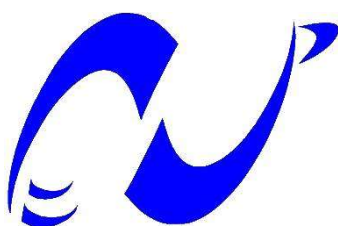


REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT DE METALLURGIE
MEMOIRE DE MASTER

Pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des matériaux

Influence des traitements thermiques sur les
caractéristiques électrochimiques d'une
soudure d'acier inoxydable 316L.

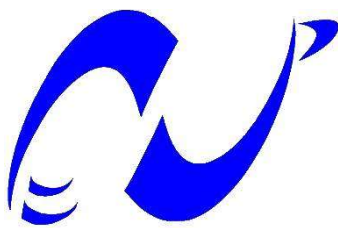
Mr Chemseddine SAADA

Présenté et soutenu publiquement le 29 / 06 / 2016.

Composition du Jury :

Président :	Mr. A. KASSER	Maître de conférences A. ENP
Promoteur :	Mr M. LARIBI	Professeur ENP
Examineur :	Mr H. YOUSFI	Professeur ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT DE METALLURGIE
MEMOIRE DE MASTER

Pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des matériaux

Influence des traitements thermiques sur les
caractéristiques électrochimiques d'une
soudure d'acier inoxydable 316L.

Mr Chemseddine SAADA

Présenté et soutenu publiquement le 29 / 06 / 2016.

Composition du Jury :

Président :	Mr. A. KASSER	Maître de conférences A. ENP
Promoteur :	Mr M. LARIBI	Professeur ENP
Examineur :	Mr H. YOUSFI	Professeur ENP

REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il m'a données durant toutes ces années d'études.

Je tiens à remercier mon encadreur Monsieur M.LARIBI, pour avoir accepté de m'encadrer, pour son indéniable soutien et ses valeureux conseils au cours de la réalisation de mon mémoire.

Je souhaite exprimer ma reconnaissance aux membres du jury : Monsieur M.E DJEGHLAL, Monsieur A. KASSER et Monsieur H. YOUSFI, respectivement président du jury et examinateurs, de m'avoir fait l'honneur d'évaluer mon travail.

Je remercie également la doctorante Madame A. Khier pour sa contribution à l'avancée de mon travail.

Mes remerciements s'adressent à tous les enseignants qui ont contribué de près ou de loin à notre formation.

Je voudrais également remercier Monsieur B.BELOUCIF pour m'avoir soutenu et aider tout au long de ma formation d'ingénieur.

Je ne saurai oublier de remercier toutes les personnes qui me sont chères, en particulier mes parents, mon frère, mes sœurs et mes amis, pour l'aide, la confiance et le soutien dont ils m'ont fait preuve.

الملخص:

الهدف من هذا العمل هو فهم تأثير عملية التلحيم بتقنية (WATG) والمعالجة الحرارية على الخصائص الألكتروكيميائية للفولاذ الغير قابل لتأكسد الأستينيتيكي من نوع 316L. الدراسة العملية تهدف إلى وصف عيانات من هذا الفولاذ ميكانيكيا من خلال التجارب ألكتروكيميائيا بتحديد مختلف خصائص الأوكسدة وكذلك معدغرافيا بإجراء مجموعة من الملاحظات المجهرية مسبوقة بهجمات كيميائية و إلكتروليتيكية. النتائج المتحصل عليها بعد التلحيم بينت أن مقاومة الأوكسدة للفولاذ تحسنت بعد إجراء المعالجة الحرارية.

الكلمات الدالة: التلحيم، الفولاذ الغير قابل لتأكسد L613، وصف الإلكتروكيميائية، المعدغرافية، المعالجة الحرارية.

Abstract :

The purpose of this work is to study the influence of GTAW welding process and heat treatments on the electrochemical properties of austenitic stainless steel 316L grade. The experimental study designed to characterize the corrosion resistance of samples of this steel by electrochemical tests by determining their different corrosion parameters and metallographically by microscopic observations preceded by chemical or electrolytic attacks.

The results obtained show that the heat treatment increased the corrosion resistance of the material..

Key words: GTAW welding, austenitic stainless steel 316L, characterize electrochemically, metallographically, heat treatment.

Résumé :

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence du procédé de soudage GTAW et des traitements thermiques sur les propriétés électrochimiques des aciers inoxydables austénitiques de nuance 316L. L'étude expérimentale vise à caractériser la résistance à la corrosion d'échantillons de cet acier par des essais électrochimiques en déterminant leurs différents paramètres de corrosion et métallographiquement par des observations microscopiques précédées par des attaques chimiques et électrolytiques.

Les résultats obtenus montrent que les traitements thermiques ont augmenté la résistance à la corrosion du matériau.

Mots clés : soudage GTAW, acier inoxydable austénitique 316L, caractérisation électrochimique, métallographique, traitement thermique.

Table des matières

Liste des tableaux	6
Liste des figures	7
Introduction générale :.....	7
Chapitre I : Les aciers inoxydables.....	8
I.1 Introduction :	8
I.2 Les aciers inoxydables austénitiques :	9
I.2.1 Acier inoxydable austénitique 316L :	10
I.2.2 Propriétés de l'acier inoxydable austénitique 316L :	10
I.2.3 L'influence des éléments d'addition :	11
I.3 Autres utilisations industrielles de l'acier inoxydable 316L :	12
Chapitre II : Le soudage	13
I.4 Introduction au soudage :	13
I.5 Soudage GTAW :	13
I.5.1 Présentation du procédé :	13
I.5.2 Matériels utilisés :	14
I.5.3 L'électrode :	15
I.5.4 Préparation des surfaces à souder :	15
Chapitre III : Traitements thermiques et suivi électrochimique	16
I.6 Introduction aux traitements thermiques des aciers :	16
I.7 Les traitements thermiques dans les aciers inoxydables :	18
I.7.1 L'hypertrempe :	18
I.7.2 Traitement de relaxation :	19
I.7.3 Traitement de désensibilisation :	19
I.7.4 Traitement antiferrite :	19
Chapitre IV : Suivi électrochimique :	21
I.8 La polarisation :	21
I.9 Suivi du potentiel ouvert (OCP) :	22
I.10 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) :	24
Chapitre V : Matériaux et techniques expérimentales	26
I.11 Présentation du matériau :	26
I.11.1 Etude du métal de base :	26
I.11.2 Etude du métal d'apport :	27
I.12 Préparation du joint de soudure :	27
I.13 Réalisation de la soudure :	27
I.13.1 Procédé GTAW :	27
I.13.2 Paramètres de soudage :	28

I.14	Traitements thermiques :.....	29
I.14.1	Paramètres et déroulement du traitement :	29
I.15	Polissage :	31
I.16	Attaque électrolytique :.....	32
I.17	Suivis électrochimique :.....	33
Chapitre VI : Présentation et interprétation des résultats		34
I.18	Influence du soudage sur la microstructure :	34
I.19	Influence des traitements thermiques :.....	36
I.19.1	Influence des traitements thermiques sur la microstructure :.....	36
I.20	Caractéristiques électrochimiques après soudage :.....	40
I.21	Influence des traitements thermiques sur les caractéristiques électrochimiques :	43
I.22	Discussion et interprétation des résultats :.....	51
Conclusion générale :		53
Bibliographie :		55

Liste des tableaux :

Tableau I.1 Propriétés physiques et mécaniques du 316L [1]	11
Tableau II.1 Exemples d'électrodes de soudage TIG conformes ISO 6848.	15
Tableau IV.1 Composition chimique en pourcentage massique (%) du métal de base.	26
Tableau IV.2 Propriétés mécaniques du métal de base.	26
Tableau IV.3 Composition chimique en pourcentage massique (%) du métal d'apport.	27
Tableau IV.4 Propriétés mécaniques du métal d'apport.	27
Tableau IV.5 Paramètres de soudage utilisés.	28
Tableau V.7 Tableau récapitulatif des échantillons traités.....	36
Tableau V.11 Tableau récapitulatif des résultats électrochimiques.....	46

Liste des figures :

