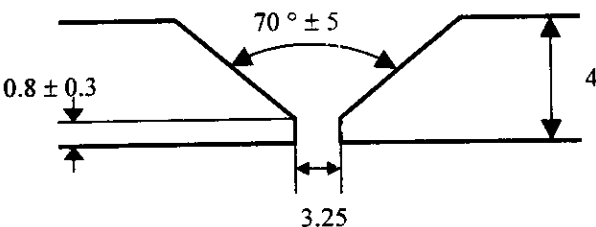
Procédé de soudage : T.I.G.(Tungstène Inerte Gaz)	Atelier de soudage : G.T.P. de Reghaia Poste de soudage : S.A.F.
Métal de base : 304L (selon AISI) Fournisseur : Raffinerie de Skikda	Métal d'apport : 308L (selon AISI) sous forme de Baguette nue.
Joint : chanfrein en V à $70^\circ \pm 5$ 	Position : Tube fixe avec axe horizontal. Soudage en position verticale montante.
Les dimensions sont en millimètre	Courant électrique : C.C. avec polarité (-) à l'électrode de W.
Préchauffage (métal de base) : sans.	
Préchauffage (métal d'apport) :	

Tableau 6 : paramètres énergétiques de soudage.

N° de Passe	Intensité (A)	Tension (V)	Temps de soudage (mn)	Diamètre de la baguette (mm)	Gaz de protection
N°1	50 - 80	11 - 15	6 mn	1.6	Argon
N°2	70 - 80	11 - 15	4 - 5 mn	1.6	≈
Contrôle : Visuel Radiographie Ultrason					

1.3 - Calcul des paramètres de soudage

1.3.1 Calcul de la vitesse de soudage:

$$V_s = \frac{l_s}{t_s} \quad (24)$$

$$l_s = 2 \times 25.4mm \times 3.14 = 159.512mm \quad (l_s: \text{longueur soudée : périmètre du tube})$$

- **Tube non traité:**

$$t_s^1 = 6mn = 6 \times 60 \text{sec} = 360 \text{sec}$$

temps de soudage pour la 1^{ère} passe.

$$t_s^2 = 4mn50 \text{sec} \text{ ondes} = 4 \times 60 \text{sec} + 50 \text{sec} = 290 \text{sec}$$

temps de soudage pour la 2^{ème} passe.

Donc la vitesse de soudage pour la 1^{ère} passe est égale à :

$$V_s^1 = \frac{l_s}{t_s^1} = \frac{15.9512cm}{360 \text{sec}} = 0.0443 \text{cm/sec}.$$

et la vitesse de soudage pour la 2^{ème} passe est égale à :

$$V_s^2 = \frac{l_s}{t_s^2} = \frac{15.9512 \text{cm}}{290 \text{sec}} = 0.055 \text{cm/sec}$$

La vitesse moyenne de soudage pour les deux passes sera égale à:

$$V_m = \frac{V_s^1 + V_s^2}{2} = \frac{0.0443 \text{ cm/sec} + 0.055 \text{ cm/sec}}{2} = 0.04965 \text{ cm/sec} \approx 0.05 \text{ cm/sec} \approx 3 \text{ cm/mn}$$

- **Tube traité:**

$$t_s = 6 \text{ mn } 4 \text{ sec} = 6 \times 60 \text{ sec} + 4 \text{ sec} = 364 \text{ sec}$$

temps de soudage pour la 1^{ère} passe.

$$t_s = 4 \text{ mn } 1 \text{ sec ondes} = 4 \times 60 \text{ sec} + 1 \text{ sec} = 241 \text{ sec}$$

temps de soudage pour la 2^{ème} passe.

Donc la vitesse de soudage pour la 1^{ère} passe est égale à :

$$V_s^1 = \frac{l_s}{t_s^1} = \frac{15.9512 \text{ cm}}{364 \text{ sec}} = 0.0438 \text{ cm/sec}$$

-et la vitesse de soudage pour la 2^{ème} passe est égale à :

$$V_s^2 = \frac{l_s}{t_s^2} = \frac{15.9512 \text{ cm}}{241 \text{ sec}} = 0.0661 \text{ cm/sec}$$

La vitesse moyenne pour les deux passes sera égale à:

$$V_m = \frac{V_s^1 + V_s^2}{2} = \frac{0.0438 \text{ cm/sec} + 0.0661 \text{ cm/sec}}{2} = 0.05495 \text{ cm/sec} \approx 0.05 \text{ cm/sec} \approx 3 \text{ cm/mn}$$

1.3.2 Calcul de l'énergie de soudage:

$$E_s = \frac{U_s \times I_s}{V_s} \quad (26)$$

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

I_s = Intensité de soudage (en ampère).

- **Energie de soudage pour le tube non traité:**

$$E_s^1 = \frac{11 \text{ v} \times 52 \text{ a}}{0.0443 \text{ cm/sec}} = 12911.96 \text{ J/cm} \quad \text{énergie de soudage de la 1^{ère} passe.}$$

$$E_s^2 = \frac{11 \text{ v} \times 71 \text{ a}}{0.055 \text{ cm/sec}} = 14200 \text{ J/cm} \quad \text{énergie de soudage de la 2^{ème} passe.}$$

$$E_s^T = \sum_{n=1}^{n=2} E_s^n \Rightarrow E_s^T = E_s^1 + E_s^2 = 12911.96 \text{ J/cm} + 14200 \text{ J/cm} = 27111.96 \text{ J/cm}$$

donc l'énergie totale de soudage du tube non traité est égale à 27.11 KJ/cm.

- **Energie de soudage pour le tube traité:**

$$E_s^1 = \frac{11 \text{ v} \times 66 \text{ a}}{0.0438 \text{ cm/sec}} = 16575.342 \text{ J/cm} \quad \text{énergie de soudage de la 1^{ère} passe.}$$

$$E_s^2 = \frac{11 \text{ v} \times 77 \text{ a}}{0.0661 \text{ cm/sec}} = 12813.918 \text{ J/cm} \quad \text{énergie de soudage de la 2^{ème} passe.}$$

$$E_s^T = \sum_{n=1}^{n=2} E_s^n \Rightarrow E_s^T = E_s^1 + E_s^2 = 16575.342 \text{ J/cm} + 12813.918 \text{ J/cm} = 29389.26 \text{ J/cm}$$

donc l'énergie totale de soudage du tube traité est égale à 29.39 KJ/cm.

1.4 - Calcul du chrome équivalent et du nickel équivalent :

Plusieurs formules et moyens ont été proposés pour permettre d'évaluer ce que sera la structure du métal fondu après retour à la température ambiante en fonction de sa composition chimique[24]. Ils sont basés sur le même principe d'un diagramme dont l'abscisse est graduée en « équivalent chrome » (éléments alphas favorisant la formation de ferrite) et l'ordonnée en « équivalent nickel » (éléments gamma favorisant la formation d'austénite). En pratique, ces diagrammes sont au nombre de quatre (04). Le plus ancien, mais encore utilisé, est celui d'ANTON SCHAEFFLER. Ce diagramme ne tient pas compte de l'effet d'un élément fortement gamma, l'azote. Un autre diagramme a été proposé par W. DELONG utilisable dans le domaine des aciers inoxydables austénitiques. Il propose les formules suivantes pour le calcul des équivalents chrome et nickel :

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

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

Selon ses deux relations, on trouve une valeur du rapport Cr_{eq}/Ni_{eq} proche de 1.44.

$$\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = \frac{18.99}{13.225} \approx 1.44,$$

Le rapport $\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}}$ étant inférieur à 1.5, l'acier étudié devrait se solidifier normalement selon le mode primaire (AF) [24] c-à-d que c'est l'austénite qui germe en premier durant la solidification.

Le même calcul avec les mêmes formules ont été faites pour le métal d'apport. On trouve:

$$\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = \frac{19.78}{14.15} \approx 1.40,$$

Selon ce résultat le métal d'apport devrait se solidifier en mode (AF), c-à-d que le premier germe de solidification sera un germe austénitique.

Nous avons fait les calculs selon un autre diagramme, il s'agit du diagramme WRC 1992. Les résultats de ce calcul figurent dans les fig. 19 et 20.

Dans un diagramme de SCHEAFFLER/BYSTRAM on a indiqué les zones à risques (voir fig.21) . Il existe sur ce diagramme une zone sans risque (zone grisée) dans laquelle on s'efforcera, dans la mesure du possible, de placer le point représentatif de la structure de la zone fondue.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N	Nb	Ti
0.054	0.44	1.61	18.3	11.4	0.03	0	0	0
Cu	V	Co	P	S	Cr _{eq}		Ni _{eq}	
0.02	0.1	0	0.023	0.007	18.55		12.59	

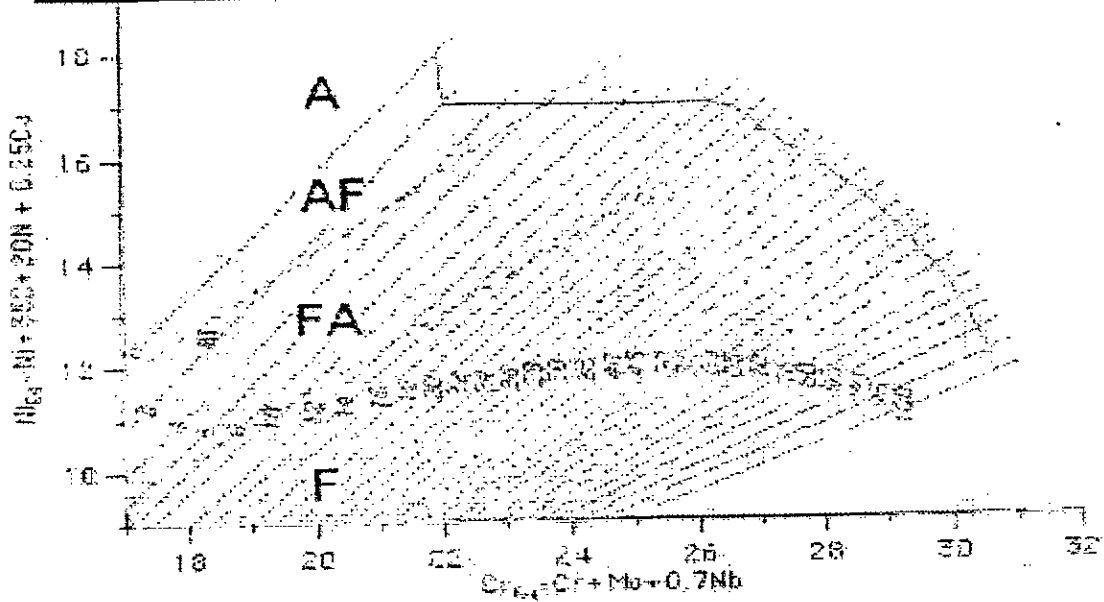


Fig. 19 : Mode de solidification du métal de base selon WRC92.[31]

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N	Nb	Ti
0.013	0	0	18.28	10.78	0	0	0	0
Cu	V	Co	P	S	Cr _{eq}		Ni _{eq}	
0	0	0	0.045	0.03	18.78		13.278	

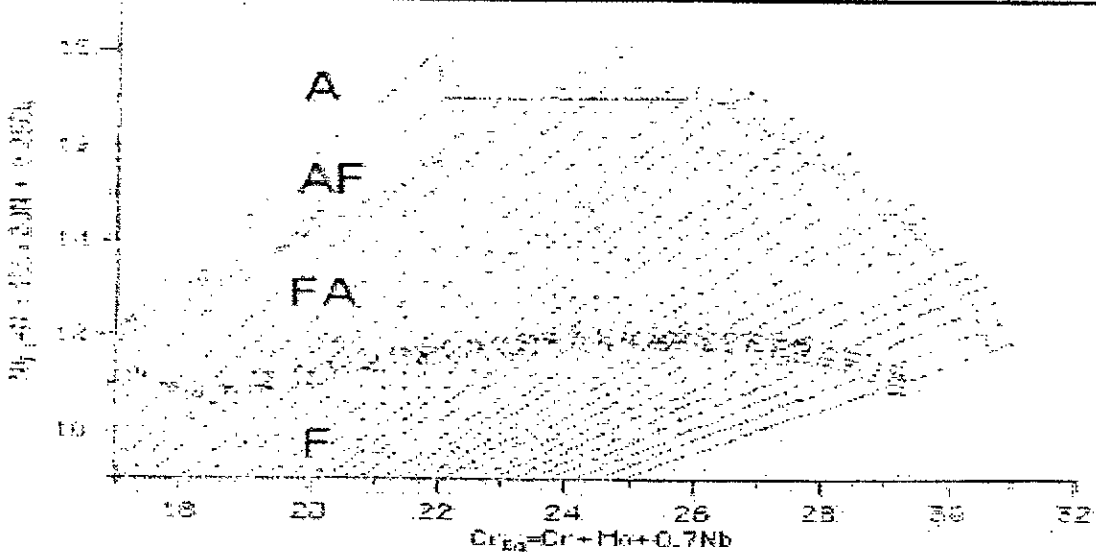


Fig. 20 : Mode de solidification du métal d'apport selon WRC92. [31]

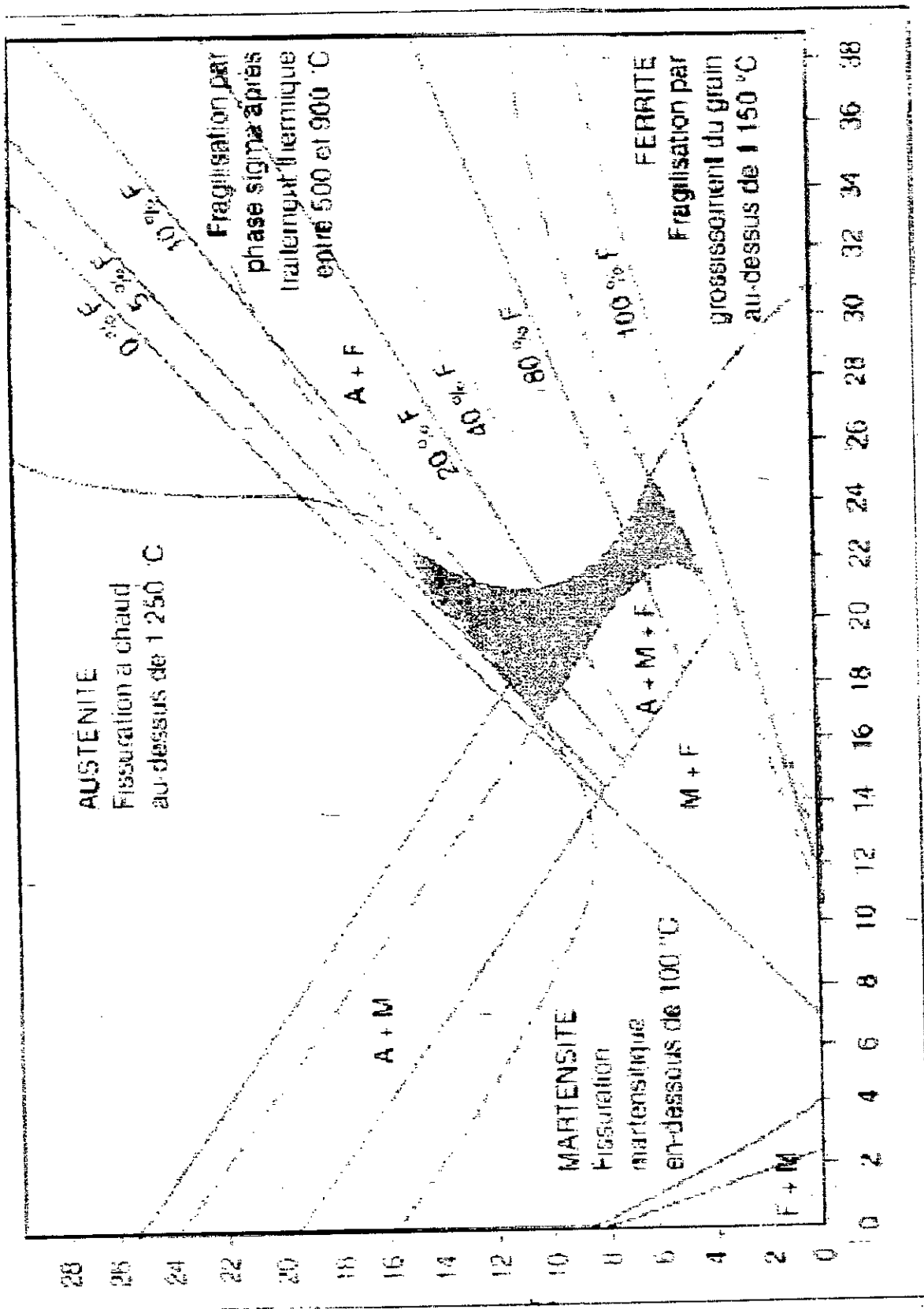


Fig 24: Diagramme de Schaeffler/Bystram. [24]
 Ordonnée: $Ni_{eq} = Ni + 30C + 0,5Mn$; abscisse: $Cr_{eq} = Cr + Mo + 1,5Si + 0,5Nb$.

2. Méthode de caractérisation structurale

Cette caractérisation consiste en

- Une observation micrographique au niveau du microscope optique. ___
- Une observation macrographique pour caractériser les différentes zones des soudures.
- Une mesure de la taille moyenne des grains austénitiques.
- Une mesure de dureté Vickers.
- Une diffraction aux RX.
- Une mesure d'atténuation des ondes ultrasonores.
- Un essai de traction et de résilience pour les soudures.

Elle s'est faite à deux niveaux :

- Caractérisation des échantillons traités thermiquement à 1050°C avec différents temps de maintien.
- Caractérisation des soudures des tubes.

2.1 Caractérisation des échantillons traités thermiquement

2.1.1- Observation micrographique

L'observation micrographique au microscope optique est une méthode de base pour l'étude des transformations structurales. La microscopie optique a pour but la mise en évidence de la microstructure de l'échantillon. L'obtention de la surface d'examen nécessite une suite d'opérations allant du prélèvement à l'attaque chimique. Le prélèvement doit être effectué de sorte à éviter tout échauffement ou écrouissage du matériau. Ces derniers peuvent entraîner une modification structurale de l'échantillon. Les échantillons destinés à l'observation métallographique ont été enrobés à froid poli aux différents papiers abrasifs allant du 180 au 1200. Un polissage de finition à la pâte de diamant est effectué sur ces échantillons. Pour révéler les joints de grains austénitiques, la solution d'attaque chimique était préchauffée à environ 60°C Elle est composée de : 10 ml HNO₃, 10ml acide acétique, 15ml HCL, 5ml de glycérol. Les durées d'attaque allaient de 20 à 25 secondes.

2.1.2 Mesure de la taille moyenne des grains [26]

Pour estimer le grossissement des grains austénitiques suite aux différents maintiens à 1050°C, nous avons utilisé la méthode d'analyse par traitement d'image. Nous avons utilisé un logiciel appelé APHELION.

Le but de l'analyse d'image est de fournir une description quantitative de l'image (nombre de cellules d'une certaine taille) ou une reconnaissance de forme (utile si les caractéristiques morphologique de l'image sont liées aux propriétés de l'objet). Elle est utilisée en sciences des matériaux, géologie, médecine, météo, agriculture et astronomie. Dans la métallographie quantitative, elle est utilisée pour mesurer la forme et la taille des grains par exemple.

Les analyseurs d'images quantitatifs se composent d'une caméra de télévision qui peut être combinée à un microscope optique, un appareil de projection ou un microscope électronique. Les signaux provenant de l'image reçue par la caméra sont traités par une unité centrale qui calcule les surfaces, effectue les comptages et répartit les particules en classe de diamètre. Il est également possible de déterminer des caractéristiques telles que le rapport entre les diamètres maximal et minimal. La zone en cours d'examen est

visualisée sur un écran; le système est accessible au clavier ou commandé par menu. Avec un tel dispositif, il est possible de choisir les objets à examiner, d'en effacer et de séparer des particules adjacentes.

2.1.3 Mesure de la dureté Vickers :

Les essais de dureté consistent à imprimer dans la pièce à tester un pénétrateur en forme de pyramide (essai Vickers) ou; de cône ou bille (dureté Rockwell) et à mesurer l'empreinte laissée. Dans le cas de la dureté Vickers, on mesure la diagonale d de l'empreinte considérée comme une pyramide droite et on lie cette information à la charge appliquée par la formule :

$$H_v = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad (26)$$

Où F : Niveau de la charge appliquée.

d : Diamètre de l'empreinte.

Nous avons réalisé (05) mesures par échantillon avec une charge de 10 Kgf. Une valeur moyenne a été calculée.

2.2. Diffraction des RX par les structures cristallines [27]

2.2.1 principe

La méthode de diffraction des RX est une méthode couramment utilisée pour étudier les éventuels changements de phases après retour à la température ambiante. Cette méthode consiste à soumettre l'échantillon à un faisceau de RX (voir fig.22). Certains plans de la structure cristalline de l'échantillon diffractent celui-ci. La différence de marche entre les ondes I et II est : (voir figure 22).

$$\delta = ABC = 2 \cdot AB = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta. \quad (27)$$

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

$$2d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (28)$$

D'où :

$$\theta = \text{Arc sin} \frac{n \lambda}{2d_{hkl}} \quad (29)$$

d_{hkl} : Distance entre (02) plans cristallins propres à chaque structure cristalline

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'écrouissage d'un matériau en observant la forme du pic de diffraction.

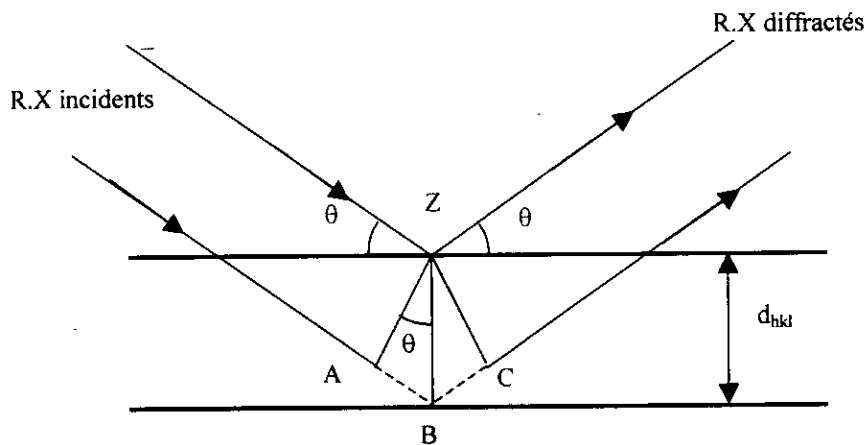


Fig. 22 : Géométrie de la diffraction de Bragg.

2.2.2 Principe de la mesure de la taille moyenne de cristaux :

Les raies de diffraction ne sont pas des traits comme le prévoit la relation de BRAGG. Dans la pratique, une raie de diffraction est une courbe en forme de pic centré sur l'angle de BRAGG et ayant une base plus ou moins large. Les origines de cet élargissement proviennent de facteurs divers liés d'une part à l'instrumentation et d'autre part au matériau lui-même. Les causes de l'élargissement dues au matériau peuvent provenir de :

- ✓ Variation de la composition.
- ✓ Déformation non homogène.
- ✓ Dimension moyenne des cristallites diffractants \bar{D} .

Dans le cas des échantillons analysés, les deux premières causes de l'élargissement peuvent être écartées. Ceci, en raison du fait que la composition chimique ne varie pas, de plus les échantillons ont subi préalablement un traitement de recuit à haute température.

La taille moyenne des cristaux diffractant est donnée par la relation de LAWE-SCHERRER [27].

$$\bar{D}(\text{Å}) = \frac{\lambda(\text{Å})}{\beta \cos \theta} \quad (30)$$

β : Largeur du pic de diffraction mesuré à mi-hauteur (exprimé en radian).

\bar{D} : Dimension moyenne des cristallites dans la direction normale aux plans réflecteurs conduisant à l'angle de Bragg θ .

Étant donné que les facteurs instrumentaux contribuent à l'élargissement du pic, la mesure de la largeur à mi-hauteur doit être corrigée. Pour cela, il est nécessaire de connaître les paramètres instrumentaux afin d'évaluer l'ouverture angulaire du faisceau diffracté β_0 . Cette valeur doit être retranchée de la valeur β_m mesurée sur le spectre de diffraction.

2.2.3 Principe de mesure de l'intensité diffractée

Considérant une structure cristalline quelconque qu'on décompose "par la pensée" en ses N structures simples. On choisit la structure d'origine. Si v est le nombre total d'atomes de chaque structure simple, et si on étudie la diffraction par une famille de plans (hkl), l'amplitude diffractée par chacune de ces structures dans la direction θ_{Bragg} peut s'écrire sous la forme :

$$a_i = v \cdot f_i \cdot a \quad (31)$$

où f_i : Facteur de diffusion atomique dans la direction θ .

a : Amplitude diffusée dans la direction θ par un atome.

L'amplitude totale diffractée par les N structures est donc:

$$a_{hkl} = \sum_{i=1}^{i=N} a_i \exp(j\phi_i)_{hkl} \quad (32)$$

$$a_{hkl} = v a_e \sum_{i=1}^{i=N} f_i \exp(j\phi_i)_{hkl} \quad (33)$$

Où ϕ_i est la différence de phase entre l'onde diffractée par la nième structure composante et la structure origine et ceci pour la réflexion (hkl).

On démontre que :

$$(\phi_i)_{hkl} = 2\pi (hx_i + ky_i + lz_i) \quad (34)$$

(x_i, y_i, z_i) étant les coordonnées de l'atome diffusant.

donc :

$$a_{hkl} = v a_e \sum_{i=1}^{i=N} f_i \exp[j2\pi (hx_i + ky_i + lz_i)] \quad (35)$$

Le facteur de structure est:

$$F_{hkl} = \sum_{i=1}^{i=N} f_i \exp[j2\pi (hx_i + ky_i + lz_i)] \quad (36)$$

Ou peut dire que l'intensité idéale de réflexion (hkl) est proportionnelle à $|F_{hkl}|^2$.

L'intensité mesurée pour la réflexion (hkl) fait intervenir plusieurs facteurs correctifs et on peut écrire:

$$I_{hkl} = \frac{k}{V^2} P \cdot L \cdot m \cdot A \cdot |F_{hkl}|^2 \cdot \exp(-2M) \quad (37)$$

Où k : Constante.

V : Volume de la maille élémentaire.

P : Facteur de polarisation : $f(\theta)$.

L : Facteur de LORENTZ : $g(\theta)$.

A : facteur d'absorption en général indépendant de θ et égale à $\frac{1}{2\mu}$.

μ : coefficient d'absorption massique du matériau.

m : facteur de multiplicité.

M : facteur de Température.

2.2.4 Dépouillement des diffractogrammes

Les échantillons destinés à la diffraction des RX avaient les dimensions suivantes: (15x15x2)mm, afin qu'ils puissent s'incorporer dans le porte-échantillon.

L'exploitation des diffractogrammes, nous a amené à:

1. Indexer les pics (détermination de la nature des phases diffractantes).
2. Séparer les pics en chevauchement.
3. Calculer l'intégral des intensités des différents pics indexés.
4. Mesurer la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction.

2.2.4.1 Indexation des pics:

A partir de la suite des angles 2θ mesurés sur le diffractogramme, on calcule la suite d_{hkl} . Sachant que la structure de notre matériau est cubique (c.f.c. + c.c.), on calcule les rapports quadratiques $Q_i^2 = \frac{d_i^2}{d_0^2}$ on parvient à séparer les pics relatifs à chacune des deux phases présentes. L'indexation de tous les pics correspondant aux deux phases α et γ devient automatique. Si un pic présent dans le diffractogramme n'est pas indexé à l'une des deux phases, cela devrait s'agir soit à la présence d'une troisième phase, soit le pic n'est qu'un parasite.

2.2.4.2 Séparation des raies en chevauchement:

Les deux premières raies les plus intenses correspondant aux phases γ et δ sont en chevauchement (voir fig. 23). Pour pouvoir calculer l'intégral de leur intensité on a été amenés à les séparer. Pour cela nous nous sommes appuyés sur les hypothèses suivantes:

- ✓ Les deux pics sont symétriques.
- ✓ Les deux pics ont une forme Gaussienne.

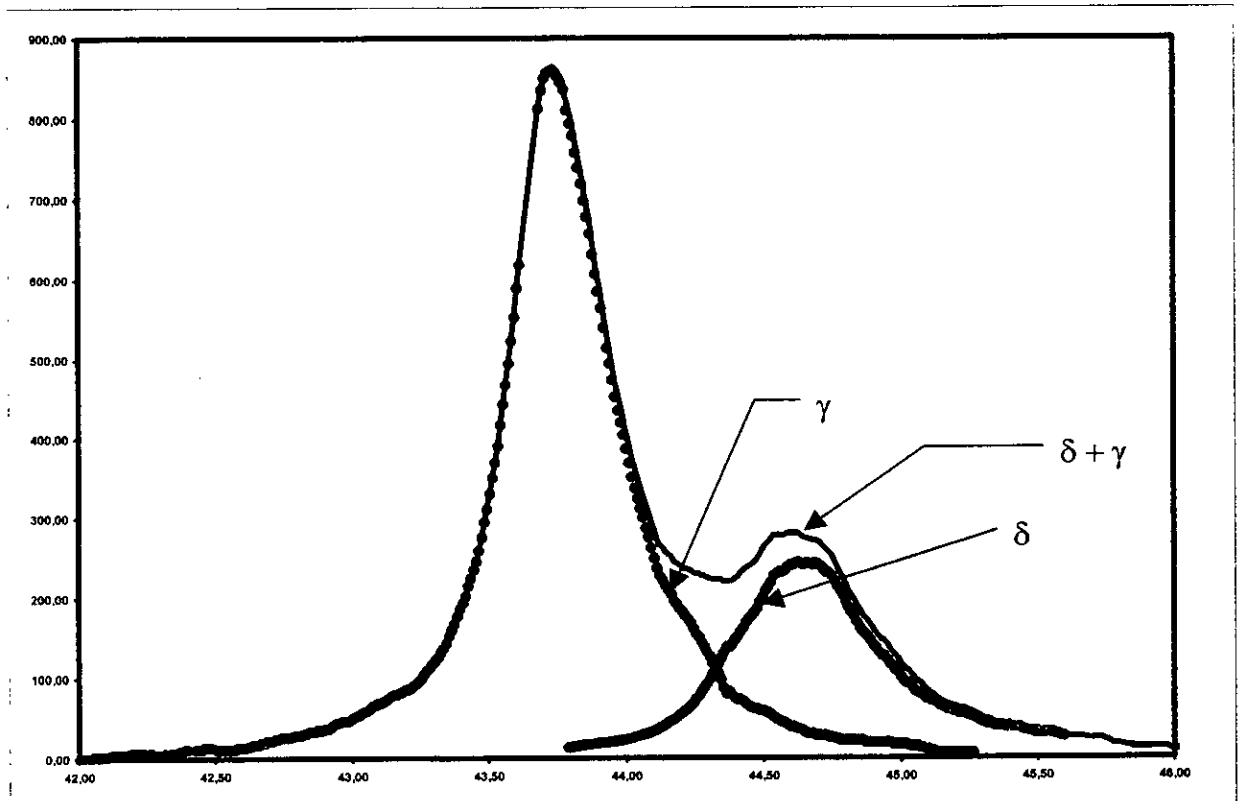


Fig. 23 : Séparation des pics (gamma/ Ferrite delta) du diffractogramme du matériau traité à 1050°C avec un maintien de 45mn.

2.2.4.3 Calcul de l'intégral des intensités :

Une fois les pics relatifs à chacune des deux phases ferritique et austénitique sont séparés, le calcul de l'aire totale d'un pic devient aisé numériquement. En effet, il suffit d'appliquer la méthode de SIMPSON aux données $I = f(2\theta)$.

$$I_{\text{int}} = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^{i=n} (I_n + I_{n+1})(\varphi_{n+1} - \varphi_n) \tag{38}$$

I : Intensité diffractée.

φ : 2θ tel que θ angle de Bragg.

2.2.4.4 Calcul de la fraction volumique de la ferrite δ :

Dans la pratique l'intensité intégrale diffractée par une phase i est proportionnelle à la fraction volumique v_i :

$$I_i = K_i v_i \tag{39}$$

On a alors pour les deux phases présentes δ et γ respectivement:

$$I_\delta = K_\delta v_\delta \tag{40}$$

et

$$I_\gamma = K_\gamma v_\gamma \tag{41}$$

Avec v_γ = Fraction volumique de la phase γ .

v_δ = Fraction volumique de la phase δ .

I_δ et I_γ sont les intensités intégrées des pics de la phase δ et ceux de la phase γ respectivement.

La constante de proportionnalité K_i dépend elle même de plusieurs facteurs dont certains sont reliés à la structure de la phase diffractante et d'autres dépendent du montage expérimental.

$$K_i = \frac{k}{V_i^2} P.L.m |F_{ihkl}|^2 A \exp(-2M) \tag{42}$$

Avec:

$$|F_{hkl}|^2 = 16.f^2 \text{ pour la phase austénitique } (\gamma)$$

$$|F_{hkl}|^2 = 4.f^2 \text{ pour la phase ferritique } (\delta).$$

f = facteur de diffusion atomique.

V = volume de la maille. Il est égale à $(a_\delta)^3$ pour la ferrite δ et $(a_\gamma)^3$ pour la phase (γ)

Pour un plan (hkl) , dans un système cubique on a:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \Rightarrow a = d_{hkl} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$\text{avec : } d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \text{ (relation de Bragg)}$$

Nous tirons la valeur de θ des diffractogrammes. Connaissant la valeur de la longueur d'onde (celle du cuivre $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) nous pouvons calculer les volumes respectifs de la phase (γ) et (δ).

Revenons aux formules (40) et (41):

Nous avons:

$$v_{\gamma} = \frac{I_{\gamma}}{K_{\gamma}} \quad (43)$$

et

$$v_{\delta} = \frac{I_{\delta}}{K_{\delta}} \quad (44)$$

Nous avons aussi:

$$v_{\gamma} + v_{\delta} = 1 \quad (45)$$

Ce qui nous donne:

$$v_{\gamma} = 1 - v_{\delta} \quad (46)$$

Par ailleurs nous avons:

$$\frac{v_{\delta}}{v_{\gamma}} = \frac{I_{\delta} \cdot K_{\gamma}}{I_{\gamma} \cdot K_{\delta}} \quad (47)$$

En remplaçons par (47) dans (46), nous aurons:

$$v_{\delta} = \frac{1}{1 + \frac{I_{\gamma} \cdot K_{\delta}}{I_{\delta} \cdot K_{\gamma}}} \quad (48)$$

Qui est la fraction volumique de la ferrite (δ).

Ce calcul a été fait pour les (07) échantillons traités thermiquement et celui du métal de base. Du diffractogramme de chaque échantillon, nous avons choisi (04) raies de chaque phase, il s'agit des raies suivantes:

Pour la phase gamma (γ), les raies : (111); (200); (220) et (311).

Pour la phase ferrite (δ), les raies : (110); (200); (211) et (220).

2.3 Méthode de caractérisation par ondes ultrasonores [28]

2.3.1 Principe

Le contrôle par ultrasons est un procédé de contrôle non destructif. Cette technique consiste à engendrer une impulsion ultrasonore dans le matériau et à observer les échos éventuels réfléchis par les discontinuités rencontrées.

Un milieu élastique est constitué par des petites particules réparties régulièrement dans l'espace et reliées entre elles par des forces de cohésion de la matière. Les ondes ultrasonores sont des vibrations acoustiques de hautes fréquences ($f > 20 \text{ KHz}$). Dans le contrôle non destructif, le domaine de fréquence utilisé pour les ondes ultrasonores s'étend généralement de 1 à 10 MHz. Une vibration acoustique, correspond à un ébranlement de ces particules de la matière. Chaque particule oscille et transmet à ses voisines le

mouvement. Les ondes ultrasonores peuvent être de différents types selon le mode de vibration des particules de la matière: ondes longitudinales; transversales, ondes de surface, ondes de LAMB, ondes planes et ondes sphériques. Ces ondes se déplacent à l'intérieur des matériaux avec une vitesse qui dépend de la nature du matériau.

2.3.2 Atténuation :

Les matériaux naturels produisent tous une atténuation plus ou moins prononcée des ondes ultrasonores. Dans le cas d'une onde plane, la pression acoustique diminue de façon exponentielle en fonction du trajet parcouru par l'onde.

$$P = P_0 \cdot e^{-\alpha x} \quad (49)$$

Avec P_0 = Pression initiale.

P = Pression après un parcours (x).

Le coefficient d'atténuation est défini par :

$$\alpha = \frac{\ln\left(\frac{P_0}{P}\right)}{x} \quad (50)$$

L'atténuation de l'onde est due principalement à deux phénomènes qui se superposent l'absorption et la diffusion. On peut écrire:

$$\alpha = \alpha_a + \alpha_d \quad (51)$$

2.3.2.1 Absorption

C'est la conversion directe de l'énergie ultrasonore en chaleur à cause des frottements internes au sein du matériau. Le coefficient d'absorption α_a augmente d'une façon linéaire avec la fréquence ultrasonore:

$$\alpha_a = A x f \quad (52)$$

Où A : Coefficient propre au matériau.

f : Fréquence de la vibration ultrasonore.

Cette absorption se traduit uniquement par une atténuation de l'onde en fonction de sa propagation.

2.3.2.2 Diffusion:

Les matériaux dans lesquels les ondes ultrasonores se propagent ne sont pas strictement homogènes. Les hétérogénéités peuvent correspondre aux grains d'un milieu polycristallin, aux différentes phases d'un alliage,...etc. Toutes ces hétérogénéités vont se comporter comme des "mini-interfaces" au passage desquelles l'onde ultrasonore pourra être légèrement déviée. Elles vont provoquer la réflexion d'une partie de son énergie. Cette diffusion se traduit donc par une atténuation de l'onde en fonction de sa propagation et aussi par une dissipation de l'énergie sous forme de rayonnement dans toutes les directions de l'espace. La diffusion est d'autant plus importante que les hétérogénéités sont grandes comparées à la longueur d'onde.

En résumé, la diffusion augmente lorsque la fréquence augmente (la longueur d'onde diminue) ou que par exemple la grosseur des grains augmente. Dans un milieu polycristallin, pour caractériser la diffusion par le coefficient de diffusion, il faut définir plusieurs domaines selon la valeur du diamètre moyen \bar{D} des grains [27].

- $\bar{D} < \frac{\lambda}{2}$ domaine de Rayleigh (le plus fréquent).

$$\alpha_d = B x \bar{D}^3 x f^4 \tag{53}$$

- $\frac{\lambda}{2\pi} < \bar{D} < \lambda$ domaine quadratique.

$$\alpha_d = C x \bar{D} x f^2 \tag{54}$$

Avec B et C : constantes dépendantes des caractéristiques mécaniques du matériau et de son anisotropie.

f : fréquence de la vibration ultrasonore.

2.3.3 Impédance acoustique :

Dans le cas où l'onde ultrasonore émise est une onde plane et où sa direction de propagation est perpendiculaire à l'interface, il est possible de calculer la fraction de l'onde qui est réfléchie et la fraction de l'onde qui est transmise. On définit alors deux coefficients:

- Le coefficient de réflexion :

$$R = \frac{P_r}{P_i} \tag{55}$$

Rapport de la pression ultrasonore réfléchie à la pression ultrasonore incidente.

- Le coefficient de transmission:

$$T = \frac{P_t}{P_i} \tag{56}$$

Ces deux coefficients R et T peuvent être calculés à partir d'une grandeur propre aux matériaux et qui est l'impédance acoustique Z .

L'impédance acoustique Z caractérise la qualité du matériau à transmettre les ondes ultrasonores. Dans le cas des ondes planes, l'impédance acoustique Z est égale au produit de la masse volumique ρ du matériau par la vitesse de propagation V des ondes ultrasonores dans ce matériau.

$$Z = \rho x V \tag{57}$$

2.3.4 Mesure de l'atténuation :

Le schéma du dispositif de mesure de l'atténuation est présenté sur la fig. 24. Ces mesures ont été réalisées en immersion sous incidence normale. Nous avons utilisé une fréquence de 10 MHz. Les échantillons étaient positionnés face au palpeur focalisé. L'épaisseur d'eau c-à-d la distance palpeur-pièce est choisie de telle manière que la tache focale soit exactement sur la surface de l'échantillon.

2.3.4.1 Mesure des vitesses des ondes longitudinales dans le matériau :

Avant d'entamer ces mesures nous avons déterminé la vitesse de ces ondes C_1 dans l'eau à la température ambiante: $C_1 = 1491$ m/s.

2.3.4.2 Mesure de l'atténuation

L'équation (50) a été utilisée pour obtenir le coefficient d'atténuation. Ce coefficient est déterminé par les amplitudes de (03) échos successifs. Dans la littérature, le coefficient d'atténuation ne se réfère pas à la pression acoustique, mais plutôt à l'intensité [29]. Si ce dernier est noté α_j , la loi de l'atténuation de l'intensité peut s'écrire sous la forme :

$$J = J_0 e^{-\alpha_j x} \quad (58)$$

J : Intensité de l'onde ultrasonore.

J_0 Intensité initiale de l'onde ultrasonore.