Figure I.4 Influence du taux d'écroissage sur les caractéristiques d'aciers austénitiques [1].	9
Figure III.1 Système tridimensionnel : Température - Temps - Composition.	16
Figure III.2 Diagramme typique TTT et TRC d'un acier au carbone.	17
Figure IV.1 Les droites de Tafel.	22
Figure IV.2 Courbes types potentiel/temps d'immersion : $E=f(t)$.	23
Figure V.1 Forme du joint de soudure et le nombre de passe.	28
Figure V.2 Cycle du traitement thermique appliqué à l'échantillon 1.	29
Figure V.3 Cycle du traitement thermique appliqué à l'échantillon 2.	30
Figure V.4 Cycle du traitement thermique appliqué à l'échantillon 3.	30
Figure V.5 Polisseuse de marque STRUERS.	31
Figure V.6 Schéma descriptif de l'attaque électrolytique.	32
Figure V.7 Dispositif expérimental (Le potentiostat et les électrodes utilisées).	33
Figure VI.1 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 1 où : a) Zone fondue (attaque chimique; G x 200) ; b) ZAT (attaque chimique; G x 200) ; c) Métal de base (attaque chimique; G x 200) ; d) Zone fondue (attaque électrolytique ; G x 100); e) Zone de liaison (attaque électrolytique ; G x 100) ; f) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 100)	35
Figure VI.2 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 2 où : a) Métal de base (attaque chimique; G x 200) ; b) ZAT (attaque chimique; G x 200) ; c) Zone fondue (attaque chimique; G x 200) ; d) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 100) ; e) Zone de liaison (attaque électrolytique ; G x 100) ; f) Zone fondue (attaque électrolytique ; G x 100) ;	37
Figure VI.3 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 3 où : a) Métal de base (attaque chimique; G x 100) ; b) Zone fondue (attaque chimique; G x 100) ; c) Zone de liaison (attaque chimique; G x 100) ; d) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 200) ; e) ZAT (attaque électrolytique ; G x 200) ; f) Zone de liaison (attaque électrolytique ; G x 200) ;	38
Figure VI.4 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 4 où : a) Métal de base (attaque chimique; G x 100) ; b) ZAT (attaque chimique; G x 100) ; c) Zone fondue (attaque chimique; G x 100) ; d) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 200) ; e) ZAT (attaque électrolytique ; G x 200) ; f) Zone fondue (attaque électrolytique ; G x 200) ;	39
Figure VI.5 Courbe de polarisation de l'échantillon 1.	40
Figure VI.6 Droites de Tafel déduites.	41
Figure VI.7 Apparition de piqûre sur l'échantillon 1 après polarisation.	42
Figure VI.8 Variation du potentiel en fonction du temps.	42
Figure VI.9 Variation du potentiel en fonction du temps en circuit ouvert de l'échantillon 2.	43
Figure VI.10 - Variation du potentiel en fonction du temps en circuit ouvert de l'échantillon 3.	43
Figure VI.11 Variation du potentiel en fonction du temps en circuit ouvert de l'échantillon 4.	44
Figure VI.12 Droites de Tafel de l'échantillon 2.	45
Figure VI.13 - Droites de Tafel de l'échantillon 3.	45
Figure VI.14 Droites de Tafel de l'échantillon 4.	46
Figure VI.15 Courbes de polarisation obtenues pour les quatre échantillons.	47
Figure VI.16 $\log i = f(E)$ obtenues pour les quatre échantillons.	47
Figure VI.17 Courbe Nyquist pour l'échantillon 1 obtenue après SIE.	48
Figure VI.18 Courbe Nyquist pour l'échantillon 2 obtenue après SIE.	48
Figure VI.19 Courbe Nyquist pour l'échantillon 3 obtenue après SIE.	49
Figure VI.20 Courbe Nyquist pour l'échantillon 4 obtenue après SIE.	49
Figure VI.21 Courbes des Nyquist des 4 échantillons superposées.	50

Introduction générale :

Les aciers inoxydables austénitiques sont généralement les plus utilisés dans les milieux les plus corrosifs pour leur grande résistance à la corrosion mais aussi car ils présentent de bonnes propriétés mécaniques. L'autre avantage qui les rend très utilisés est leur mise en forme notamment leur grande forgeabilité et leur bonne soudabilité par la plupart des procédés de soudage. Ils sont largement employés dans les industries médicales, pétrochimiques, pharmaceutiques, et de l'énergie.

Pour mieux comprendre l'influence du soudage ainsi que les traitements thermiques sur les propriétés métallographiques et électrochimiques de l'acier inoxydable 316L soudé, nous avons effectué différents essais dans le laboratoire de génie des matériaux de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Dans ce présent mémoire, nous présenterons le travail que nous avons fait en trois parties :

- 1- Une première partie qui représente une synthèse bibliographique, composé de trois chapitres. le premier chapitre est une présentation des aciers inoxydables austénitiques. Le deuxième chapitre regroupe des généralités sur le soudage ainsi que le procédé utilisé à savoir le GTAW. Le dernier chapitre est une présentation des différents traitements thermiques utilisés pour les aciers inoxydables, ainsi que les différentes méthodes de caractérisation électrochimique.
- 2- Une deuxième partie intitulée partie expérimentale, dans laquelle on a présenté les différents essais, test et traitements thermiques qu'on a effectué ainsi que leurs déroulements et le matériel utilisé pour les réaliser.
- 3- Une troisième partie où on a exposé, interprété, comparé et discuté les résultats obtenus.

Pour finir, on a clôturé notre mémoire par une conclusion générale et des perspectives.

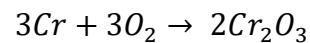
Chapitre I : Les aciers inoxydables

I.1 Introduction :

Les aciers sont connus pour leur mauvaise résistance à la corrosion, c'est ce qui a poussé les chercheurs à chercher un moyen de les protéger, en utilisant généralement deux types de protection : soit par ajout d'éléments d'addition ou en déposant une couche protectrice sur le produit fini, jusqu'à la découverte des aciers inoxydables qui regroupent ces deux types de protection, en effet lorsqu'on ajoute au fer des quantités croissantes de chrome, on constate que la résistance à la corrosion atmosphérique augmente.

On appelle acier inoxydable tout alliage d'acier contenant un taux de chrome supérieur à 10.5% et un taux de carbone inférieur à 1.2% [1].

Le chrome est plus oxydable que le fer donc se corrode plus rapidement en formant une fine couche invisible d'oxyde de chrome « Cr₂O₃ » passive selon la réaction suivante :



Elle protège l'acier en le rendant difficilement corrodable, on ajoute souvent d'autres éléments d'addition tel que le nickel qui améliore les propriétés mécaniques de l'acier, le molybdène ou le titane qui augmente la stabilité de l'alliage à des températures autre qu'ambiante.

C'est la qualité du film de passivation qui détermine les qualités d'inoxidabilité de l'acier. Ceci implique que ce film ne doit pas être endommagé par des actions extérieures telles que des rayures, on parlera alors d'acier actif.

On peut classer les aciers inoxydables selon quatre familles [2]:

- Acier inoxydable martensitique.
- Acier inoxydable ferritique.
- Acier inoxydable austénitique.
- Acier inoxydable austéno-ferritique aussi appelé acier duplex.

Dans la normalisation américaine, les aciers inoxydables sont désignés par :

- Un chiffre de la série 400 pour Fe-Cr (exemple AISI 430),
- Un chiffre de la série 300 pour Fe-Cr-Ni (exemple AISI 316).

En raison de leur résistance à la corrosion et leurs propriétés mécaniques assez élevées par rapport aux matériaux traditionnels ainsi que leur mise en forme aisée, les aciers inoxydables jouent un rôle prépondérant dans différentes industries tel que : les constructions navales, aéronautique, automobile, mécanique et pétrolière.

I.2 Les aciers inoxydables austénitiques :

Les aciers inoxydables austénitiques Fe-Cr-Ni (série 300 selon ASTM) sont les aciers les plus répandus dans le marché (environ 80% du marché mondial), ceci est dû à leur structure cubique à faces centrées qui leur confère de nombreux avantages en terme de propriétés mécaniques qu'on abordera plus en détail dans cette partie du chapitre [1].

Pour appartenir à ce groupe, la somme des teneurs en chrome et nickel doit être supérieure à 26% afin d'obtenir une structure totalement austénitique à température ambiante comme le montre le diagramme Fe-Cr-Ni vu auparavant, on retrouve le plus souvent les combinaisons : 18/8 et 18/10 avec une très faible teneur en carbone ($\approx 0,06\%$), il existe 50 nuances d'acier inoxydable austénitique selon la norme NF EN 10088-1 [1].

Les aciers inoxydables austénitiques sont amagnétiques, et jouissent d'une structure homogène qui les rend ductiles, doux et déformables, ce qui facilite leur usinabilité et leur mise en forme. Les propriétés mécaniques de cet alliage sont tout aussi bonnes, que ça soit à température ambiante ou à basse température (jusqu'à -197°C), et varient selon la teneur en nickel et en carbone principalement ainsi que d'autres éléments d'addition, en effet, on constate que les alliages de type 18-8 présentent une bonne résistance au fluage dû à la hausse dans la teneur en carbone et une bonne résistance à la corrosion jusqu'à 1100°C grâce au taux de chrome et de silicium ajouté, cependant, on remarque que pour les alliages de type 25-20 le silicium ajouté leur confère une bonne résistance à la corrosion jusqu'à 1200°C [7].