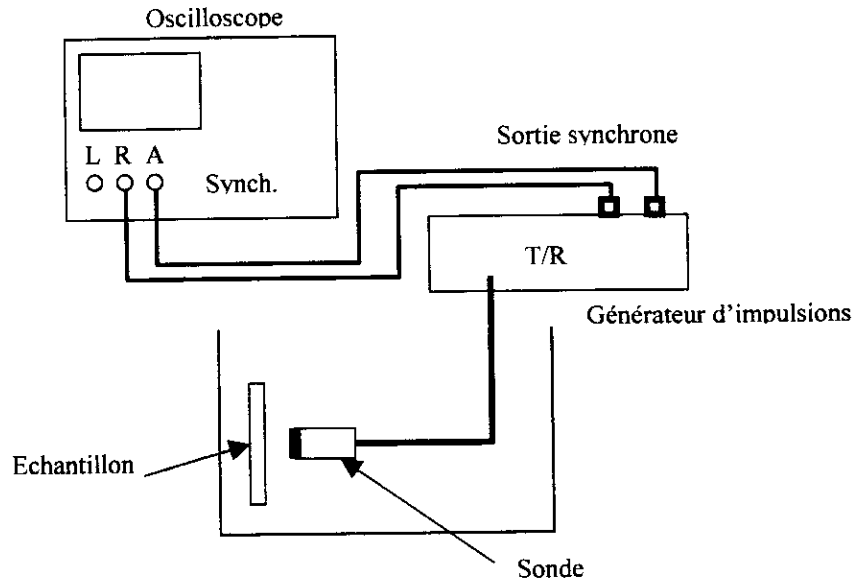


Fig. 24: Dispositif de mesure de l'atténuation ultrasonore.

Sachant que l'intensité est proportionnelle au carré de la pression acoustique, on obtient alors:

$$e^{-\alpha_j x} = e^{-2\alpha x} \quad (59)$$

Donc

$$\alpha_j = 2\alpha \quad (60)$$

αx est l'atténuation sur une distance x . C'est un nombre exprimé en Nepers [Np]. Il peut être donné en [Np/cm] ou en [dB/m].

Sachant que:

$$\alpha_d = \ln\left(\frac{P_0}{P}\right) \quad [Np]$$

et :

$$\alpha_x = 20 \text{Log}_{10}\left(\frac{P_0}{P}\right) \quad [dB]$$

$$\text{et que } \text{Log}_{10} x = 0.434.Lnx \quad \Rightarrow \quad 1Np = 8.686dB$$

Si le coefficient α s'exprime par mm de longueur, les valeurs numériques en [dB/mm] et [Np/cm] sont presque identiques: $1 [Np/cm] = 0.87 [dB/mm]$

Si on considère que l'amplitude de la pression acoustique émise dans l'eau par la sonde est E_0 , celle - ci devient, après que l'onde ait parcouru une épaisseur x d'eau : $E_0.e^{-\alpha_e x}$ où α_e est le coefficient d'atténuation dans l'eau. Une partie de l'onde ayant pour amplitude $(R_e.E_0.e^{-\alpha_e x})$ est réfléchiée sur l'interface eau/acier vers la sonde, alors que l'autre partie d'amplitude $(T_p.E_0.e^{-\alpha_e x})$ est transmise à l'intérieur de la pièce. Cette dernière parcourt une épaisseur y dans la pièce, en s'atténuant, elle devient :

$T_p \cdot E_0 \cdot e^{-\alpha_e \cdot x} \cdot e^{-\alpha_p \cdot y}$ où α_p étant le coefficient d'atténuation du matériau, à déterminer. L'onde se réfléchit sur la face arrière avec une amplitude : $R_p \cdot T_p \cdot E_0 \cdot e^{-\alpha_e \cdot x} \cdot e^{-\alpha_p \cdot y}$ et devient, après retour vers la face avant : $R_p \cdot T_p \cdot E_0 \cdot e^{-\alpha_e \cdot x} \cdot e^{-2\alpha_p \cdot y}$.

Une partie de l'onde, d'amplitude ($R_p \cdot T_p \cdot T_e \cdot E_0 \cdot e^{-\alpha_e \cdot x} \cdot e^{-2\alpha_p \cdot y}$), transmise dans l'eau, parcourt de nouveau l'épaisseur d'eau et arrive à la sonde avec une valeur $R_p \cdot T_p \cdot T_e \cdot E_0 \cdot e^{-2(\alpha_e \cdot x + \alpha_p \cdot y)}$. Cette dernière, après amplification, est la valeur du premier écho de fond visualisé sur l'écran.

En réalité, la pression acoustique mesurée ($T_s \cdot R_p \cdot T_p \cdot T_e \cdot E_0 \cdot e^{-2(\alpha_e \cdot x + \alpha_p \cdot y)}$) n'est qu'une partie de la pression de l'onde arrivant sur la sonde, où T_s est le coefficient de transmission de l'eau vers la sonde.

L'expression générale de l'amplitude d'un écho de fond n quelconque est :

$$E_n = R_p^{2n-1} \cdot T_p \cdot T_e \cdot E_0 \cdot e^{-2(\alpha_e \cdot x + n\alpha_p \cdot y)} \quad (61)$$

Où :

$$R_p = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad (62) \quad \text{et} \quad T_e = T_p = \frac{2Z_1}{Z_1 + Z_2} \quad (63)$$

- Z_1 et Z_2 : sont respectivement les impédances acoustiques de l'eau et de l'acier.

Avec $Z_1 = \rho_1 \cdot C_1$ et $Z_2 = \rho_2 \cdot C_2$

- ρ_1 et ρ_2 : sont respectivement les masses volumiques de l'eau et de l'acier.

- C_1 et C_2 : sont respectivement les vitesses des ondes longitudinales dans l'eau et dans l'acier.

Après amplification, l'expression de l'amplitude lue sur l'écran de l'oscilloscope devient:

$$E_n = A \left[E_0 \cdot T_p \cdot T_e \cdot R_p^{2n-1} \cdot e^{-2(\alpha_e \cdot x + n\alpha_p \cdot y)} \right] + c \quad (64)$$

- A : Coefficient d'amplification.

- c : Différence de niveaux entre la base de temps et le niveau "zéro" de l'écran, qui ne sont pas toujours ajustés.

A et c sont constants pour une même série d'échos.

La valeur du coefficient d'atténuation α_p est donnée par l'équation :

$$\alpha_p = \frac{1}{2y} \ln \left(R_p^2 \left| \frac{E_n - E_{n+1}}{E_{n+1} - E_{n+2}} \right| \right) \quad [Np / mm] \quad (65)$$

On remarque que le nombre d'échos utilisés, pour calculer α_p est de trois. Avec six échos on peut calculer quatre valeurs de l'atténuation. La moyenne de ces quatre valeurs sera le coefficient d'atténuation α_p considéré.

Nous avons:

- Masse volumique de l'eau à température ambiante : $\rho_1 = 0.978 g/cm^3$.

- Masse volumique de l'acier : $\rho_2 = 7.75 g/cm^3$

- Vitesse des ondes longitudinales dans l'eau : $C_1 = 1493m/s \Rightarrow Z_1 = 1.460 \cdot 10^6 Kg/m^2s$

- Vitesse des ondes longitudinales dans l'acier : (voir tableau 7 page 60).

2.4 Caractérisation des soudures des tubes :

Pour la caractérisation des soudures, nous avons prélevé des tubes soudés (voir fig. 25) schéma de prélèvement) un certains nombre d'éprouvettes:

- ✓ (02) éprouvettes par tube soudé pour les essais de traction.
- ✓ (04) éprouvettes par tube soudé prélevées (02) sur la zone fondue (02) sur la zone affectée thermiquement pour les essais de résilience.
- ✓ (04) éprouvettes par tube soudé pour la caractérisation métallographique (macrographie, micrographie, dureté). Sur ces éprouvettes nous, avons travaillé sur une seule éprouvette, car on considère qu'elles sont similaires sur les plans caractéristiques (domaine quasi-stationnaire concernant la répartition thermique de la chaleur durant le soudage).

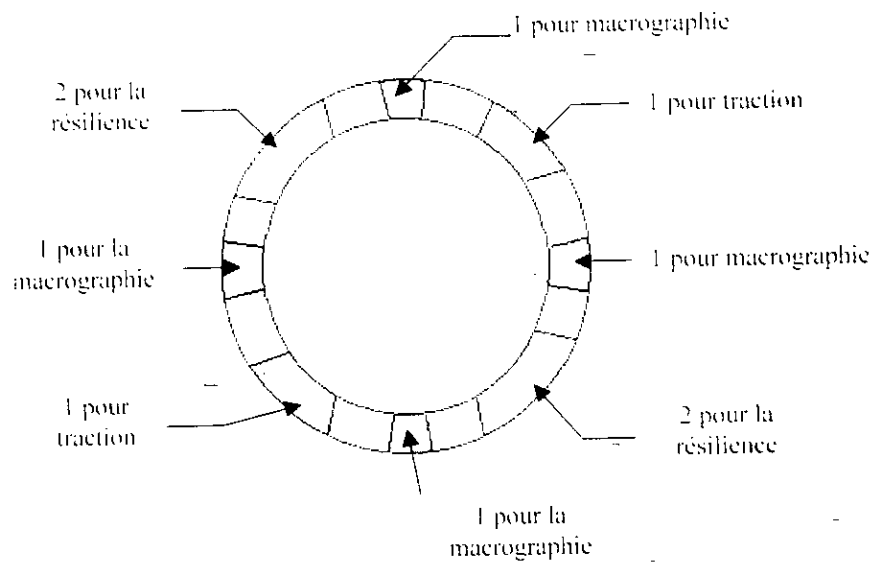


Fig. 25: Schéma de prélèvement des éprouvettes pour la caractérisation des joints soudés.

2.4.1 Macrographie :

Le but de la macrographie, est de révéler avec un bon contraste les différentes zones de chaque soudure. Dans le cas de ces aciers, le but est aussi de révéler la structure colonnaire de l'austénite, phase largement majoritaire dans la zone fondue. D'après Lin [30], chaque zone révélée en macrographie par un contraste particulier, correspondrait à un ensemble de grains présentant une orientation commune.

Pour l'attaque chimique, nous avons retenu celle à l'eau régale (un volume d'eau, un volume d'acide nitrique à 65% et deux volumes d'acide chlorhydrique à 36%). La durée d'attaque était de 10 à 15 mn. Les macrographies sont réalisées dans les plans (TV) comme indiqués sur la fig. 26.

2.4.2 Micrographie :

L'intérêt de la micrographie est de révéler la nature des phases présentes dans les différentes zones de la soudure. Nous avons utilisé une solution d'attaque contenant 10 ml d'acide nitrique (HNO₃), 10ml d'acide

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé
 acétique, 15ml d'acide chlorhydrique (HCL), 5ml de glycérol. Il nous a été très difficile de révéler les joints de grains austénitiques. Plusieurs solutions chimiques, avec plusieurs durées d'attaque ont été testées. Les durées d'attaque retenues allaient de 20 à 25 secondes.

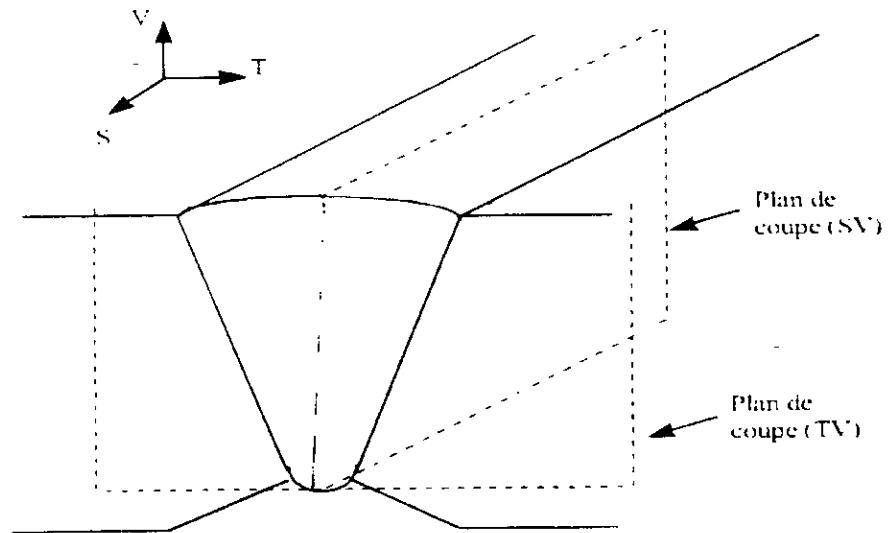


Fig. 26 : Définition des deux plans de coupe pour les observations macrographiques et micrographiques.

2.4.3 Essais mécaniques :

2.4.3.1 Profil de dureté Vickers: $Z_F \rightarrow M_B$

Un balayage de la zone fondue jusqu'au métal de base non affecté par la chaleur a été fait sur les deux soudures (voir le schéma de balayage sur la fig. 27). La charge utilisée est de 10kgf.

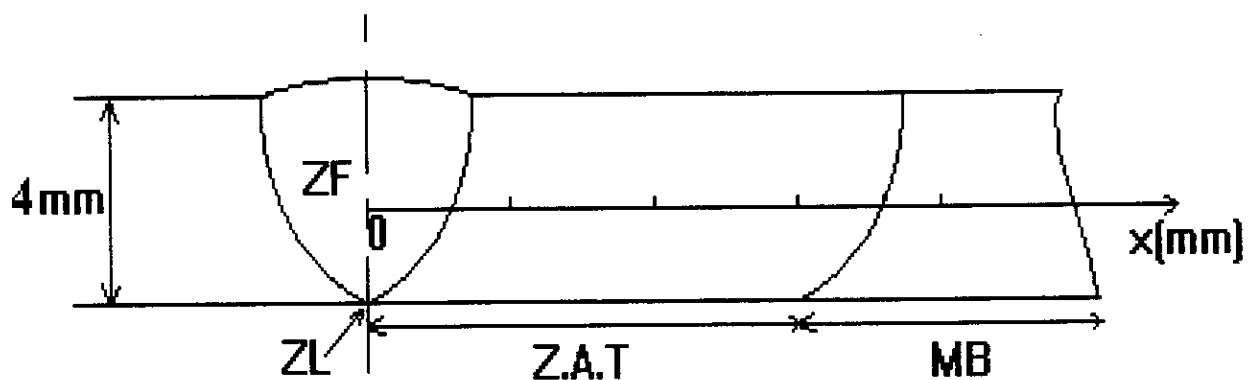


Fig. 27: Schéma illustrant le mode de balayage pour la mesure de la dureté Vickers (Hv 10 kgf)

2.4.3.2 Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés au niveau du laboratoire de contrôle de GTP à Reghaia. Ces derniers ont été réalisés selon la norme NF EN 10002-1

2.4.3.3 Essais de résilience:

Pour les essais de résilience, ces derniers ont été réalisés au même laboratoire de GTP. Ils ont été réalisés selon la norme NF EN 10045-1

**RESULTATS ET
INTERPRETATIONS**

EFFETS DE LA DUREE DE TRAITEMENT A HAUTE TEMPERATURE

1. Evolution de la taille des grains

1.1 Observations micrographiques

L'observation micrographique des échantillons traités révèle une nette tendance au grossissement du grain austénitique en fonction de la durée de maintien à haute température (1050 °C) (fig. 28). En effet, ce grossissement est observable à partir de 30 mn de maintien à cette température. Par ailleurs, ces micrographiques présentent des structures bien maclées.

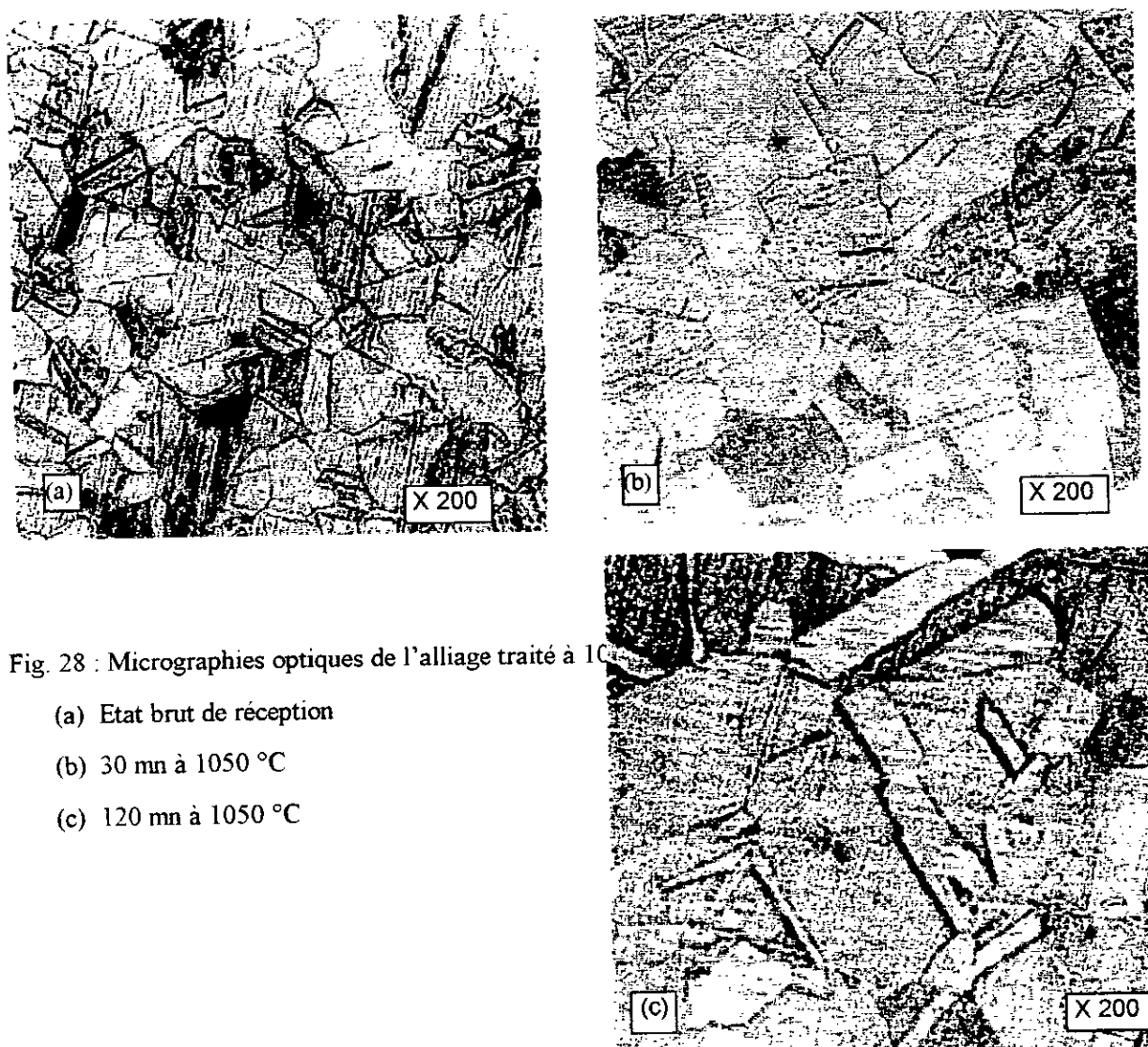


Fig. 28 : Micrographies optiques de l'alliage traité à 1050 °C

- (a) Etat brut de réception
- (b) 30 mn à 1050 °C
- (c) 120 mn à 1050 °C

1.2 Mesure de la taille des grains par analyse d'image

Les mesures de la taille moyenne des grains par analyse d'image confirme cette tendance au grossissement du grain austénitique. D'après la fig. 29, on constate que la taille moyenne des grains déterminée par cette

méthode évolue d'abord lentement durant les 50 premières minutes, puis augmente plus rapidement et atteint une valeur de 35 μm lorsque la durée de maintien à 1050 °C devient 180 min.

Pour les mesures que nous avons réalisées, nous avons émis l'hypothèse selon laquelle les grains sombres sont « assimilés » par seuillage à des gros joints de grains. En effet, sur de telles images en niveau de gris, certains grains monophasés présentent un niveau de gris comparable à celui de joints de grains. Il est donc difficile de discriminer ces grains, et aussi, de tenir compte de leur contribution à la détermination de la taille moyenne des grains. 80 à 90% de grains sont pris en compte. Certains problèmes nous ont gêné pour réaliser ces mesures, parmi lesquels nous citons l'hétérogénéité de l'éclairage, la présence de macles ainsi que la présence de la ferrite au niveau des joints de grains austénitiques pour le métal de base. Les valeurs mesurées par cette technique sont au moins dix fois inférieures aux valeurs réelles.

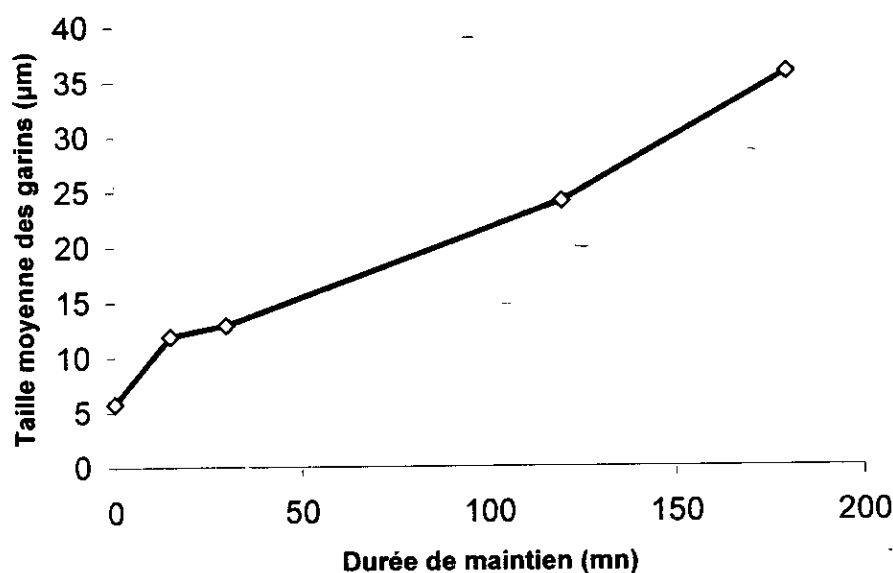


Fig. 29 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de la durée de maintien à 1050°C.

1.3. Mesure de la taille des grains par diffraction des RX

La méthode par diffraction des RX permet de distinguer les grains de phase delta et les grains de phase gamma. Ainsi, il est possible de mesurer les tailles respectives de chacune des deux phases. Dans le cas présent, nous nous sommes intéressés uniquement à la phase austénitique; la phase delta étant minoritaire. Les valeurs mesurées sont présentées sur la fig. 30. Les résultats montrent que la taille des grains reste sensiblement invariable durant les 15 premières minutes de traitement ($D_m \sim 175 \text{ \AA}$). Par contre pour des durées plus élevées de traitement, la taille des grains évolue vite avant de se stabiliser autour de 205 \AA .

Notons par ailleurs, que les valeurs mesurées par la méthode de diffraction des RX sont sensiblement faibles par rapport aux valeurs réelles de dimensions des grains. Ceci provient du fait que nous n'avons pas effectué les corrections nécessaires de la largeur à mi-hauteur des raies de diffraction. Pourtant, les valeurs calculées ont été effectuées sur la moyenne des 5 premières raies de la phase gamma.

Une fois les paramètres instrumentaux pris en compte, la correction de la valeur vraie de la largeur à mi-hauteur peut s'exprimer comme suit :

$$\beta = \beta_m - \beta_0 \quad (66)$$

$$\text{On peut l'exprimer également sous la forme : } \beta = \sqrt{\beta_m^2 - \beta_0^2} \quad (67)$$

β_m = largeur à mi-hauteur mesurée. Elle correspond à deux causes d'élargissement:

β_0 qui correspond à l'ouverture instrumentale du faisceau.

β qui correspond à l'élargissement angulaire du au facteur de forme.

Pour que les résultats soient significatifs il faut que l'élargissement par effet de forme soit supérieur à celui du à l'ouverture du faisceau. Dans notre cas, nous ignorons la valeur de β_0 c'est la raison pour laquelle nos calcul paraissent relativement faibles. Il est à noter que ces calculs concernent uniquement les cristaux de la phase austénitique. Alors que l'analyse d'image nous a donner une valeur mesurée sur l'ensemble de la matrice c'est à dire les deux phases incluses.

En comparant les résultats obtenus par les deux techniques on constate Bien que la taille des grains austénitiques augmente

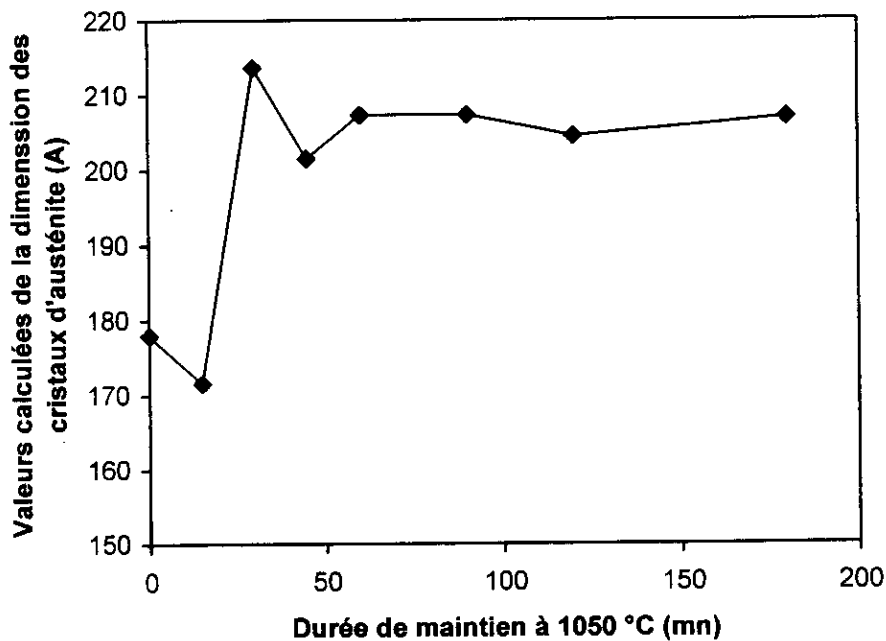


Fig. 30 : Variation des diamètres moyens des cristaux d'austénite en fonction de la durée de maintien à 1050°C.

1.4 Influence du grossissement des grains sur la dureté du matériau

Le grossissement du grain entraîne une diminution sensible de la dureté globale de la matrice (fig.31). La valeur moyenne de la dureté mesurée sur un échantillon traité pendant 15 min à 1050 °C est de 165.4 Hv alors que celle mesurée sur un échantillon traité pendant une durée de 3h est de 141.6 Hv.

1.5 Conclusions

Le grossissement de grain austénitique observé est lié principalement au mouvement du joint d'interface γ/γ . Il est à remarquer que l'analyse micrographique révèle la présence de deux principaux types de joints :

- ✓ Les joints de macles parallèles aux plans cristallins (111) de la matrice. Du fait de leur faible énergie (joints cohérents), ces joints sont stables dans le temps malgré la température élevée et n'interviennent pas dans le processus de grossissement des grains.
- ✓ Les joints incohérents dont l'énergie d'interface est relativement plus élevée, peuvent - sous l'action de la température - se déplacer dans la matrice entraînant le grossissement du grain. Ce

déplacement provoque la disparition de certains grains dont le rayon de courbure des joints est convexe en faveur d'autres dont le même rayon et concave.

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 [5].

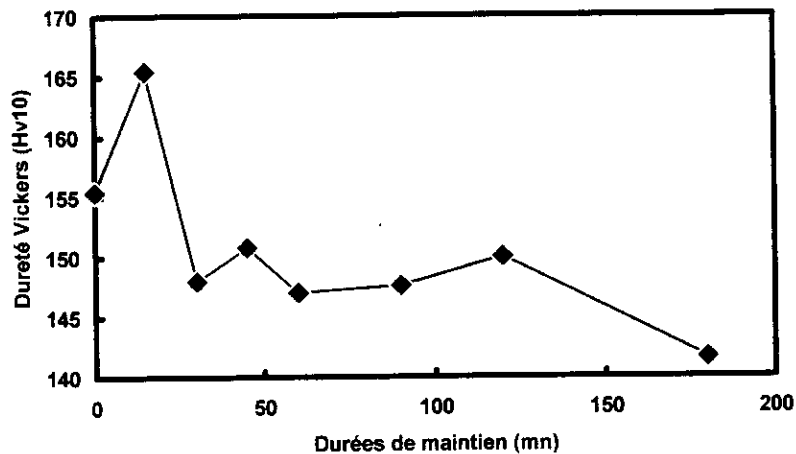


Fig. 31 : Evolution de la dureté Vickers en fonction de la durée de maintien à 1050 °

2. Influence sur les transformations structurales

2.1 Effets sur la forme des pics de diffraction

En observant les digrammes de diffraction (fig. 32) obtenus à partir des échantillons traités à 1050 °C pendant des durées variables, on constate que :

L'intensité de l'ensemble des pics relatifs à la phase γ augmentent au fur et à mesure que la durée de maintien augmente. Ce phénomène s'explique par une recristallisation de la structure entraînant une relaxation des contraintes dues à la mise en forme.

Cependant, l'intensité du pic (220) de la même phase diminue d'abord durant les 60 premières minutes avant de croître de nouveau lorsque la durée de traitement augmente. Par ailleurs, en comparant l'intensité du pic (220) γ avec le pic (111) γ on constate que le rapport des deux intensités est élevée dans le cas du matériau non traité par rapport à celui des autres échantillons traités. On conclut donc que le traitement de haute température conduit à une baisse de la texture du matériau.

Le pic principal de la ferrite (110) δ se détache progressivement du pic (111) γ . D'autre part, l'intensité du pic (110) δ augmente sensiblement lorsque la durée de traitement augmente, indiquant ainsi, que le taux de ferrite δ croît.

L'intensité du pic (211) δ évolue sensiblement lorsque les durées de maintien à haute température deviennent importantes (> 100 mn).

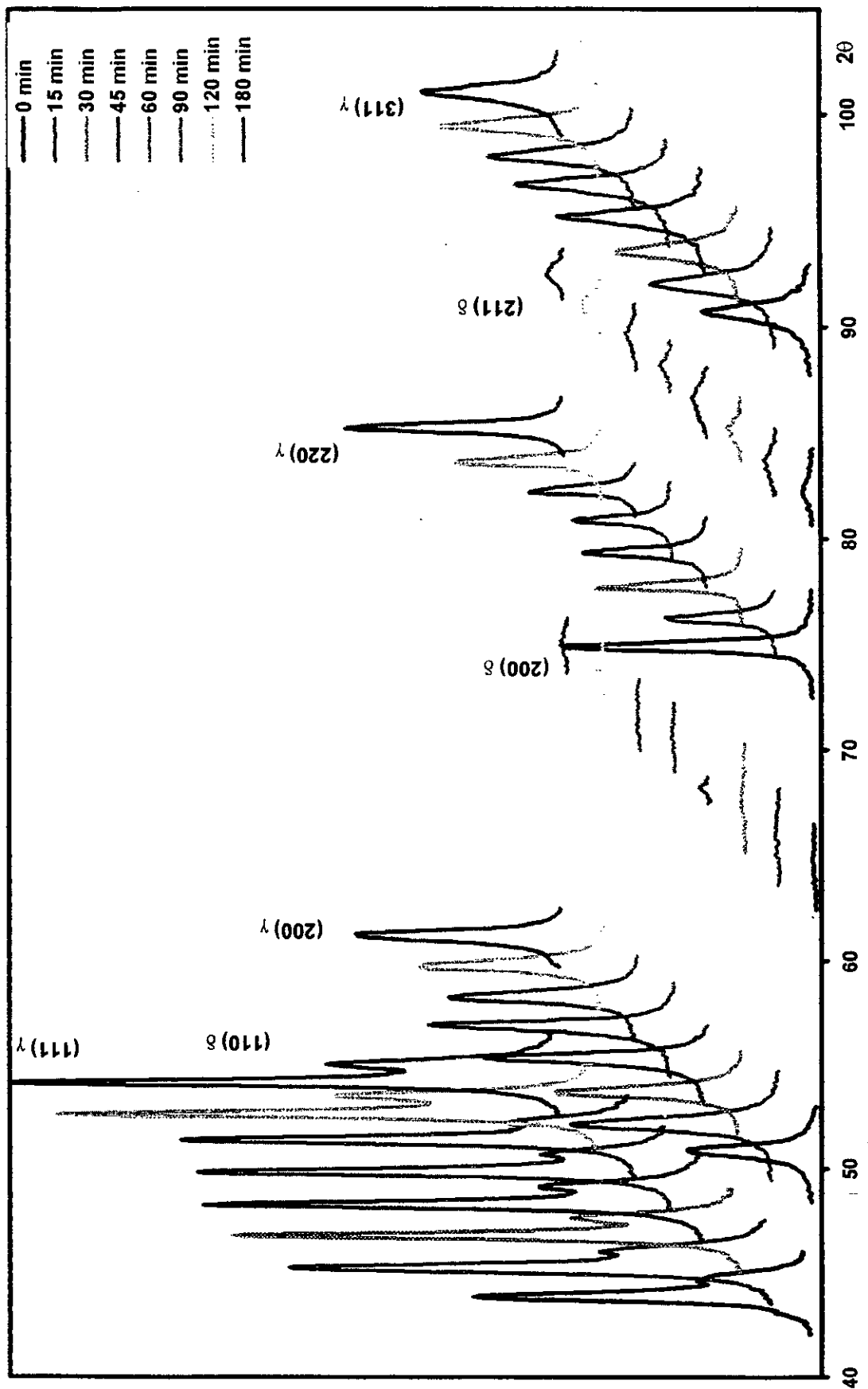


Fig. 32 Diffractogrammes de RX montrant l'évolution des pics de diffraction en fonction de la durée de traitement à 1050 °C.

2.2 Evolution du taux de ferrite δ

Le taux de ferrite delta dans les acier inoxydables austénitiques et même les acier austéno - ferritiques (duplexes) pose des problèmes de fragilisation (diminution de la résilience des éléments soudés) car elle favorise la précipitation d'une phase intermétallique sigma. Pourtant, sa présence est souhaitée car elle préserve les joints soudés de la fissuration à chaud. De ce fait, un compromis est recherché entre ces deux phénomènes en fonction de l'utilisation et des moyens mis en œuvre. Les mesures du taux de ferrite δ sont importantes pour connaître le comportement future de l'élément soudé, particulièrement en fatigue mécanique et thermo-mécanique.

La fig. 33 montre que les traitements de haute température (1050 °C) influent sur l'état structurale de la matrice. Les mesures des fractions volumiques des phases présentes à la température ambiante à l'issu d'un refroidissement à l'air montrent que le taux de ferrite δ métastable évolue peu durant les 90 premières minutes de maintien. En effet, le taux mesuré de ferrite reste proche de celui du matériau brut de réception ($v_{\delta} = 17\%$). Un maintien plus long conduit à une évolution sensible du taux de ferrite qui passe à 25 % environ (Fig. 33).

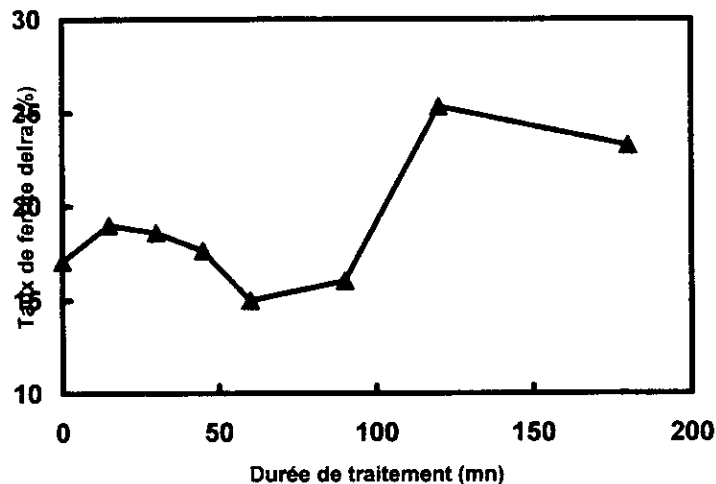


Fig. 33: Evolution du taux de ferrite delta en fonction du temps de maintien à 1050°C.

3. Evolution de l'atténuation ultrasonore

Les mesures de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans les échantillons traités à haute température diffèrent peu de celle du matériau non traité (tableau 7). En effet, la valeur maximale (6250 m/s) est mesurée à partir de l'échantillon traité durant 3 h. La valeur minimale (5839 m/s) est mesurée à partir de l'échantillon ayant subi un maintien de 2 h à 1050 °C. Comparées à la vitesse de propagation dans le matériau non traité (5952 m/s), on peut dire que dans les conditions expérimentales de nos mesures, la vitesse de propagation des ondes ultrasonores reste insensible aux évolutions de la microstructure du matériau (fig. 34).

De même, les mesures de l'atténuation ne nous ont pas permis de conclure sur l'évolution de la taille des grains durant le traitement à 1050 °C. En effet, les valeurs elles mêmes (voir tableau 8) n'expriment pas une tendance concrète (fig. 35). Les raisons de ces résultats peuvent provenir de plusieurs facteurs liés soit à la

Influence du traitement de haute température sur le comportement structural de l'acier inoxydable austénitique 304L soudé

pièce elle même (nature du matériaux, structure maclée. épaisseur de la pièce) soit à des facteurs instrumentaux (sensibilité de la sonde, choix de la fréquence, fluide d'immersion ...).

Tableau 7: vitesses des ondes ultrasonores dans les différents échantillons traités à 1050°C.

temps (mn)	Vitesse (m/s)
0	5952
15	6201
30	5882
45	6154
60	6107
90	6107
120	5839
180	6250

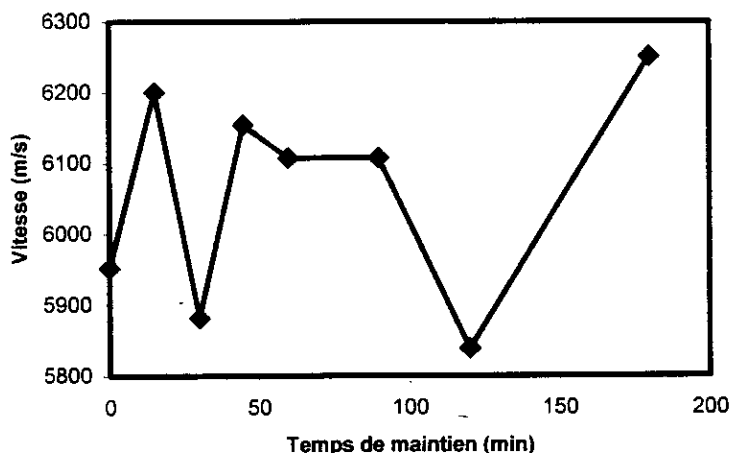


Fig. 34 Variation de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores en fonction du temps de maintien à 1050 °C

Tableau 8 : Résultats des mesures de l'atténuation ultrasonores sur les échantillons traités à 1050 °C.

temps (mn)	atténuation (Neper/cm)
0	0,59
15	0,89
30	0,17
45	0,51
60	0,22
90	1,4
120	0,56
180	0,5

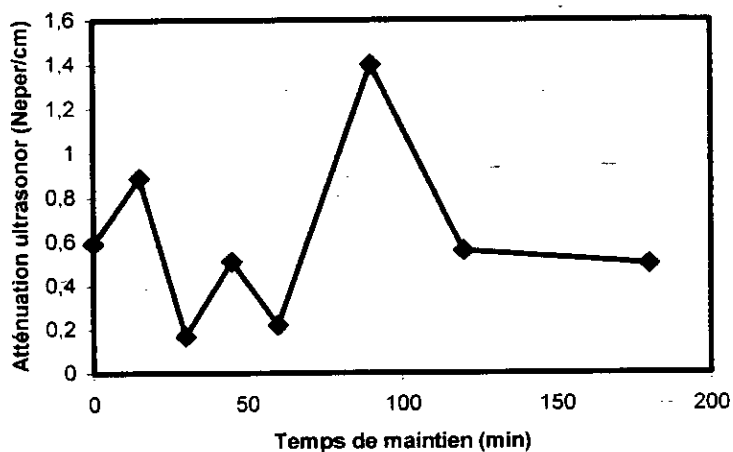


Fig. 35 Variation de l'atténuation ultrasonores en fonction du temps de maintien à 1050 °C

2. Caractérisation des joints soudés

2.1 Macrographie

L'observation macrographique (fig. 36) montre que la structure de la zone affectée thermiquement est manifestement grossière dans le cas du tube traité préalablement durant 4 h à 1050 °C (fig 36 (a)).

Comparativement au tube traité avant soudage, les deux passes sont nettement visibles dans le cas du tube non traité (fig. 36 (b)).