La déformation à froid des aciers inoxydables austénitiques augmente leur résistance à la traction et leur dureté au détriment de l'allongement, de la striction et de la ténacité. (Figure I.6)

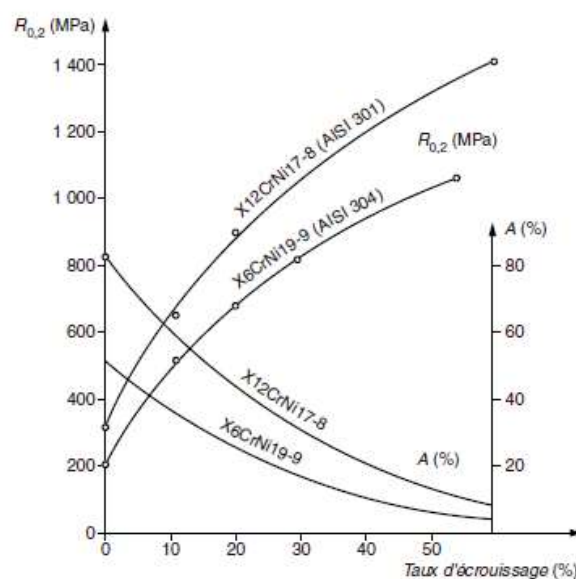


Figure 0.1 Influence du taux d'érouissage sur les caractéristiques d'aciers austénitiques [1].

De plus de leur bonne usinabilité et la facilité de leur mise en forme, les aciers inoxydables austénitiques sont bien soudables. Ils ne sont pas durcissables et pas trop sensibles au grossissement des grains mais présentent néanmoins une certaine sensibilité à la fissuration à chaud du métal fondu, ce phénomène se produit plus souvent pour les alliages dont le rapport chrome/nickel est inférieur ou égal à 1,8. Après soudage, ces aciers peuvent contenir un pourcentage en ferrite de 8 à 10%, qui diminue la fissuration à chaud. Lors du refroidissement, cette ferrite se transforme généralement en austénite, mais pas totalement, on essaie donc d'obtenir un taux de ferrite résiduel (ferrite delta) de 3 à 10% [8].

Il faut noter que les aciers inoxydables austénitiques présentent :

- Une faible limite d'élasticité $Re_{0,2} = 190 \div 230 \text{ MPa}$. (l'addition d'azote augmente cette dernière)
- Une résistance à la traction supérieure à celle d'un acier non allié $Re_m = 500 \div 730 \text{ MPa}$.
- Une dureté de $\approx 80 \text{ HRB}$
- Un coefficient de dilatation élevé entre 20°C et 300°C. $\alpha = 17,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- Une faible conductibilité thermique.
- Une résistance électrique élevée de l'ordre de $70 \mu\text{Ohm. cm}$.

I.2.1 Acier inoxydable austénitique 316L :

La désignation 316L (1.4404 selon EN) est une désignation d'ASTM Internationale qui est un organisme de normalisation qui rédige et produit des normes techniques concernant les matériaux, les produits, les systèmes et les services. La différence entre le 316 et 316L réside dans la teneur en carbone, avec « L » signifiant « Low carbon », c'est-à-dire que le 316L a une teneur en carbone inférieure à celle du 316 [9].

Le 316L est un acier inoxydable contenant 16 à 18% de chrome, 10,5 à 13% de nickel et 0,02% de carbone, mais afin d'améliorer la résistance à la corrosion, en particulier dans les environnements chlorés, du molybdène est ajoutée à l'alliage. La faible teneur en carbone de l'alliage 316L lui confère une meilleure résistance à la corrosion dans les structures soudées [9].

Cette nuance est utilisée le plus souvent pour le cas d'environnement suffisamment corrosif pour provoquer la corrosion inter-granulaire des soudures, mais il est aussi répandu dans les sites industriels, alimentaires, pharmaceutiques, les zones côtières, les piscines et les milieux avec une forte pollution industrielle (fer, chlore, soufre) [1].

I.2.2 Propriétés de l'acier inoxydable austénitique 316L :

C'est un acier inoxydable amagnétique avec une excellente résistance à la corrosion, il se caractérise par une faible teneur en carbone qui lui confère une bonne résistance à la corrosion inter-granulaire, et la présence de molybdène améliore la résistance aux acides non oxydants et à la corrosion par piqûres. Il n'est ni durcissable ni trempable, mais

parfaitement soudable avec tous les procédés (MIG, TIG, WIG, à l'arc, au laser...etc) exception faite du chalumeau oxyacétylénique. Dépendant des conditions de soudage, une faible teneur de ferrite résiduelle magnétisable peut être présente au niveau du cordon de soudure [1].

Cet acier se déforme facilement à froid (pliage, étampage, emboutissage). Cependant son taux d'érouissage très important nécessite des équipements adaptés. L'érouissage a pour conséquence de rendre le 316L très légèrement magnétisable [1].

Il faut aussi noter que lorsque cet acier est maintenu à des températures entre 500°C et 900°C, il y a risque de formation de phases, aux conséquences nocives pour l'aptitude à la déformation et la résistance à la corrosion. Un recuit consécutif sera alors nécessaire pour dissoudre cette phase avec un refroidissement rapide pour éviter toute nouvelle précipitation [1].

Une trempe n'est nécessaire que pour les pièces de grandes dimensions. Cet acier est relativement difficile à usiner et on lui préférera des nuances optimisées (PX, PM) si des usinages conséquents sont prévus [8].

Le tableau ci-dessous représente les propriétés physiques de cet alliage qui sont proches de celles précédemment évoquées dans les aciers inoxydables austénitiques :

Tableau 0.1 Propriétés physiques et mécaniques du 316L [1]

Propriétés physiques							
Densité ρ [$kg \cdot m^{-3}$]	Résistivité électrique ρ [$\mu\Omega \cdot m$]			Chaleur spécifique C_p [$J \cdot Kg^{-1} \cdot K^{-1}$]			Conductivité thermique λ [$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$]
7980	0,75			500			15
Coefficient de dilatation α [$10^{-6} \cdot C^{-1}$] entre 20°C et							Module élastique E [GPa]
100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C	700°C	200 à 20°C
16,5	17,5	17,5	18,5	18,5	19	19,5	172 à 400°C
Propriétés mécaniques							
Etat	Limite élastique $Rp_{0,2}$ [MPa]				Résistance de rupture R_m [MPa]	Allongement de rupture A_s [%]	Dureté Vickers [HV]
	20°C	100°C	200°C	300°C			
Recuit	190	166	137	118	460 - 680	≥ 45	160 – 200
Ecroui max	1300				1400	5	430

I.2.3 L'influence des éléments d'addition :

La résistance à la corrosion extraordinaire des aciers inoxydables austénitiques, ou encore leurs bonnes propriétés mécaniques à basse température, sont directement liées et améliorables par le biais de l'ajout d'éléments d'addition tel que : le manganèse, le silicium, l'azote ou le soufre. Chaque élément ajouté laisse des traces et des changements sur la structure

de l'alliage et ses propriétés, nous allons aborder dans cette partie du chapitre les différents effets des éléments d'addition sur l'acier inoxydable austénitique.

Le chrome : élément de base des aciers inoxydables, augmente la résistance à la corrosion.

Le nickel : élément majeur dans les aciers inoxydables austénitiques, il est gammagène, il stabilise alors l'austénite et facilite la mise en œuvre par déformation plastique.

Le manganèse : a un rôle alphagène pour une teneur de plus de 7% et diminue la fissuration à chaud.

Le carbone : puissant gammagène donc il stabilise l'austénite en déformation à froid mais diminue la résistance à la corrosion intergranulaire.

L'azote : puissant gammagène donc stabilise l'austénite, augmente la limite élastique dans le cas des faibles teneurs en carbone.

Le silicium : Alphagène diminue la résistance à la fissuration lors du soudage mais améliore les propriétés pour des températures élevées.

Le soufre : Améliore l'usinabilité mais diminue la résistance à la corrosion par piqûre.

Le molybdène : élément alphagène. À des teneurs de 2 à 5%, il augmente la résistance à la corrosion dans plusieurs milieux mais forme des carbures si l'alliage est maintenu à des températures allant de 500 à 1000°C pendant 1 à 1000 heures, ces carbures détériorent les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.

I.3 Autres utilisations industrielles de l'acier inoxydable 316L :

En plus du projet du GTP et Linde pour la distribution du gaz naturel, les aciers inoxydables 316L sont utilisés dans de nombreux autres domaines, comme cité auparavant, allant des pipelines dans le désert, aux instruments médicaux dans les hôpitaux, mais leur utilisation reste limitée pour les cas spéciaux, où le risque de corrosion est fort présent. Par conséquent leur utilisation est très répandue dans les usines chimiques et pétrochimiques, dans l'architecture, l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique mais surtout dans les zones côtières et les offshore.