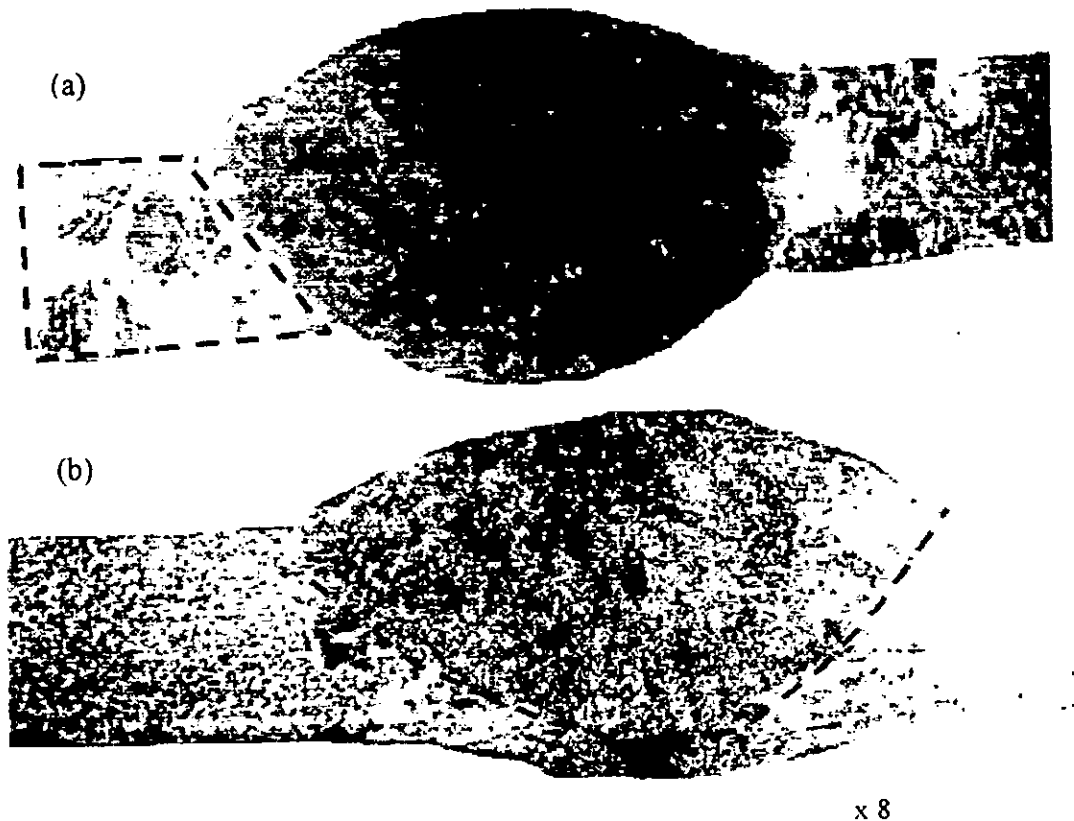


Fig. 36 : (a) Vue macrographique du tube traité pendant 4 h à 1050 °C
(b) Vue macrographique du tube non traité.

2.2 Micrographie

L'observation micrographique confirme bien la structure grossière de la zone de surchauffe en comparaison avec la structure de l'éprouvette non traité (fig. 37 (a) et (b)). Par ailleurs on constate que la zone de liaison qui sépare la zone fondue du métal de base est très nette dans le cas du tube traité. De plus l'aspect de la structure de solidification dans la zone fondue est plus fine que dans celle du tube non traité.

Dans le cas du tube non traité les dendrites de solidification sont observables et confirment la croissance par épitaxie [13].

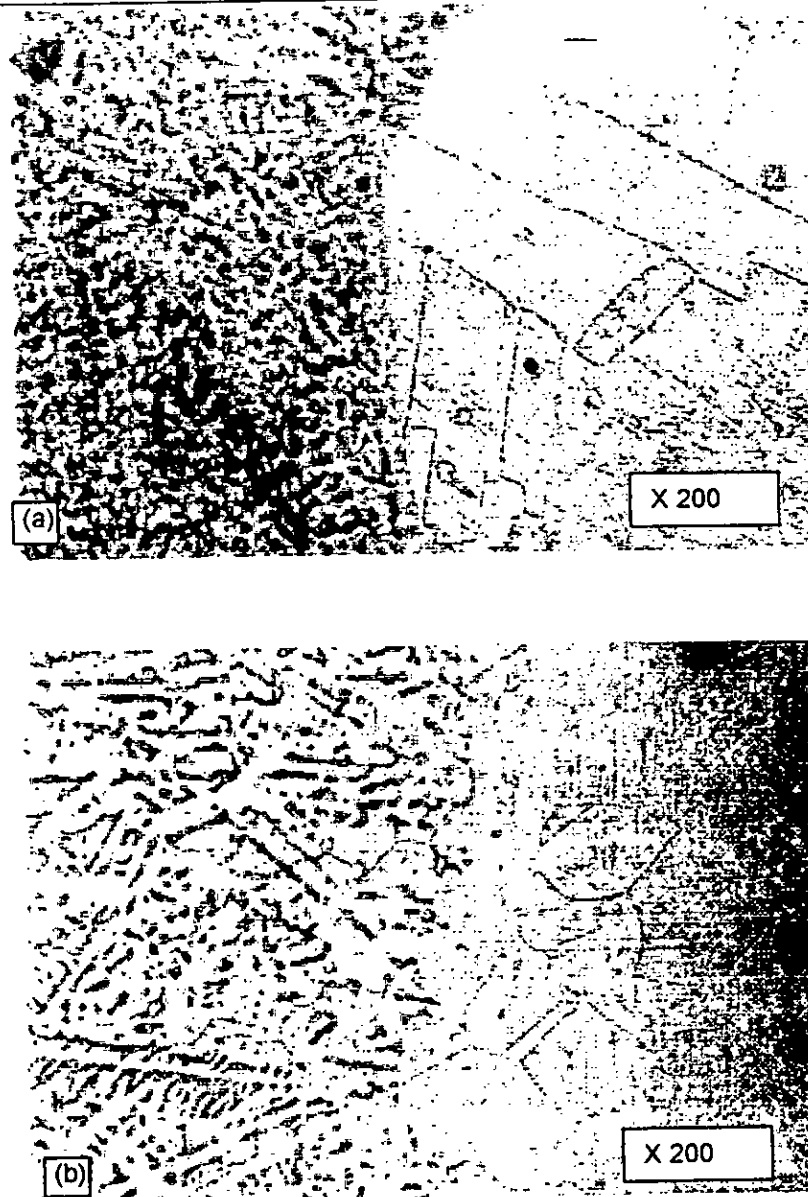


Fig. 37 : Micrographies optiques de la zone de liaison métal de base - zone fondue.

(a) tube traité 4 h à 1050 °C

(b) tube non traité.

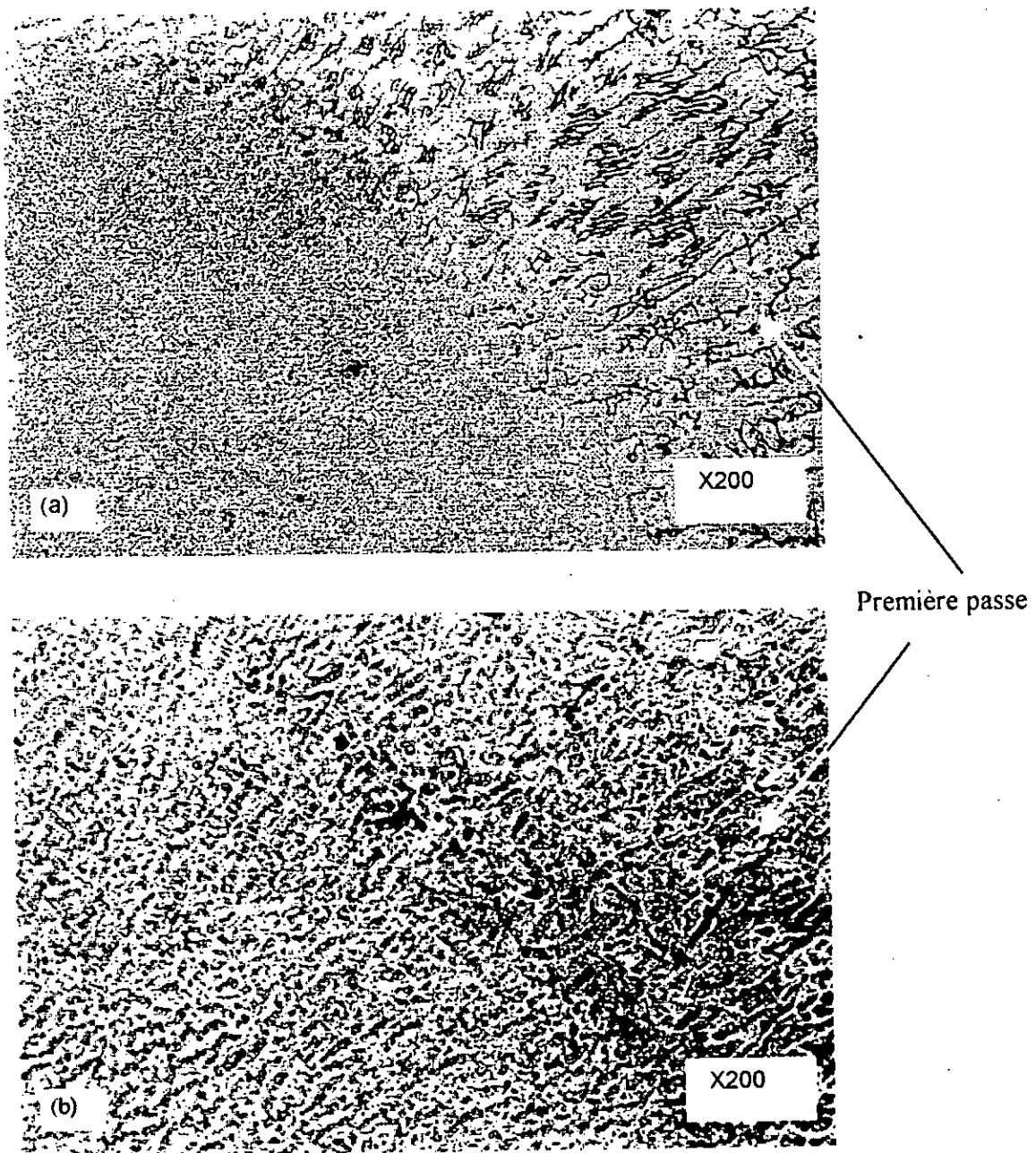


Fig. 38 : Micrographies optiques de la zone de liaison première passe - deuxième passe de soudage.

(a) tube non traité.

(b) tube traité 4 h à 1050 °C.

Dans ces micrographies le phénomène de croissance par épitaxie de la deuxième passe de soudage sur la première est nettement marqué sur les deux soudures. La structure brut de solidification de la deuxième passe dans le cas du tube non traité paraît plus fine que celle du tube traité.

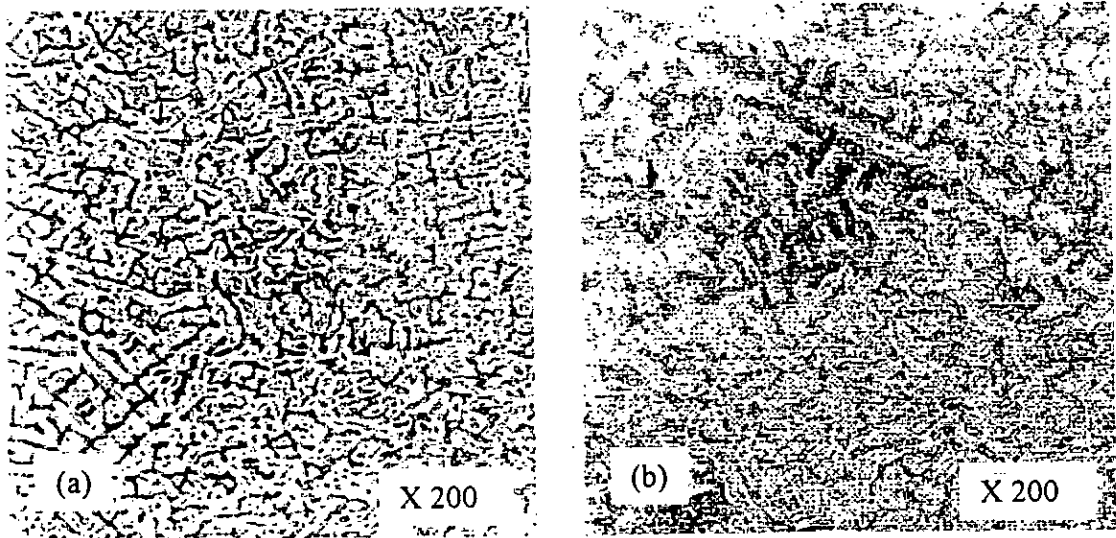
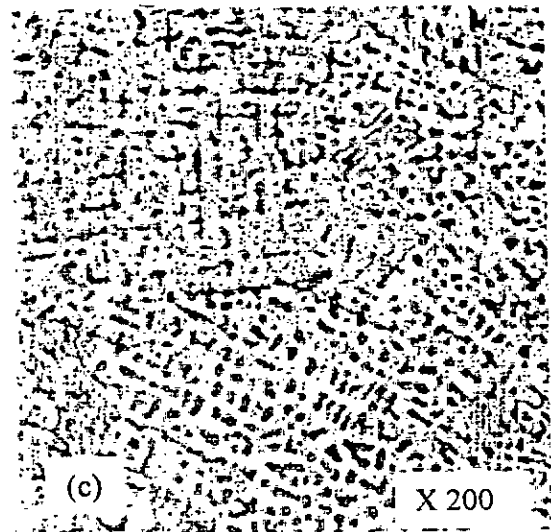
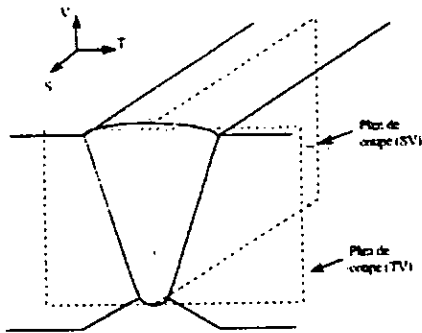


Fig. 39 : Micrographies optiques de la zone fondue de la soudure du tube non traité

- (a) Micrographie dans le plan de coupe (ST).
- (b) Micrographie dans le plan de coupe (SV).
- (c) Micrographie dans le plan de coupe (TV).



2.3 Profil de dureté Vickers

Les profils de dureté vickers pour les deux soudures sont nettement significatifs. Celui du tube non traité montre une nette différence de dureté entre la zone fondue et celle du métal de base. Par contre, le profil de dureté dans la soudure du tube traité préalablement, indique une certaine homogénéité de cette caractéristique entre le métal de base et la zone fondue.

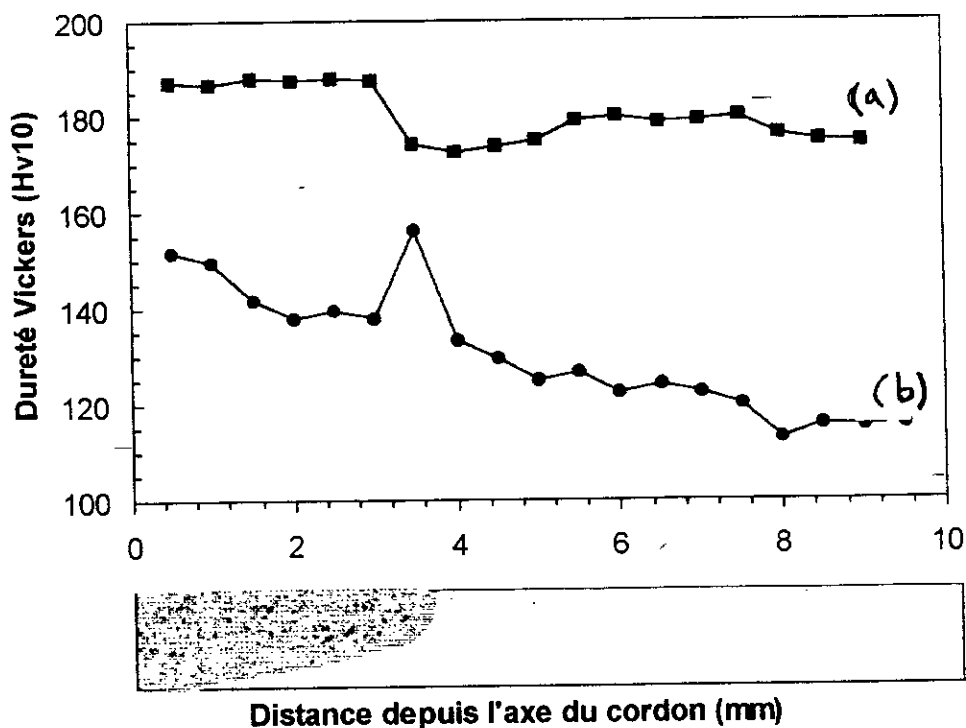


Fig. 40 : Profil de dureté vickers sur les cordons de soudures. a) tube non traité, b) tube traité.

2.4 Essais mécaniques

Les résultats des essais de traction montrent une bonne résistance mécanique de la soudure traitée préalablement se rapprochant plus de celle du métal de base ($R_m = 600 \text{ Mpa}$ pour le 304L). Cette soudure présente aussi à l'issue de cet essai un allongement relativement important (43%) comparé à celui de la soudure non traitée préalablement (11%).

Les résultats de la résilience montrent que cette caractéristique reste faible au niveau de la soudure que ce soit dans le tube non traité que dans le tube traité thermiquement (voir tableau 9). Rappelons ici que la résilience du métal de base est de l'ordre de 136J.

Il est à signaler que la rupture durant l'essai de traction s'est faite au niveau de la zone de liaison pour l'éprouvette non traitée préalablement. Par contre, pour l'éprouvette traitée avant soudage, la rupture s'est faite dans la zone affectée thermiquement (ZAT).

Tableau 9: Essais mécaniques des deux tubes

Tube	Résilience (J)		Résistance (Mpa)	Allongement (%)
	ZF	ZAT		
Non Traité	56	53.5	565.84	11%
Traité	62.5	54	601.42	43%

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de notre travail de thèse est de caractériser les structures issues lors d'une trempe à l'air après divers maintiens à haute température. Il était également prévu de déterminer l'impact de ces structures sur le comportement mécanique des éléments soudés. A cet effet, nous avons choisi en premier temps de prendre les cas extrêmes, c'est à dire comparer l'effet d'un traitement relativement long à haute température avec l'état non traité.

L'effet du traitement à haute température sur l'acier étudié est principalement; la croissance des grains austénitiques. Toutefois, étant donnée la température de traitement, le domaine de stabilité des phases est proche du domaine monophasé comprenant la ferrite delta.

Les conclusions générales que nous pouvons tirer de ce travail de recherche peuvent se résumer comme suit :

- Le taux de ferrite delta évalué par la technique de diffraction des RX n'évolue pas de façons excessive durant les 60 premières minutes de traitement à 1050 °C. Ce taux devient important (~25 %) lorsque les durées de traitement dépassent 90 minutes.
- La taille des grains reste également proche de celle du matériau non traité à condition que la durée de traitement à haute température reste faible (inférieure à 30mn).
- Un traitement à haute température pendant une durée exagérée (4 heures) conduit à des modifications appréciables des propriétés structurales et mécaniques du tube soudé. Pourtant ces mêmes caractéristiques restent acceptables.
- Le taux "excessif" de ferrite δ enregistré après un traitement long à 1050°C pourrait provenir d'une transformation structurale lente en raison de la proximité du domaine biphasé ($\gamma + \delta$).
- La croissance des grains au cours du traitement à haute température est un processus thermiquement activé. Pour ce processus la force motrice provient de l'énergie du joint intergranulaire. De ce fait, seule les joints de forte énergie sont concernés excluant les macles.

Les mesures de la taille moyenne des grains ont été réalisées en utilisant diverses méthodes:

Mesure par analyse d'image, par diffraction des RX, par ultrason.