Chapitre II : Le soudage

I.4 Introduction au soudage :

Avant le 19^{ème} siècle, le seul procédé d'assemblage des pièces métalliques était le forgeage, mais avec les avancées technologiques, il était devenu possible de stocker de l'oxygène et de l'acétylène en toute sécurité, et qui une fois mélangés, donnent des températures élevées et suffisantes qui peuvent atteindre 3100°C, permettant un bain de métal en fusion qui se solidifie en refroidissant pour constituer le joint entre les pièces à assembler.

Après ce succès, plusieurs autres procédés avec d'autre source d'énergie ont vu le jour tel que le soudage par résistance et le soudage à l'arc, qui utilisent l'énergie électrique pour atteindre des températures très élevées. Les premières électrodes fabriquées étaient en acier, mais elles ont rapidement dû être remplacées par des électrodes en carbone de Bernardos pour le soudage à l'arc. L'électrode enrobée n'a été inventé qu'en 1904 par un suédois nommé Oskar Kjellberg. Le soudage à l'arc, le soudage par résistance et le soudage sous protection gazeuse ont été inventés avant la Première Guerre Mondiale.

A la fin des années 1930, de nouveaux procédés remplacent le soudage à l'arc traditionnel avec l'électrode fusible, le plus utilisé était le soudage à l'arc submergé (AS) dans lequel l'arc est plongé dans un flux granuleux.

En 1940, les Etats-Unis invente la protection par gaz inerte et l'utilisation d'une électrode en tungstène qui permet la soudure sans matériau d'apport, le procédé est appelé soudage TIG (Tungsten Inert Gas).

Le soudage avec gaz de protection inerte hélium ou argon, dit MIG, n'apparaît que quelques années plus tard, le remplacement des gaz inerte par le CO₂, à cause de sa disponibilité et son faible coût, crée le procédé MAG (Metal Active Gas)

D'autres méthodes plus avancées voient le jour en 1958, comme le soudage par faisceau d'électrons (Soudage FE) qui permet une pénétration étroite et profonde à la fois, mais il présente néanmoins un inconvénient majeur qui est la nécessité d'une chambre à vide qui pourrait contenir tous les équipements nécessaires ainsi que la pièce à souder.

Il existe aujourd'hui plusieurs procédés de soudage plus modernes les uns que les autres comme : le soudage électrogaz, soudage laser, soudage par faisceau d'électrons, soudage aluminothermique, soudage par ultrasons, soudage par plasma ...etc.

I.5 Soudage GTAW :

I.5.1 Présentation du procédé :

Le soudage GTAW (Gas Tungsten Arc Welding) ou plus connu sous le nom de TIG (Tungsten Inert Gas) est un procédé de soudage à l'arc, dans lequel l'arc jaillit entre la pièce à souder et une électrode de tungstène infusible qui se trouve au milieu de la buse de soudage, cet arc éclate dans une atmosphère de gaz inerte (le plus souvent de l'Argon ou de l'Hélium) qui est transporté à l'aide d'une buse à gaz fixée à l'extrémité du pistolet de soudage, ce gaz a pour rôle de protéger l'électrode et le métal fondu [11].

On peut utiliser un métal d'apport, soit sous forme de baguettes à manier manuellement soit sous forme de fil d'apport pour le soudage automatique. Ce procédé est généralement utilisé pour le soudage des tuyaux et des plaques tabulaires sur les échangeurs de chaleurs. Il est souvent utilisé pour les aciers inoxydables et les alliages légers mais il convient pour tous les matériaux soudables (exception faite pour le zinc et le plomb) ainsi que pour tous les types de joints et positions. L'arc résultant de la manipulation est stable et maîtrisé parfaitement.

I.5.2 Matériels utilisés :

Dans le soudage GTAW on utilise [12] :

- Un pistolet à souder ;
- Un générateur haute fréquence pour l'amorçage de l'arc ;
- Une alimentation électrique ;
- Un gaz de protection ;
- Un équipement de contrôle.

I.5.2.1 Gaz protecteur :

Dans le soudage GTAW, le gaz protecteur est choisi selon les matériaux des pièces à souder [14], on retrouve alors pour :

- Les aciers :

Le gaz de protection utilisé pour le soudage des aciers non alliés, faiblement alliés ou inoxydables est l'argon pur dans le cas d'un soudage manuel ou mélangé avec de l'hélium ou de l'azote dans le cas d'un soudage automatique.

Dans le cas des aciers inoxydables ou facilement oxydables, on utilise un gaz de protection de racine pour éviter l'oxydation de l'envers de la soudure, ce gaz est un mélange d'azote et d'hydrogène.

- Aluminium :

Pour l'aluminium ou les alliages d'aluminium on utilise souvent d'argon mélangé à de l'hélium, ce dernier améliore le transfert de chaleur pour les matériaux épais, augmente la tension de l'arc et donc la vitesse de soudage.

- Cuivre :

L'argon reste adéquat pour le soudage du cuivre et alliage de cuivre aussi dans toutes les positions mais un préchauffage est nécessaire à cause de la grande conductivité thermique de ce métal.

- Titane :

Dans le cas du titane, un gaz de protection pur à 99,99% au moins est obligatoire et avec une plus grande quantité que les autres métaux, il peut être de l'hélium ou de l'argon.

I.5.3 L'électrode :

Le tungstène est le métal de base de l'électrode dans le procédé GTAW pour des raisons évidentes : son point de fusion très élevé à 3 370°C et sa conductivité thermique incroyable égale à celle de l'aluminium ($174 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$), en plus de ses bonnes propriétés physiques, il présente aussi une forte émission électronique et une faible résistance électrique, deux critères majeurs pour une électrode de soudage.

L'électrode de tungstène pur convient au soudage des métaux légers, mais pour d'autres applications on y ajoute des éléments d'additions à faible proportions tels que : l'oxyde de thorium (bien qu'il soit radioactif mais inoffensif à faible proportion si on l'inhale pas), l'oxyde de zirconium, l'oxyde de lanthane ou l'oxyde de cérium. Ces ajouts stabilisent l'arc et facilitent l'amorçage. Le tableau ci-dessous présente quelques électrodes de soudage GTAW :

Tableau 0.1 Exemples d'électrodes de soudage TIG conformes ISO 6848.

Additif	Proportion (%)	Code couleur	Type	Courant
-	0	Vert	WP	C.A
Thorium	2	Rouge	WT20	C.C
Zirconium	0,8	Blanc	WZ8	C.A
LANthane	1	Noir	WL10	C.A et C.C
Cérium	2	Gris	WC20	C.A et C.C

Pour obtenir une certaine stabilité de l'arc, la charge de courant doit être élevée et cela dépend directement du diamètre de l'électrode et sa pointe. Contrairement au soudage en courant alternatif (CA), dans le soudage en courant continu (CC), la pointe de l'électrode doit être affûtée parallèlement à son axe à l'aide d'une meule pour obtenir une pointe à 45° pour une longueur de 1,5 ou 2 fois le diamètre de l'électrode.

I.5.4 Préparation des surfaces à souder :

La préparation des surfaces avant le soudage est un facteur essentiel qui influe directement sur la qualité de la soudure. Elle consiste en vérité à préparer la surface et le joint de soudure, que ça soit pour un assemblage bout à bout, en T, en angle extérieur, à recouvrement ou sur chant, cette préparation varie selon les épaisseurs des tôles, la géométrie des pièces, la position de soudage, les caractéristiques mécaniques recherchées ainsi que l'usinage à effectuer ultérieurement.

La qualité du joint soudé est tributaire du soin apporté à la préparation de la surface, en effet, plusieurs défauts de soudage proviennent d'une mauvaise préparation de surface. Cette préparation consiste à éliminer tous les résidus, les fissures, les oxydes et les matières végétales ou organique (comme l'huile s'il s'agit d'une pièce mécanique ayant déjà travaillé) avant le soudage. Pour comprendre l'importance de cette étape, il faut savoir que tous les résidus non éliminés se verront emprisonnés dans le bain de fusion pendant le soudage, cela conduirait à la formation de porosités, inclusions et des microfissures.