Les perspectives que nous pouvons dégager dans l'avenir concernant la poursuite de ce travail se situe à trois niveaux:

- ✓ Développer et maîtriser la technique de caractérisation par les ondes ultrasonores pour la détermination de la taille moyenne des grains et la comparer aux résultats fournis par la métallographie.
- ✓ Utiliser la microscopie électronique pour déterminer le mode de solidification dans les zones fondues des deux soudures à partir d'un profil de chrome et de nickel à l'intérieur d'un grain brut de solidification.
- ✓ Maîtriser la technique d'analyse d'image pour l'appliquer dans le cas de notre matériau (structures macclées).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

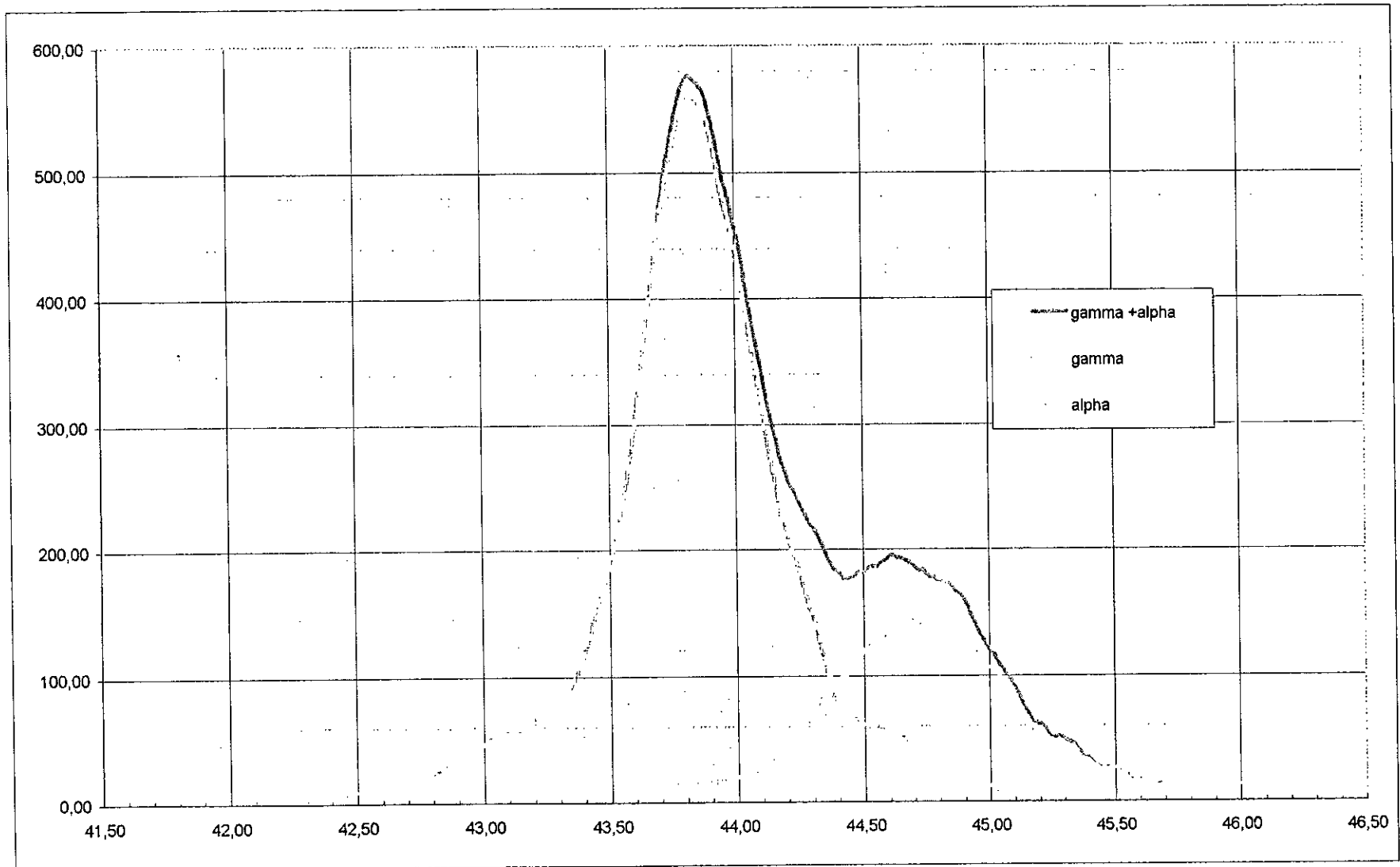
- [1] : J. BARRALIS et G.MAEDER Métallurgie tome II alliages ferreux .Ensam -Paris 83.
- [2] : M.HOFMANS, J.MATHNET , H.MATHY et R.SALKIN.Cours de Métallurgie de soudage. Institut BELGE de la soudure - Bruxelles 72.
- [3] : VARRIOT & GERBEAUX. Les aciers inoxydables -mise en œuvre et soudage Publication de la soudure autogène .Paris 82.
- [4]: J. BARRALIS et G.MAEDER. Principe de base du traitement thermique Ensam -Paris 83..
- [5] : M BOUABDALLAH Microstructures et interfaces dans les systèmes métalliques. Cours de PG - ENP El-harrach..
- [6] : SHINICHI SHIBATA & TAKEHIKO WATANABE. La direction de migration de joints des grains dans la soudure d'un acier inoxydable austénitique.Métallurgical and Materials transaction- Mars 99.
- [7]: Ph. MAYNIER, P.F. MARTIN, P. BASTIEN &J.SEBILLE . Etablissement d'une équivalence entre le temps et la température d'austénitisation.pp 997-112.
- [8] : J.H.HOLLOMON et L.D. JAFFE- Trans.AJME (1945) Technical Publ.n° 109.
- [9] : F.R.LARSON et J.MILLER - Trans.ASME 74(1952)
- [10] : F.R.LARSON et J.SALMAR- Trans.ASM.,46 (1954) 1377-1397.
- [11] : G.MURRY. -IRSID (1963)- série A317.
- [12] : M-F.ASHBY & K.E.EASTERLING. A first report on "diagramme for grain growth in welds"- Juin 82.
- [13] : H.GRANJON. Bases Métallurgiques du soudage.2^{ème} édition. Publication du soudage et de ses application, 1995, 251p.
- [14] : BERTRAND CHASSIGNOLE. Influence de la structure métallurgique des soudures en acier inoxydable austénitique sur le contrôle non destructif par ultrasons. Thèse de Doctorat LYON 2000.
- [15] : JEONG, P.Ultrasonic characterisation of centrifugally Cast Stainless Steel. Pa ALTO(Californie) : Electric Power Research Institute, 1987 - Report NP- 5246.
- [16]: BROUKS,J.A., et MAHIN, K.W. Solidification and structure of welds. Material processing. Theory and practices.1990 vol,8 p. 35-78.
- [17]: Technique de l'ingénieur.Aciers inoxydables M 4 540.
- [18] : RAJASEKHAR, K. Microstructural évolution during solidification of austénitic stainless steel weld metals :a color metallographic and electron microprobe analysis study. Materials characterization . 1997, Vol.38, n°2, p.53 à 65.
- [19]: BROOKS, J.A. et THOMPSON, A. W. Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds . International Materials Reviews. 1991, Vol. 36, n°1, p. 16 -44.
- [20] : A.S.GROT et J.E.SPRUILL. Metall.Trans,6A,2023-2030,1975.
- [21] : J.M.LEITNAKER : Weld J.,61,9s-12s,1982.
- [22] : T.P.S.GILL, M.VIJAYALAKSHMI, J.B.GNANAMOURTHY, et K.A.PADMANABHAN: Metall.Trans.1989 20A, 1115-1124.
- [23] : S.R.BANNISTER et R.A.FARRAR : in Proc.conf."Stainless Steel 91"Chiba,Tokyo, JAPAN Iron and steel Institute, 1032-1039, 1991.
- [24] : Jean-louis MOIRON. Souder les aciers inoxydables. OTUA Paris 2000.
- [25] : HORST BECKER . Aciers inoxydables: Production et formes de livraison.
- [26]: F. HELLAL Traitement et Analyse d'Images Cours de PG -.ENP El-harrach.
- [27] : J. BARRALIS et G.MAEDER Métallurgie Physique tome I. Ensam - Paris 82.
- [28]: CETIM. Ultrasons : Propagation des Ondes ultrasonores. Niveau 2, 3^{ème} édition- 93
- [29] : ALEM Karim & Maza halim. Caractérisation ultrasonore d'aciers traités thermiquement. Mémoire de DPGS -CSC- Chéraga.95.
- [30] : LIN, Y.P., FINLAN, G.T.? et STEEDS? J.W. Microstructural characterization in type 316 welds. Welding Metallurgy of Structural Steels : International Symposium Denver (USA), 1987, p.532-547.

[31] : Babu, J. M. Vitek, Y. S. Iskander, and S. A. David: *Science and Technology of Welding and Joining*, ORNL, 1997

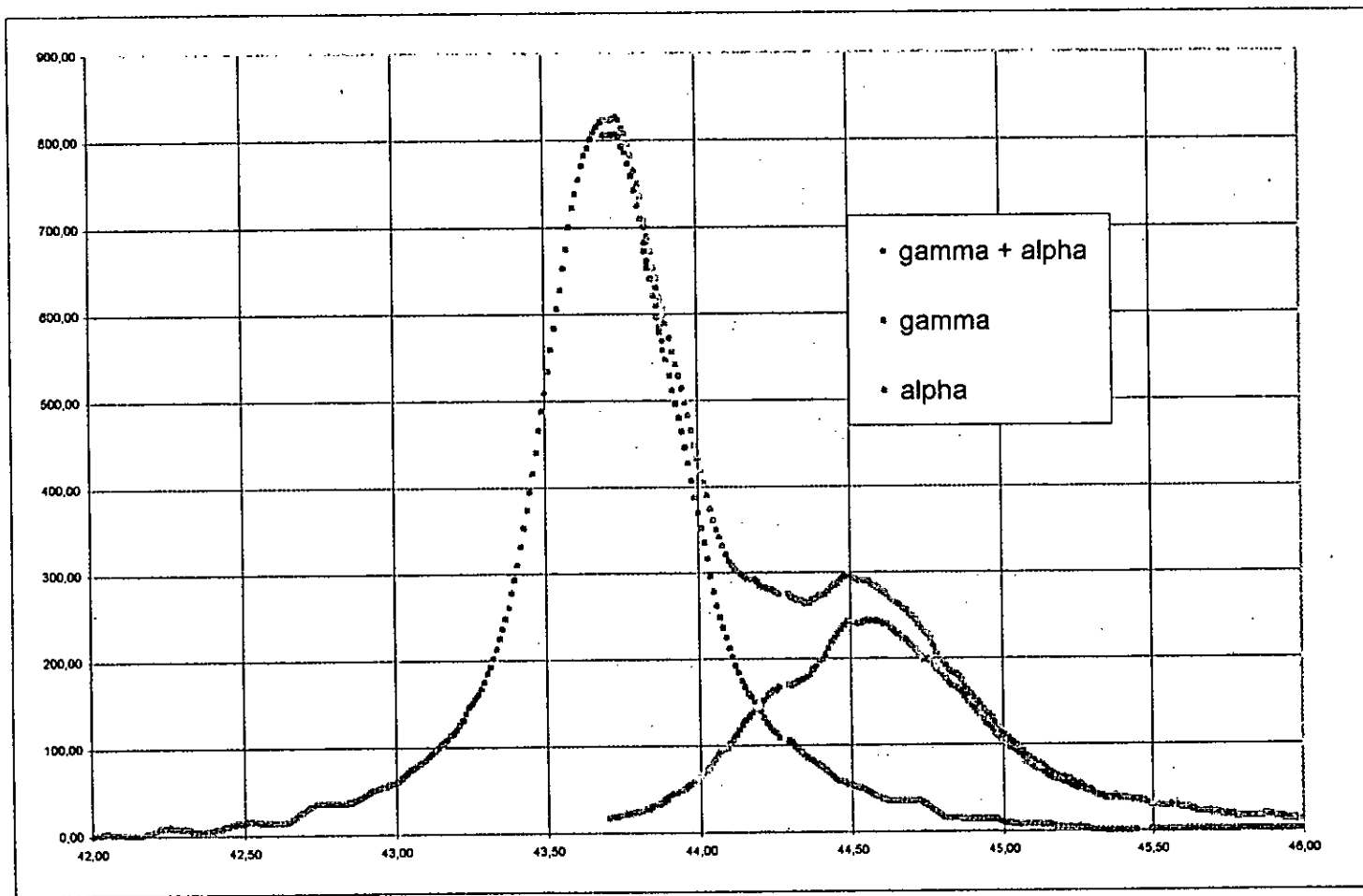
REFERENCES GENERALES :

- G.RABENSTEINER** .Le point sur la mesure de ferrite.Soudage et techniques connexes . Janvier/Fevrier 96 pp 11-16.
- J.M.Vitek,S.A.David, & C.R.Hinman** . Improved Ferrite Number prediction that Accounts for Cooling Rate Effects.Chicago,IL, March 2002:
- Cours d'analyse d'image Axe" Génie des Procédé" Centre SPIN, Ecole des mines de Saint - Etienne.
- W. KURZ D.J. FISHER**. Fundamentals of solidification. USA 89.
- Collection **ATS OTUA**. Conseils pour le soudage des aciers inoxydables.
- G. ROULY** Soudage des tuyauteries en acier austénitique. Rapport .CETIM.97
- Robert E.Reed-Hill** Principes de la métallurgie physique -Boston 73.
- J.-P.EBERHART**: Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides-Paris 76.
- Précis de soudage à l'arc des aciers inoxydables et réfractaires. SAF 70.
- VARRIOT & GERBEAUX**. Soudage des aciers inoxydables austénitiques.
- Metals Handbook Ninth Edition. Volume 3, Properties and selections, stainless steels.
- CAVALLO-Nathalie**. Contribution à la validation expérimentale de modèles décrivant la ZAT lors d'une opération de soudage. Thèse de Doctorat Avril 98.
- Sabine JUDLIN -DENIS** . Modélisation des interactions Contraintes- transformations de phases et calcul par éléments finis de la genèse des contraintes internes au cours de la trempe des aciers. Thèse de Doctorat Avril 87. Lorraine.
- G.J. Hopkin; & H.K.D.H. Bhadeshia** Modelling anisothermal, recrystallisation in austeniticstainless steels.Denmark 2000
- M.DADIAN** . Contribution du soudage à la connaissance des phénomènes métallurgiques. Soudage et techniques connexes ,sept/oct 85 pp 323-346.
- L.van NASSAU, H.MEELKER & J.HILKES**. Le soudage des aciers inoxydables DUPLEX et SUPERDUPLEX. Souder Juillet 94 pp 35-51.
- J.M.Vitek, S.S.Babu & S.A.David**. Experimental Investigation and Simulation of Non-Equilibrium Solidification.USA 37831-6096
- M.D.KOTECKI**.Mesure et contrôle de la ferrite dans des soudures en acier inoxydable DUPLEX. Souder n°5 sept. 92 pp 15-22.
- J.PINGUET** .Analyseur spatial de l'indice de ferrite dans les aciers inoxydables austénitiques. Soud. Et techn.con. Mai-Juin 86 pp 164-171.
- T.A.Palmer, J.W.Elmer, S.S.Babu , J.M. Vitek, & J. Wong**. Kinetic calculations of the Ferrite/Austenite Phase Transformation in the HAZ of a 2205 Duplex Stainless Steel Weldment.Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN 37831.
- Soudage des aciers inoxydables austénitiques. Site internet"soudage 2000"
- J.M.Vitek,Y.S.Iskander, E.M.Oblow,S.S.Babu and S.A.David**. Neural Network Model for Predicting Ferrite Number in Stainless Steel Welds. Oak Ridge, Tennessee 37830-6376 U.S.A. 5th International conference on Trends in Welding Research, June 1-5, 98
- P.Palanichamy, A. Joseph, T. Jayakumar and Baldev Raj**. Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel.NDT & E International, Vo. 28, N°. 3, pp. 179-185, 95

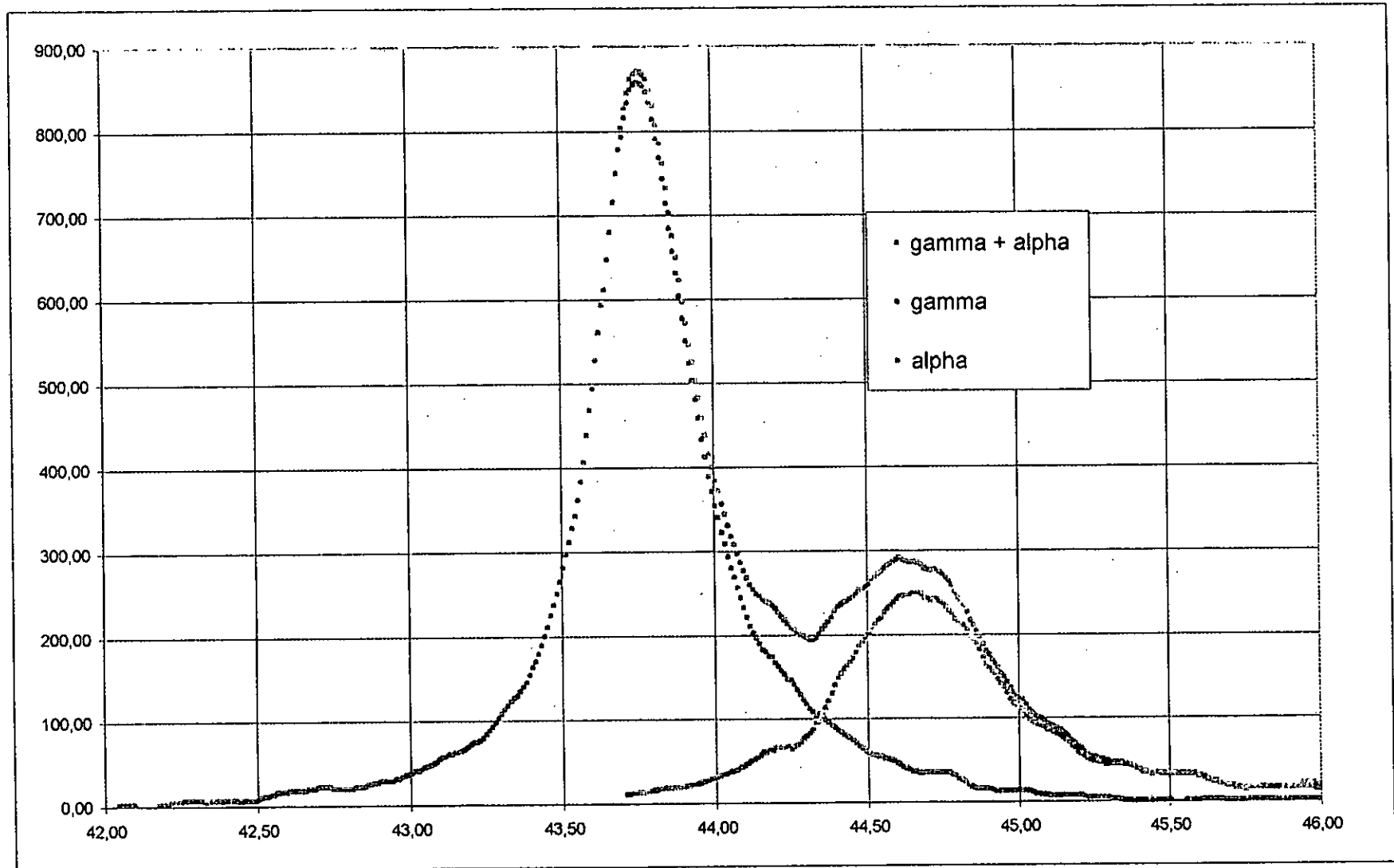
ANNEXES



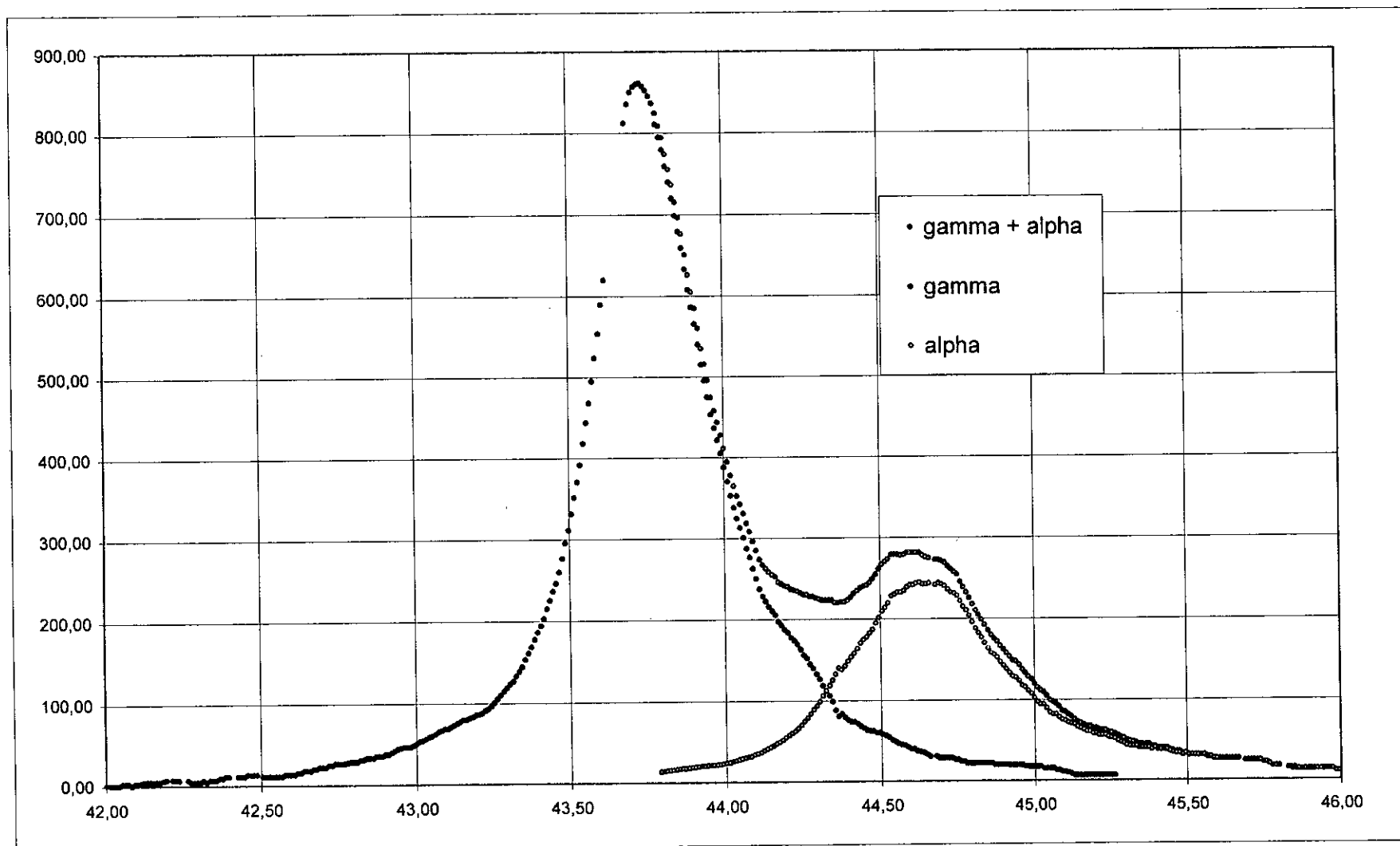
Séparation des pics Gamma/alpha : Métal brut de reception