Chapitre III : Traitements thermiques et suivi électrochimique

I.6 Introduction aux traitements thermiques des aciers :

Lors du refroidissement des aciers, plusieurs phases et structures métastables peuvent se former dans des conditions hors équilibre. Le diagramme fer-cémentite est un diagramme décrivant des phénomènes ne s'établissant qu'au bout d'un temps plus ou moins long, alors pour mieux comprendre ces transformations, il faut considérer les états hors-équilibres cités précédemment, ces dernières nécessitent de prendre en compte le temps et la température nécessaires à la transformation, on obtient alors un système tridimensionnel (Température – Temps – Composition). De cela sont nés les diagrammes ternaires TTT et TRC qui sont générés en fixant la teneur en carbone et en variant le temps, ces diagrammes nous permettent de mieux comprendre les évolutions du système pendant un court temps, et de mettre en évidence les changements structuraux liés aux traitements thermiques appliqués.

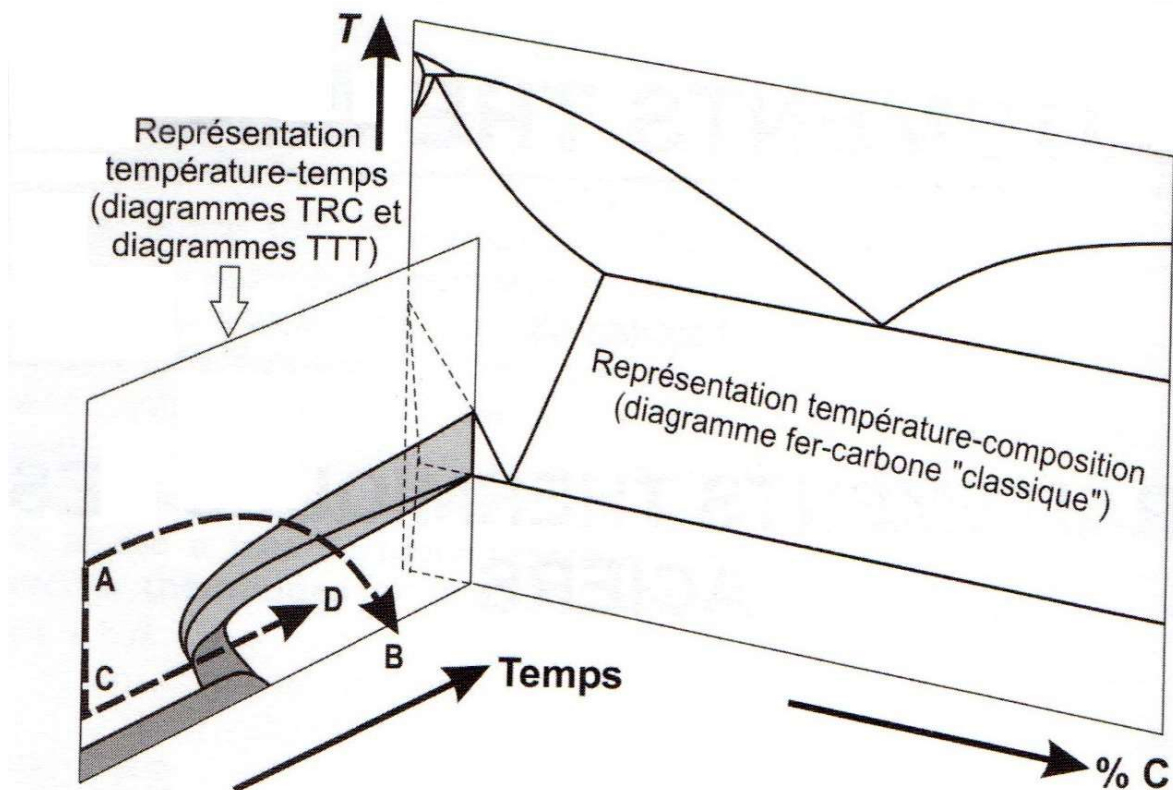


Figure 0.1 Système tridimensionnel : Température - Temps - Composition.

Tout l'art du traitement thermique repose sur l'action de refroidir un acier préalablement austénisé dans des conditions qui le transforme en perlite ou en ferrite, ou au contraire qui évitent ces transformations conduisant ainsi le métal à refroidir dans d'autres structures comme la martensite ou alors stoppant la transformation gardant ainsi l'austénite à l'ambiante, on appelle cela la trempe.

Ces constituants peuvent alors être décomposés à leurs tours par un réchauffage ou un revenu. Enfin ces effets cités précédemment peuvent être effacés lors d'un recuit.

Ces traitements thermiques sont appliqués dans le but d'accroître ou décroître une propriété mécanique quelconque, par exemple, souvent (mais pas toujours) pour les aciers, la trempe cause la transformation martensitique et donc une augmentation flagrante de la dureté, cette même dureté diminue régulièrement lorsque la durée et la température du revenu augmentent, sauf pour les aciers contenant certains éléments (Cr, Mo, V...) qui provoquent la précipitation de carbures durcissant.

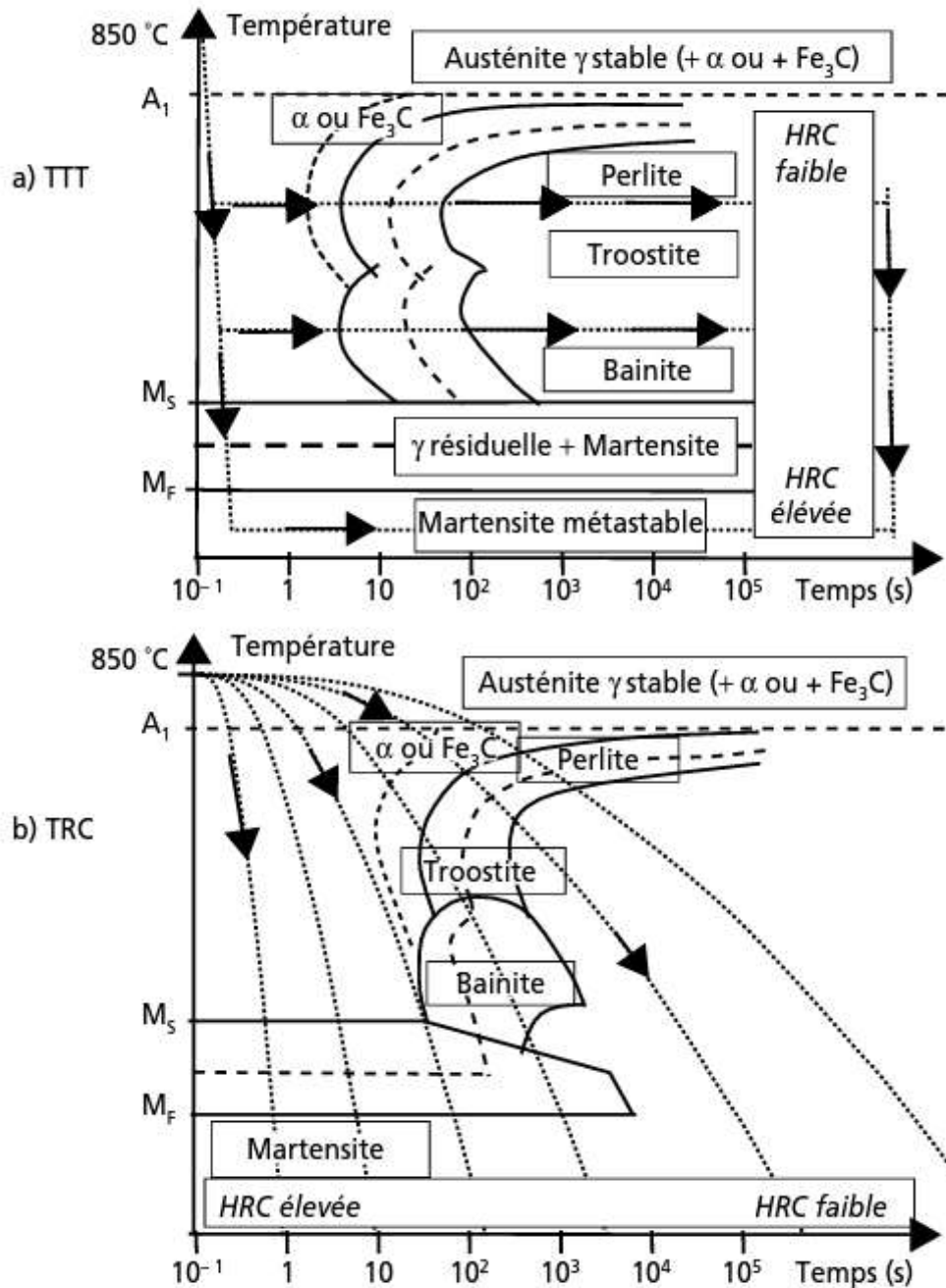


Figure 0.2 Diagramme typique TTT et TRC d'un acier au carbone.

En plus de la dureté, la limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à la rupture ainsi que la ténacité de tous les aciers sont très sensibles à leur microstructure et donc aux traitements thermiques.

I.7 Les traitements thermiques dans les aciers inoxydables :

Les traitements thermiques appliqués aux aciers inoxydables sont propres à la structure finale de l'acier, et sont donc spécifiques pour chaque famille d'alliage qui sont : les aciers inoxydables austénitiques, ferritiques, martensitiques et austéno-ferritique. Dans cette partie du document, nous traiterons, en général, chaque traitement thermique à part et les traitements thermiques des aciers inoxydables austénitiques en particulier.

I.7.1 L'hypertrempe :

Ce traitement thermique permet d'obtenir des structures austénitiques homogène, le refroidissement se fait à l'air (sauf cas spécial de grosses pièces forgées ou moulées) pour avoir une vitesse de refroidissement assez élevée afin éviter les précipitations de carbures de chrome ou autre composés. La durée de maintien à haute température d'austénitisation, quant à elle, dépend de l'épaisseur de la pièce, elle varie entre 0,7 et 2,5 minutes par millimètre, qui sont des valeurs assez importantes mais nécessaires pour l'homogénéisation de la température dans la pièce compte tenu de la faible conductivité thermique de l'austénite [17].

La température d'hypertrempe est définie entre 950 °C et 1 150°C pour permettre la dissolution des composés intermétalliques et les carbures formés lors du refroidissement initial, si la température dépasse les 1 150°C, il y aura un risque de grossissement néfaste des grains de l'austénite. Cela explique les hautes températures d'hypertrempe pour les nuances au molybdène qui, rappelons-le, est un élément alphasène, qui seront suffisantes pour dissoudre ces composés. On retrouve alors la répartition des températures d'hypertrempe suivante :

- 1 000 à 1 100 °C pour les nuances sans addition de molybdène ;
- 1 050 à 1 150 °C pour les nuances avec addition de molybdène ;
- 950 à 1 050 °C pour les nuances stabilisées sans molybdène.

I.7.2 Traitement de relaxation :

Lors de l'hypertrempe ou le soudage, il y a un refroidissement rapide et brutal de la pièce, ce dernier peut engendrer des contraintes dites contraintes résiduelles, pour éliminer ces contraintes, on applique un traitement de détente ou de relaxation, cette action se fait par abaissement de la limite d'élasticité ou par fluage. Il existe deux types de traitements de détente :

- Détente à basse température : son application à basse température lui confère l'avantage de ne pas provoquer des modifications métallurgiques dans la pièce. Il réduit de peu les contraintes résiduelles mais assez pour diminuer les pics locaux qui peuvent altérer la résistance à la corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques. Il consiste à maintenir la pièce à une température comprise entre 200 et 400°C pour une durée d'une heure (10 à 20 minutes par millimètre d'épaisseur) au-delà les effets s'estomperont car il y a absence de fluage. Ce chauffage est suivi d'un refroidissement lent [18].
- Détente par fluage : bien plus efficace que le traitement à basse température mais avec des paramètres plus extrêmes, en effet la température de chauffage est comprise entre 550 et 1 050°C, d'un maintien à 2,5 minutes par millimètres d'épaisseur au minimum et d'un refroidissement homogène plus lent que le traitement ayant généré ces contraintes. Le taux de contraintes supprimées passe de 35% à 550 °C à 100% à 1 050 °C [18].

I.7.3 Traitement de désensibilisation :

Après traitement à haute température, les aciers inoxydables austénitiques non stabilisés subissent une sensibilisation à la corrosion intergranulaire par appauvrissement en chrome dans le voisinage des carbures de chrome, dans le cas où leur refroidissement n'a pas été assez rapide. Dans ce cas, un traitement dit de désensibilisation ou d'homogénéisation est appliqué, ce dernier consiste à supprimer le caractère sensibilisant à la corrosion intergranulaire des carbures sans les supprimer, en augmentant la teneur en chrome dans les zones adjacentes par diffusion [18].

La température de ce traitement est comprise entre 850 et 950°C pour les aciers inoxydables austénitiques avec un temps de maintien supérieur à une heure [18].

I.7.4 Traitement antiferrite :

Nous avons mentionné dans le deuxième chapitre qu'il existait un risque de formation d'un taux de ferrite pendant le soudage, cette ferrite a un caractère préjudiciable entre 550 et 900 °C, en effet, dans cette gamme de température, la ferrite forme la phase σ , causant par ailleurs la fragilisation de la pièce. A des taux plus élevés (entre 10 et 45%), la ferrite diminue la forgeabilité, par conséquent avant l'application d'une opération de mise en forme difficile, un traitement antiferrite est appliqué afin de limiter le taux de ferrite résiduelle dans la pièce [17].

Le traitement antiferrite est un traitement d'homogénéisation, ce traitement tend à diminuer les ségrégations formées à la solidification et qui ne sont pas éliminées lors des chauffages antérieurs, ces éléments favorisent la formation de ferrite en dessous de 1 100 °C.

L'opération consiste en un chauffage à une température relativement élevée (entre 1 150 et 1 200 °C), cette température facilitera la diffusion qui éliminera les ségrégations, mais pour assurer la fiabilité de ce phénomène, un maintien de 24 à 36h à cette température est nécessaire, un refroidissement jusqu'à 1 050 °C est ensuite appliqué afin d'atteindre la température d'hypertrempe, cette dernière est ensuite exécutée avec un refroidissement rapide jusqu'à température ambiante [17].

III.2.5 Traitement thermomécanique :

Jusqu'ici, nous n'avons abordé que l'amélioration des propriétés métallographiques de l'acier inoxydable austénitique, or des traitements pour améliorer les propriétés mécaniques de celui-ci existent, parmi eux le traitement thermomécanique, ce dernier est le plus efficace pour augmenter la limite d'élasticité [17].

Il existe deux processus pour augmenter les propriétés mécaniques d'un alliage, le premier étant de diminuer la température lors des dernières passes de laminage, un taux de l'écroutissage à chaud est alors conservé en augmentant la limite d'élasticité, ce processus est souvent accompagné d'un adoucissement pour l'affinage des grains avec des cycles recristallisation-écrouissage, cet ensemble d'opération est appelé : contrôle [17].

Le deuxième processus a pour but de former des carbonitrides fins, mais avant cela, une hypertrempe est appliquée pour dissoudre les carbures déjà existants. Un écrouissage d'un certain ordre est ensuite exécuté pour créer des germes intragranulaires, afin d'éviter la sensibilisation à la corrosion intergranulaire, les carbonitrides créés seront de niobium [17].

Néanmoins ce traitement présente quelques inconvénients lors du soudage, le premier réside dans l'hétérogénéité en terme de résistance mécanique du métal d'apport, ce problème peut se résoudre en utilisant un métal d'apport au manganèse et à l'azote pour avoir une limite d'élasticité comparable à celui du métal de base, le deuxième est l'adoucissement du métal de base dans la ZAT, on peut palier à ce problème en jouant sur les paramètres de soudage [17].

Chapitre IV : Suivi électrochimique :

Les essais de corrosion sont très importants, ils nous permettent de déterminer ou estimer, d'un point de vue quantitatif, les grandeurs caractéristiques de la corrosion telles que le courant et le potentiel de corrosion et la vitesse de corrosion, ce qui nous permettra plus tard de prendre les précautions nécessaires contre ce phénomène.

Dans le cadre de l'étude des interfaces électrode/électrolyte, ce qui est le cas en corrosion aqueuse, différentes techniques électrochimiques sont couramment utilisées. Elles mettent toutes en jeu des mesures de potentiel et/ou de courant, et peuvent être classées en deux groupes. Le premier regroupe les techniques dites stationnaires, comme la chronopotentiométrie, la chronoampérométrie, la voltampérométrie). Ces techniques permettent de recueillir des informations liées à la thermodynamique du système étudié et quelquefois à sa cinétique. Néanmoins, elles sont sujettes à des limitations, notamment dans le cas de systèmes très résistants ou pour l'étude des mécanismes réactionnels. De plus, certaines d'entre elles entraînent la destruction de l'échantillon. Pour contourner ces limitations, il a été mis au point un certain nombre de techniques dites transitoires, basées sur l'utilisation des fonctions de transfert comme la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).

Les aciers inoxydables, contrairement à ce que leur nom indique, sont exposés au danger de la corrosion, les formes de corrosion qui les touchent le plus sont :

- La corrosion intergranulaire.
- La corrosion par piqûres.
- La corrosion sous contrainte.

I.8 La polarisation :

La polarisation est la méthode la plus utilisée pour déterminer le courant, le potentiel et la vitesse de corrosion. Cette méthode est basée sur l'équation $i=f(E)$ de Butler-Volmer [19] :

$$i = i_0 \left(\exp\left[\frac{\alpha \cdot z \cdot F}{R \cdot T} \cdot (E - E_{eq})\right] - \exp\left[-\frac{(1 - \alpha) \cdot z \cdot F}{R \cdot T} \cdot (E - E_{eq})\right] \right)$$

Avec :

i : densité de courant (en $A \cdot m^{-2}$).

i_0 : densité de courant d'échange (incluant la constante de vitesse).