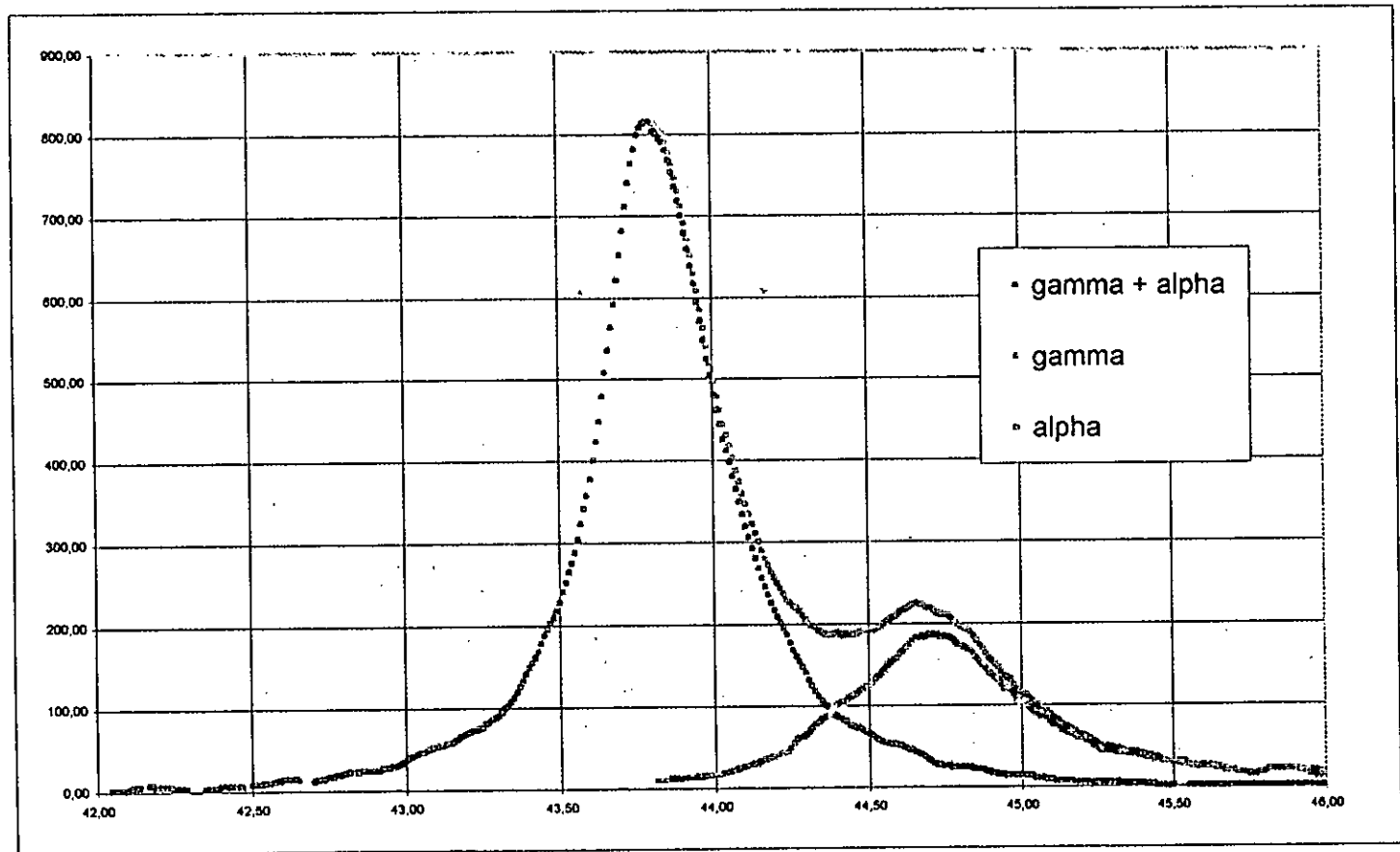
Séparation des pics Gamma/alpha : Maintien 15 min à 1050°C.



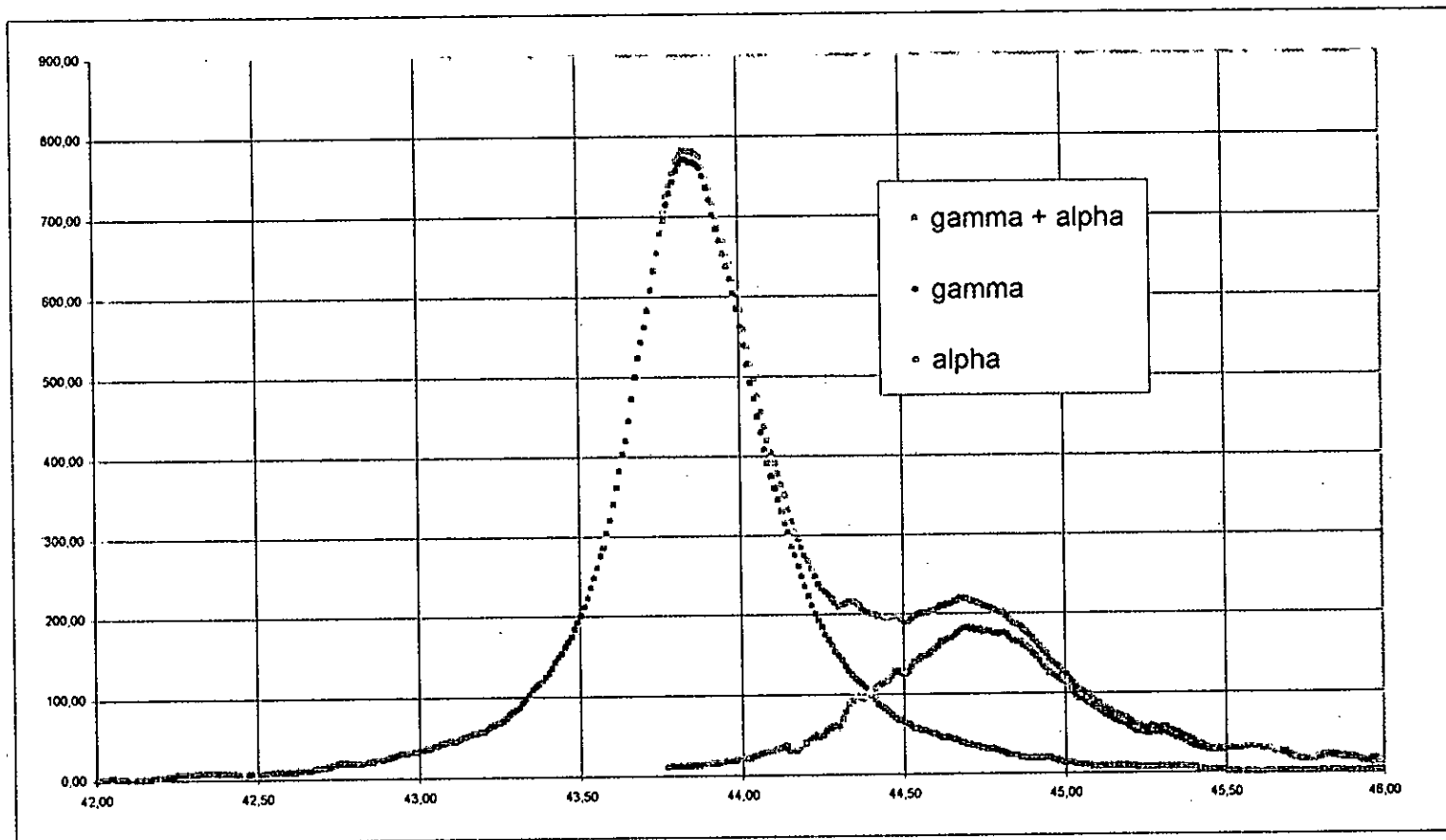
Séparation des pics gamma/alpha : Maintien 30 min à 1050°C.



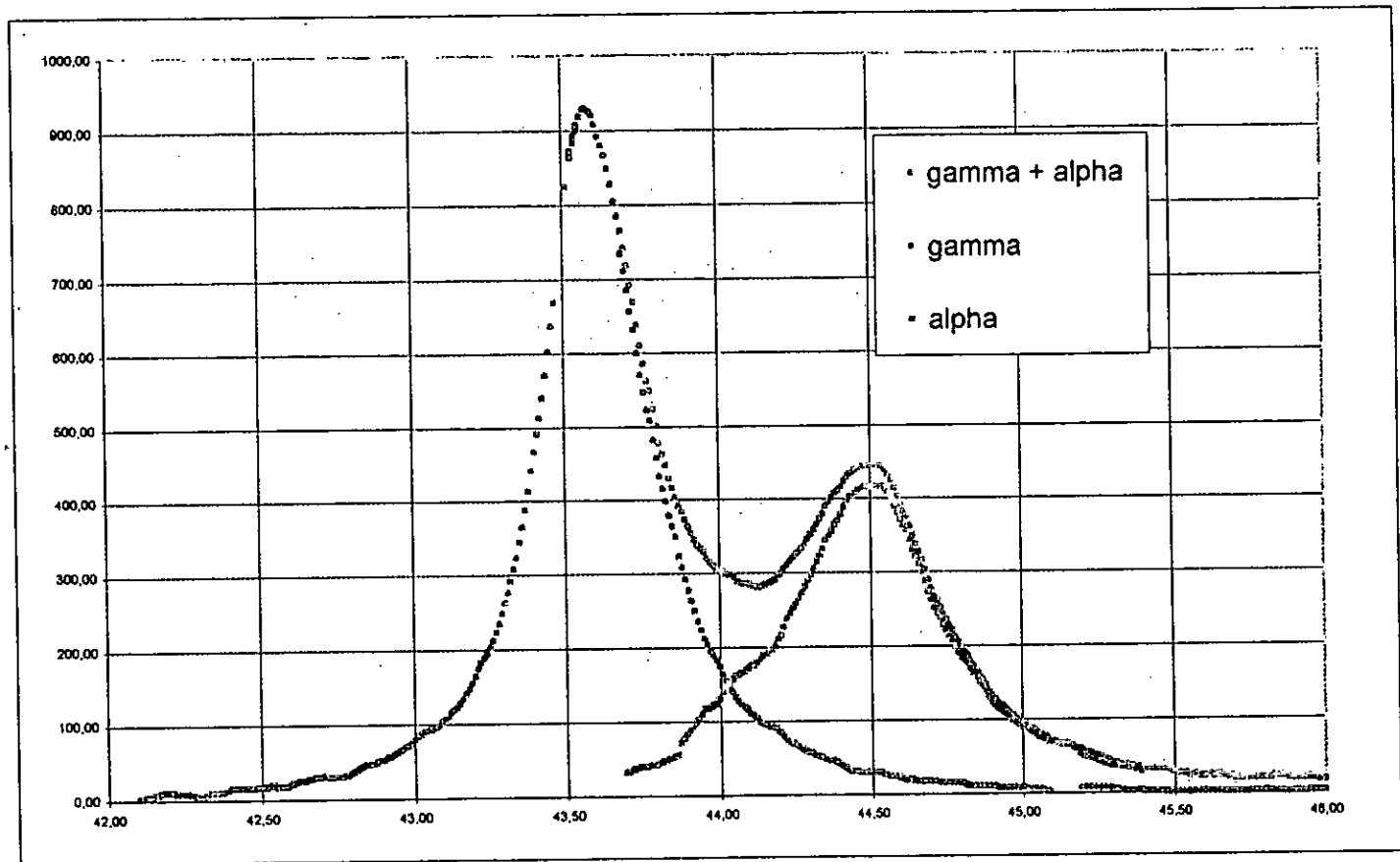
Séparation des pics Gamma/Delta : Maintien 45 min à 1050°C.



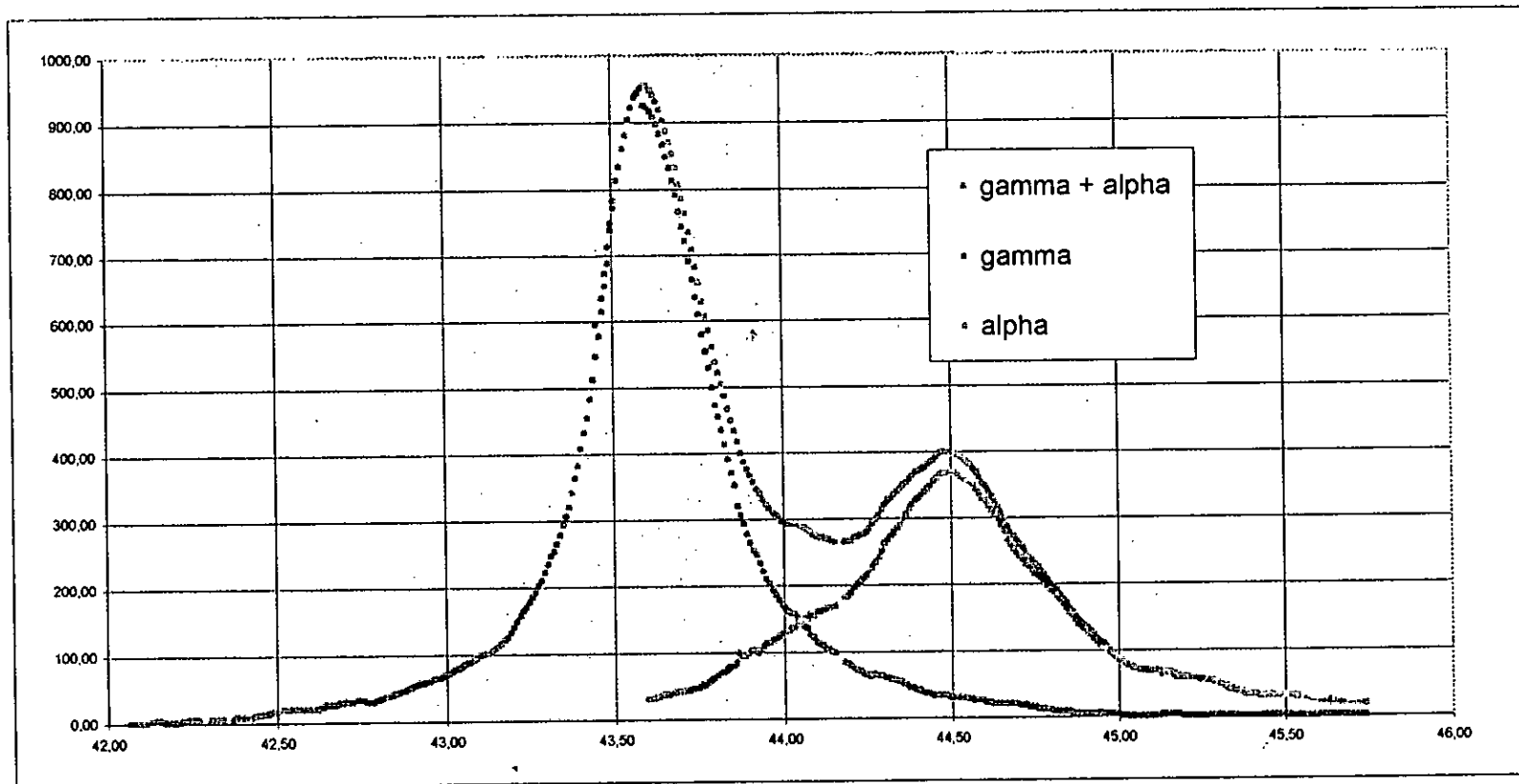
Séparation des pics gamma/alpha : Maintien 60 min à 1050°C.



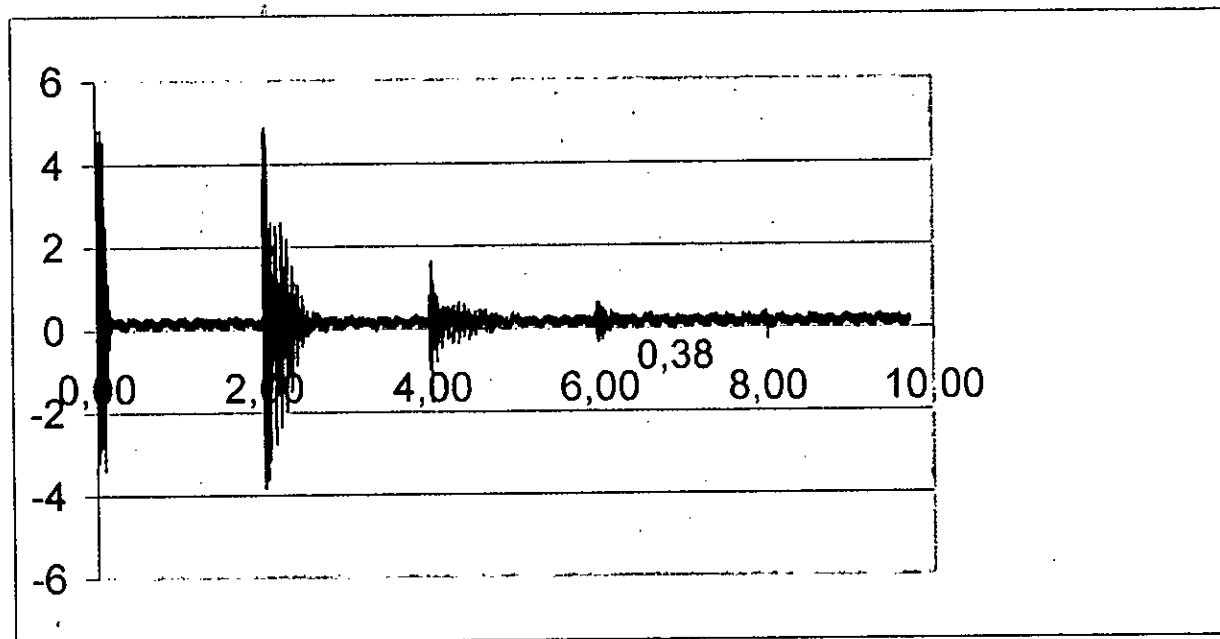
Séparation des pics gamma/alpha : Maintien 90 min à 1050°C.



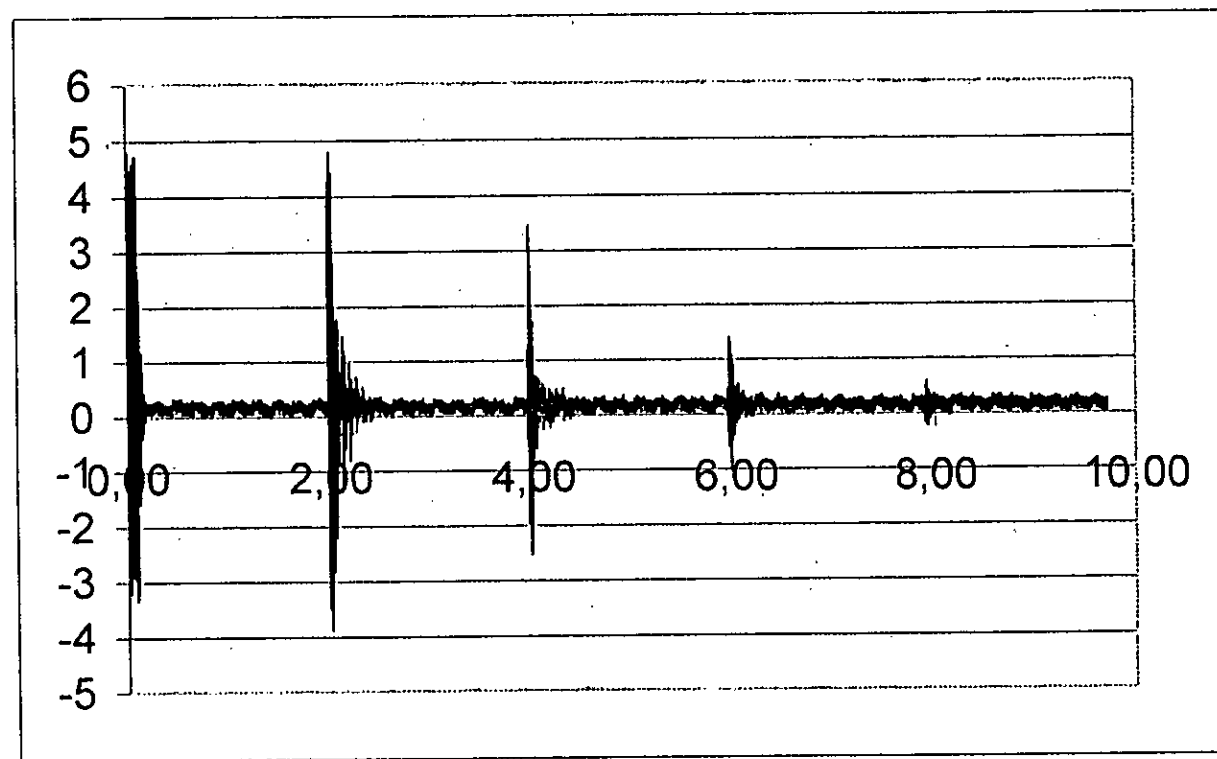
Séparation des pics gamma/alpha : Maintien 120 min à 1050°C.