E : Potentiel de l'électrode.

E_{eq} : Potentiel d'équilibre.

T : température (en K).

Z : nombre d'électrons intervenant dans l'étape déterminant la vitesse de réaction.

F : constante de Faraday (en $C \cdot mol^{-1}$).

R : constante des gaz parfaits (en $J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$).

A : coefficient de transfert de charge.

Cette équation peut être simplifiée comme suit :

$$i = i_{corr} \exp\left(\frac{E}{\beta_a}\right) - i_{corr} \exp\left(\frac{E}{\beta_c}\right)$$

Avec β_a et β_c sont les coefficients de Tafel.

Si la réaction chimique est dite cathodique le terme anodique est négligé et la densité de courant devient :

$$i = -i_{corr} \exp\left(\frac{E}{\beta_c}\right)$$

Le même cas pour une réaction anodique avec :

$$i = i_{corr} \exp\left(\frac{E}{\beta_a}\right)$$

Si on représente la courbe de polarisation en fonction de $\log(i) = f(E)$ (figure IV-26), le point d'intersection des deux droites cathodique et anodique représente le courant et le potentiel de corrosion.

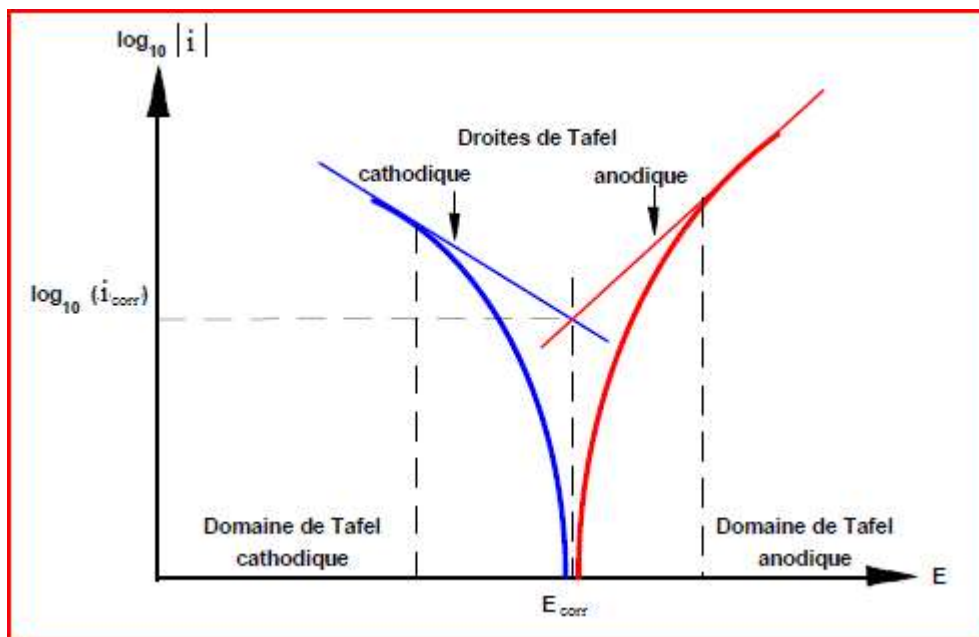


Figure 0.1 Les droites de Tafel.

Au potentiel de corrosion, le courant est égal au courant de corrosion, ce qui nous permet de déduire la vitesse de corrosion qui est directement proportionnelle à ce courant :

$$V_{corr} = \frac{i_{corr}}{nF}$$

I.9 Suivi du potentiel ouvert (OCP) :

Un métal plongé dans un milieu électrolytique quelconque tend à se dissoudre et à se charger électriquement avec création d'une double couche électrochimique assimilable à un

condensateur électrique. Au bout d'un temps suffisamment long pour qu'un régime stationnaire soit établi, l'électrode métallique prend par rapport à la solution un potentiel, appelé potentiel de corrosion. Ce potentiel ne peut être connu en valeur absolue. Il est repéré par rapport à une électrode de référence.

En suivant temporairement le potentiel on peut connaître le comportement de la surface de notre métal en milieu corrosif, ce qui nous permettra plus tard de déterminer les conditions d'emploi du métal en fonction de son milieu. Cette mesure s'effectue entre l'électrode de travail qui représente notre échantillon et l'électrode de référence. Le potentiel d'abandon à plusieurs nom comme : potentiel de repos, potentiel en circuit ouvert, potentiel spontané ou aussi potentiel libre. Cette méthode ne perturbe en aucun cas l'état du système étudié.

Le potentiel d'abandon n'est pas caractéristique du métal, il dépend des conditions du milieu dans lequel se trouve le métal ainsi que l'état de sa surface. L'interface métal solution peut se modifier en continue par la formation de nouveaux produits de corrosion.

La courbe qui représente l'évolution du potentiel en fonction du temps d'immersion $E=f(t)$ peut évoluer en quatre différentes possibilités comme on peut le voir dans (la figure IV.2) [20].

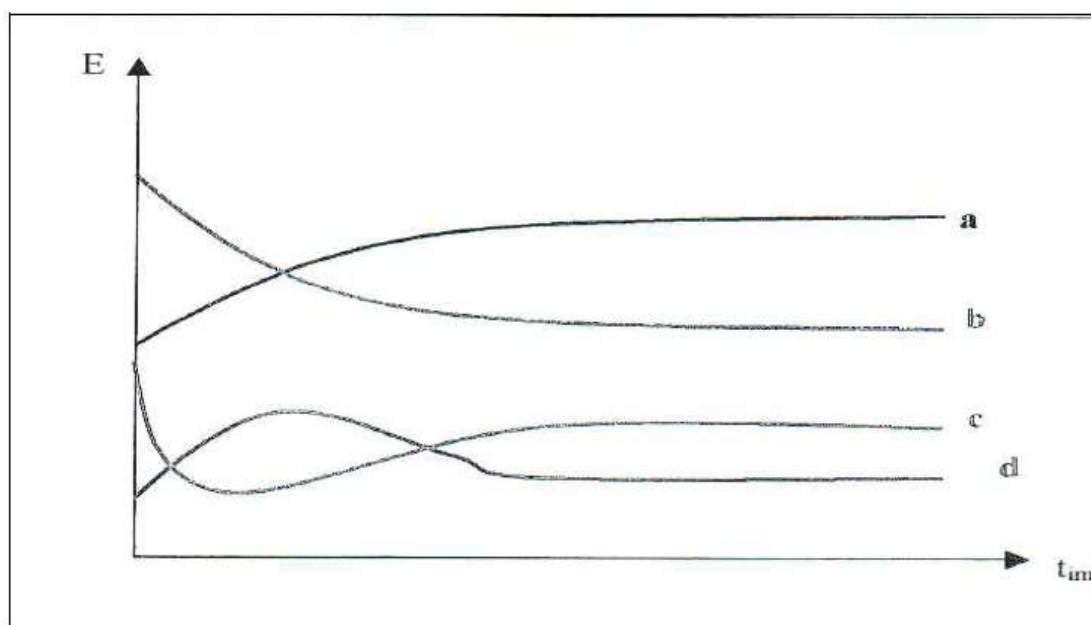


Figure 0.2 Courbes types potentiel/temps d'immersion : $E=f(t)$.

En étudiant l'évolution des courbes $E=f(t)$ on peut avoir une indication sur l'évolution du phénomène de corrosion ou de passivation :

- a- le potentiel augmente au cours du temps (devient de plus en plus cathodique), c'est le cas d'une réaction de passivation conduisant par exemple à la formation sur la surface du métal d'un produit de corrosion insoluble, adhérent, compact et par conséquent d'une couche protectrice.
- b- Le potentiel devient de plus en plus anodique, c'est le cas d'une attaque par dissolution continue du métal (le potentiel de l'électrode devient de moins en moins noble).

- c- Le potentiel devient d'abord négatif (anodique) puis tend vers des valeurs plus positives, c'est le cas d'un début d'attaque suivie d'une passivation.
- d- Le potentiel devient d'abord plus noble puis tend vers de valeurs plus négatives. Il s'agit d'un métal qui se passive mais la couche de passivation formée est instable, elle se détruit après un certain temps (disparition d'un film protecteur préexistant à l'immersion).

I.10 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) :

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une méthode puissante de l'évaluation de la performance d'un supercondensateur dans le domaine fréquentiel. Celle-ci permet de caractériser les composants à stockage faradique et non-faradique à savoir : résistance de l'électrolyte, capacité de la double couche, résistance de polarisation, résistance de transfert de charge, élément à phase constante (CPE), impédance de diffusion de charge, inductance virtuelle, etc.