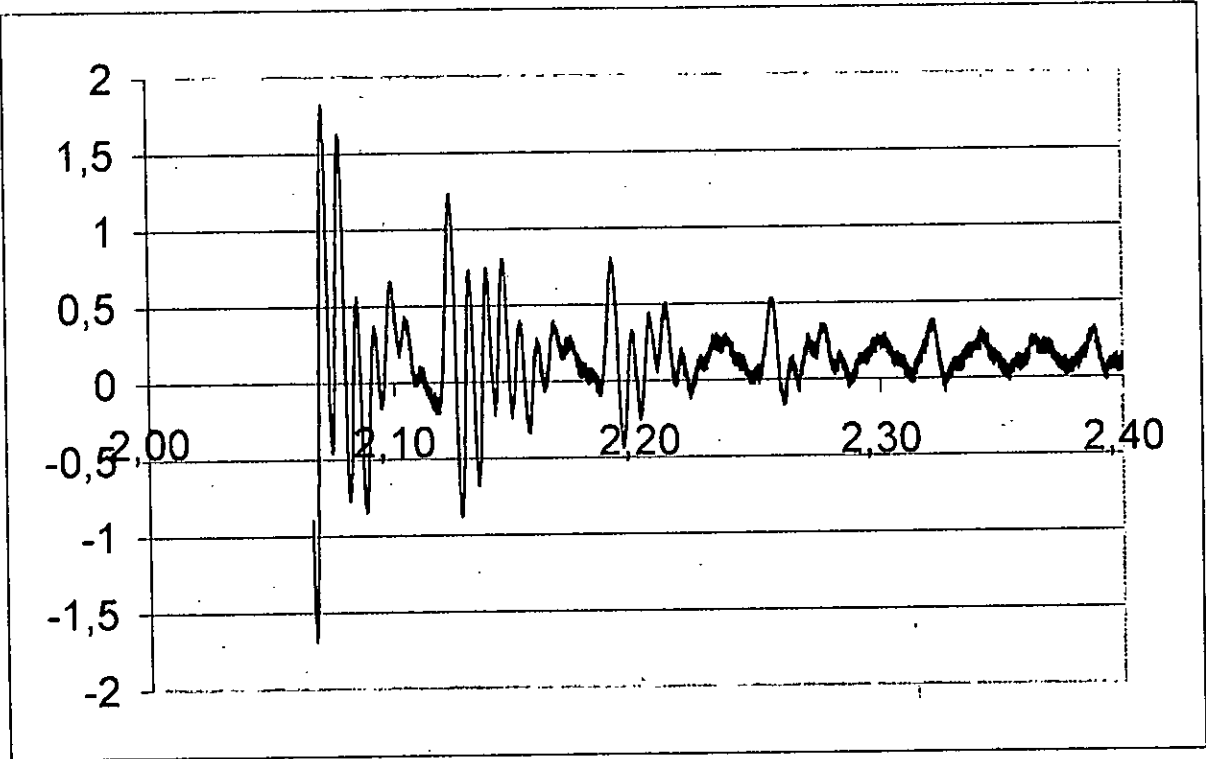
Séparation des pics gamma/alpha : Maintien 180 min à 105°C.



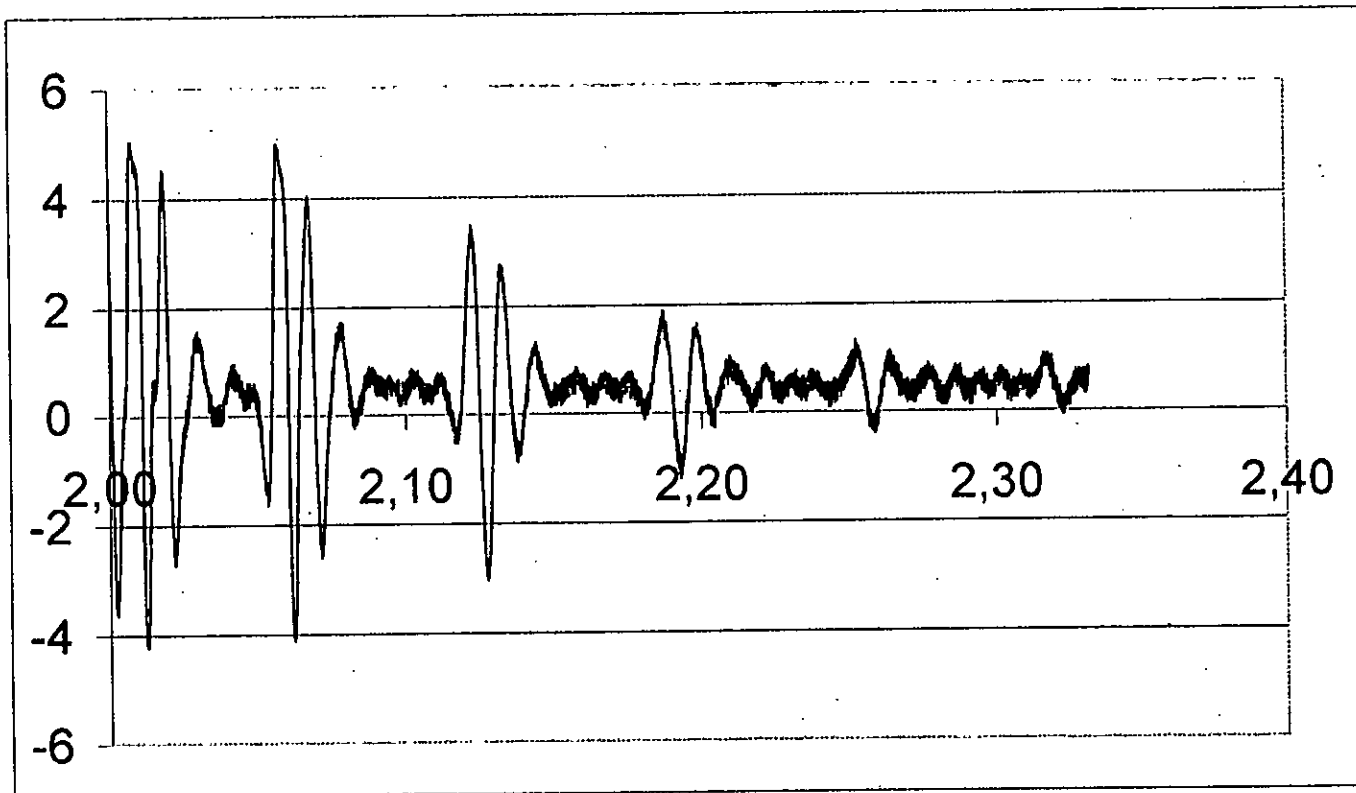
Echos ultrasonores : Métal brut de réception.



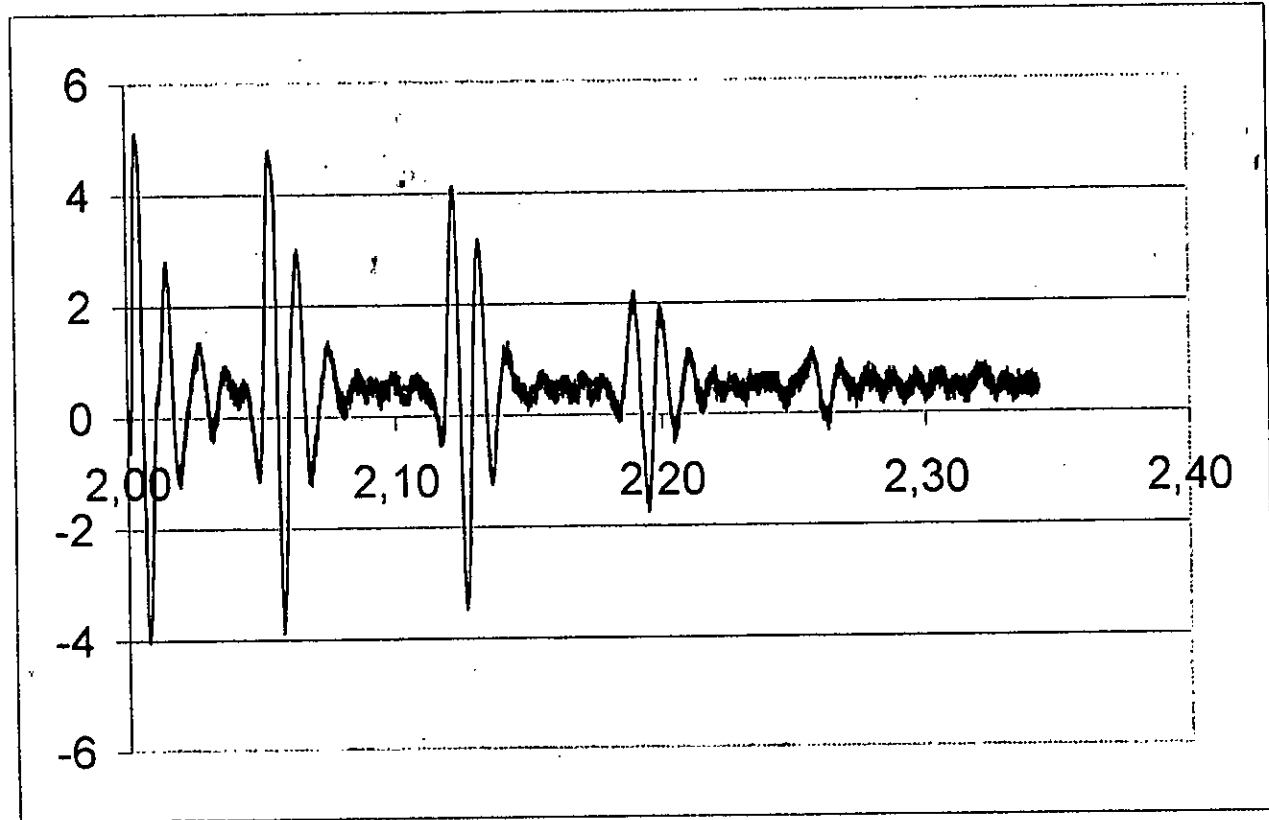
Echos ultrasonores : Maintien 15 min à 1050°C.



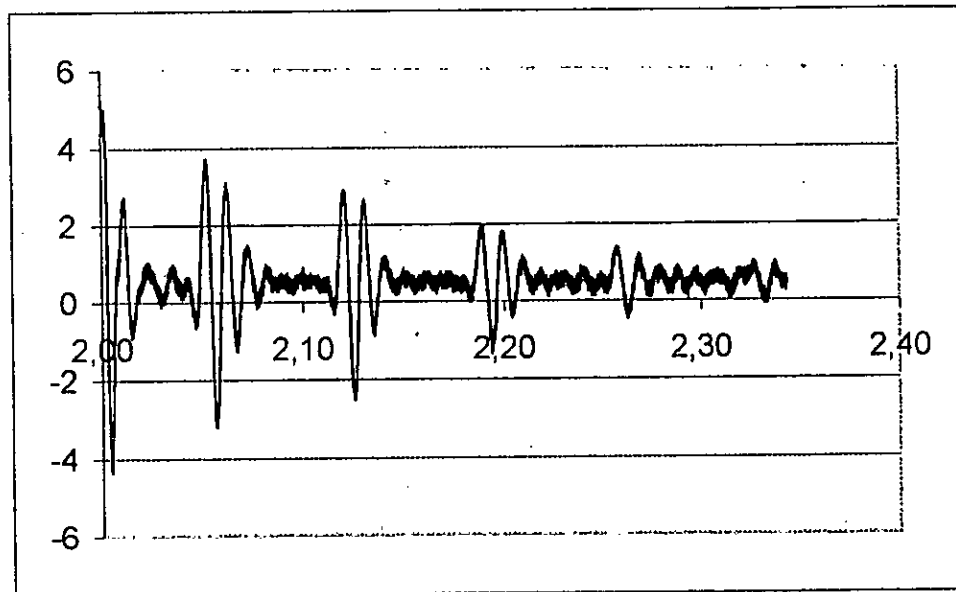
Echos ultrasonores : Maintien 30 min à 1050°C.



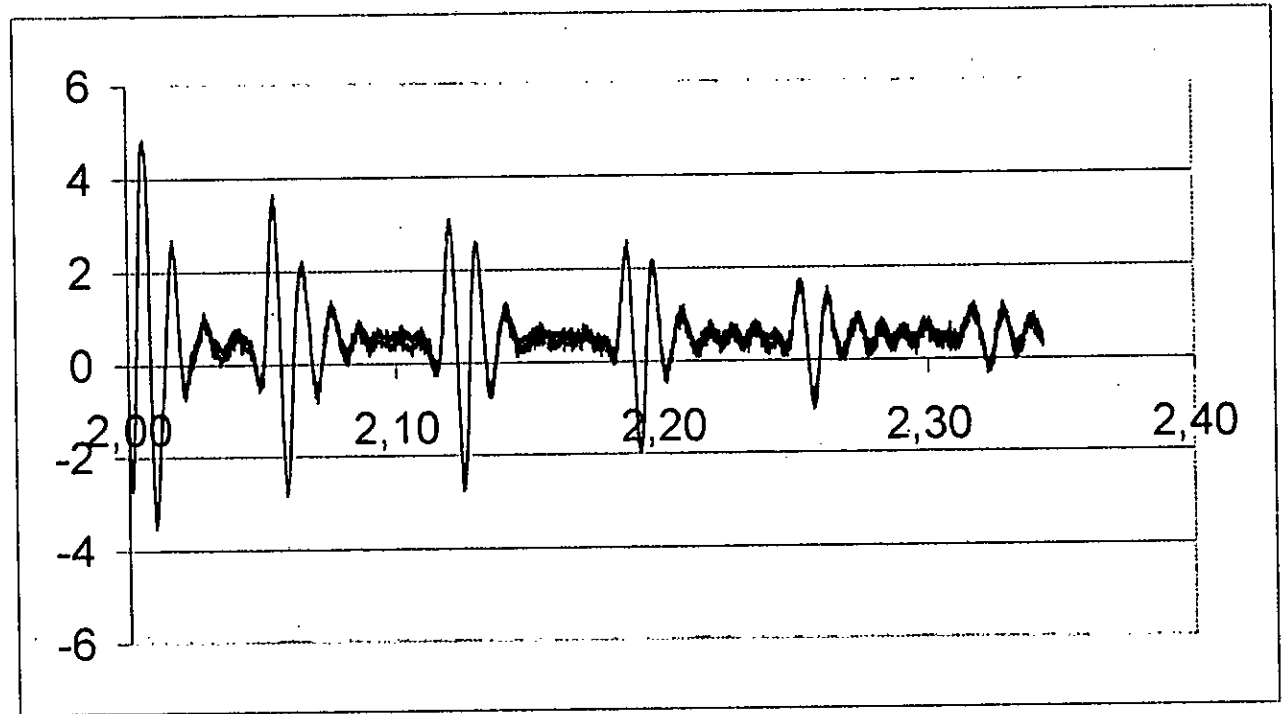
Echos ultrasonores : Maintien 45 min à 1050°C.



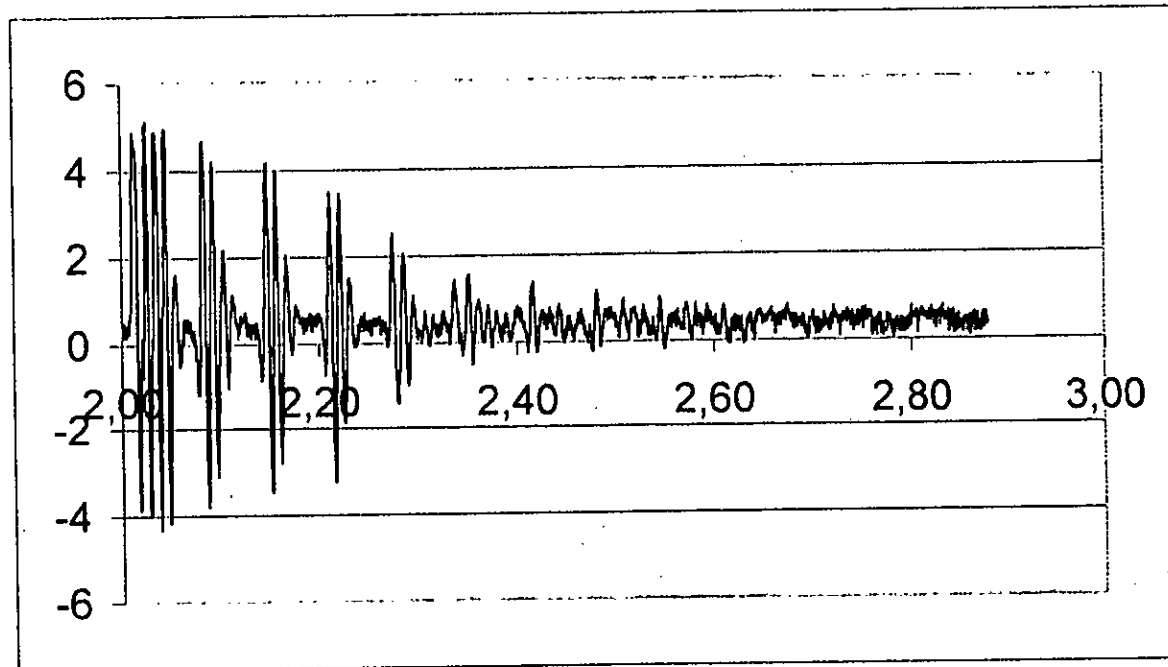
Echos ultrasonores : Maintien 60 min à 1050°C:



Echos ultrasonores : Maintien 90 min à 1050°C.



Echos ultrasonores : Maintien 120 min à 1050°C.



Echos ultrasonores : Maintien 180 min à 1050°C.

PRINCIPE DE L'ANALYSE D'IMAGE

1. Formation de l'image numérique:

Une image "réelle" va être transformée en une image numérique par différents outils de transformation (caméra, scanner, satellite...). Cette image numérique est constituée de pixels contenant chacun différentes informations (intensité lumineuse, couleur...). Ces informations seront codées dans une grille échelonnée, le niveau de gris. L'image obtenue après acquisition contient un nombre très élevé d'informations. Ces informations sont de plus imparfaites, car les conditions d'acquisition ne sont jamais idéales (par exemple défauts de symétrie d'éclairage, contraste insuffisant)... Il faudra simplifier l'image pour essayer de ne garder que les informations utiles à l'analyse. L'utilisation de filtres permet d'éliminer les effets indésirables et de "purifier" l'image.

2. Transformation de l'image numérique en image binaire:

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

3. Traitement de l'image binaire:

Les structures de cette image binaire peuvent être étudiées sous deux aspects: la morphométrie ou la stéréologie. La morphométrie est une analyse quantitative de l'image d'un objet ou d'une structure, elle définit des grandeurs mesurables. La stéréologie est un ensemble de méthodes mathématiques qui permet de passer d'une analyse bidimensionnelle sur coupe à une analyse tridimensionnelle.

APPLICATION DE CETTE TECHNIQUE A LA GRANULOMETRIE:

L'image issue de l'observation microscopique d'un échantillon peut ensuite être analysée de façon à en déterminer ses principales caractéristiques et propriétés. Chaque type d'éléments présente une couleur différente sur l'image numérique. Le seuillage précédent l'obtention de l'image binaire permet d'isoler une catégorie de constituants dans l'échantillon. Le traitement de l'image binaire pourra ensuite permettre de déterminer différents paramètres :

- Proportion en nombre et en volume (correspondant à la compacité), importance d'un constituant dans un échantillon.
- Taille des grains de ces constituants.
- Répartition spatiale (répartition uniforme dans l'espace, présence d'agrégats...).

Enfin, l'analyse d'image et le traitement binaire de l'image peuvent permettre de déterminer la structure cristalline d'un matériau. Elle permet aussi de déterminer de nombreuses propriétés essentielles dans la définition du domaine d'utilisation des matériaux.