Le principe de spectroscopie d'impédance électrochimique est basé sur la mesure d'une fonction de transfert suite à la perturbation imposée du système électrochimique étudié. Couramment, la perturbation est sinusoïdale. Le signal appliqué est donc de la forme suivante :

$$e(t) = E_{max} \cdot \sin(\omega \cdot t)$$

La réponse en courant parcourant le composant électrochimique est de la même forme avec un déphasage Ω comme l'illustre l'équation suivante :

$$i(t) = I_{max} \cdot \sin(\omega \cdot t - \Omega)$$

L'impédance électrochimique se définit comme étant le nombre complexe $Z(\omega)$ résultant du rapport :

$$Z(\omega) = \frac{|\Delta E|}{|\Delta I|} (\cos \Omega + j \sin \Omega) = |Z| \exp(j\Omega)$$

Dans le plan complexe, l'impédance représente un vecteur, caractérisé par le module $|Z|$ et l'angle de déphasage Ω . On peut aussi l'écrire comme la somme vectorielle d'une partie réelle et d'une partie imaginaire $Z = Z_{re} + jZ_{im}$

La représentation graphique d'une impédance $Z = Z_{re} + jZ_{im}$ dans le plan complexe pour différentes fréquences est appelée diagramme de Nyquist c'est le diagramme que nous allons étudier dans ce travail. Dans ce cas la fréquence n'apparaît qu'indirectement sur le diagramme. Il est parfois utile de modéliser l'impédance d'un système électrochimique par celle d'un circuit électrique équivalent composé d'éléments passifs. On présente dans la figure ci-dessous un exemple de diagramme de Nyquist et son circuit équivalent :

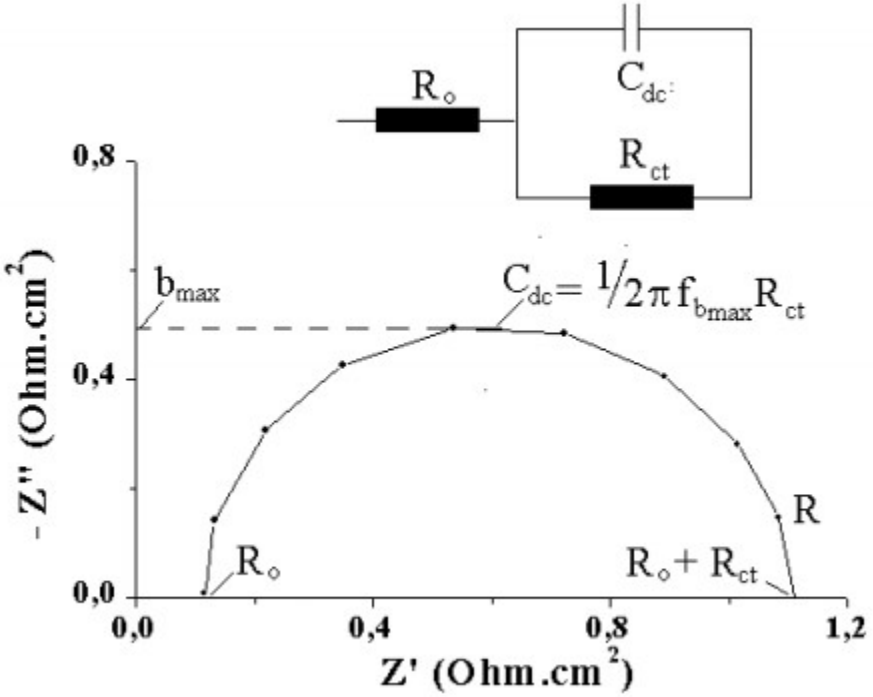


Figure IV.3 – Diagramme de Nyquist et son circuit électrique équivalent.

Chapitre V : Matériaux et techniques expérimentales

I.11 Présentation du matériau :

Pour effectuer cette étude l'EN-GTP nous a fourni des échantillons de l'acier inoxydable austénitique du grade TP316/316L (nuance type : A312) prélevés depuis un pipeline gazier soudé avec le procédé GTAW avec comme métal d'apport le ER316L, destiné au projet TOUATGAZ – ADRAR.

I.11.1 Etude du métal de base :

Le métal de base a été importé d'Inde sous forme de tuyaux élaborés par l'entreprise PRAKASH STEELAGE LTD dans les dimensions suivantes : 168,3 mm OD x 3,4 mm THK x 5 – 7 MTR LONG. L'A312 TP316L est un acier inoxydable austénitique avec une très faible teneur en carbone, une très bonne résistance à la corrosion mais une mauvaise usinabilité, néanmoins, il est parfaitement soudable avec tous les procédés sans traitements thermiques nécessaires. Il est amagnétique et pas trempable mais ses propriétés mécaniques restent bonnes, il jouit d'un module élastique allant jusqu'à 200 GPa et d'une dureté hors écrouissage variant entre 160 et 200 HV. Cependant, des traitements adaptés peuvent être appliqués avec un risque d'une formation de phase néfaste si l'acier est maintenu à des températures entre 500 et 900 °C. la composition chimique de ce métal fournie par l'entreprise, et qu'on vérifiera plus tard à l'aide de la spectrométrie, est la suivante :

Tableau 0.1 Composition chimique en pourcentage massique (%) du métal de base.

C	Cr	Ni	Mo	S	Si	Mn	P	Pb
0,023	16,72	11,15	2,05	0,006	0,40	1,65	0,030	0,001

Le document fourni par PRAKASH STEELAGE nous informe aussi sur les propriétés mécaniques du métal de base, qui sont a priori bonnes et qui sont données dans le tableau suivant :

Tableau 0.2 Propriétés mécaniques du métal de base.

Limite élastique Rp0,2 [MPa]	Résistance à la rupture Rm [MPa]	Allongement A [%]	Dureté Rockwell [HRB]
305,32	572,91	60,0	72 – 74

I.11.2 Etude du métal d'apport :

Le métal d'apport est le W 19 12 3 L selon l'EN : ISO 14343 et le ER316L selon SFA/AWS A5.9, cet acier inoxydable austénitique destiné au remplissage lors du soudage est fourni par l'entreprise ESAB France dont le siège social se trouve en Inde, le métal est livré sous forme de tige 2,4 x 1000 mm pesant 5 Kg chacune. Ce métal jouit des mêmes propriétés physiques que le métal de base.

Sa composition chimique se rapproche de la composition du métal de base et est la suivante :

Tableau 0.3 Composition chimique en pourcentage massique (%) du métal d'apport.

C	Cr	Ni	Mo	S	Si	Mn	P	Pb
0,01	18,2	11,8	2,5	0,01	0,40	1,5	0,02	0,02

Même si les compositions chimiques se rapprochent, les propriétés mécaniques, elles, se diffèrent avec variation assez importante :

Tableau 0.4 Propriétés mécaniques du métal d'apport.

Limite élastique $R_{p0,2}$ [MPa]	Résistance à la rupture R_m [MPa]	Allongement A [%]
440	620	37

I.12 Préparation du joint de soudure :

Avant chaque opération de soudage, les deux pièces à souder doivent être soigneusement nettoyé et exempt de tout corps gras. Les pièces devront subir un dégraissage suivi d'un décapage mécanique ou parfois chimique (dans le cas des alliages légers).

Les bords sont débarrassés de tout excès d'oxyde, rouille, graisse ou peinture. Selon l'épaisseur des pièces on choisit si le soudage se fait sur des bords droits ou sur des bords chanfreinés. Une finition mécanique est obtenue par meulage à la brosse métallique ou à la laine d'acier.

Dans notre cas les deux bords sont chanfreinés (figure IV.1) avec un épaulement $a = 1.6 \pm 0.8$ mm et un écartement $b = 3.2 \pm 0.8$ mm et un angle de chanfrein $\alpha = 35^\circ$

I.13 Réalisation de la soudure :

I.13.1 Procédé GTAW :

La soudure de la tuyauterie à l'acier inoxydable est réalisée avec le procédé GTAW (Gas Tungsten Arc Welding) ou plus communément appelé TIG, ce procédé à l'arc consiste à faire

jaillir l'arc entre la pièce à souder et une électrode de tungstène infusible, cet arc éclate dans une atmosphère de gaz inerte qui est transporté à l'aide d'une buse à gaz fixée à l'extrémité du pistolet de soudage.

La soudure est réalisée avec un poste de marque LINCOLN High Frequency Current en courant alternatif (AC), avec une électrode de tungstène thorié de 2,4 mm de diamètre dans une atmosphère d'argon pur à 99,995%.

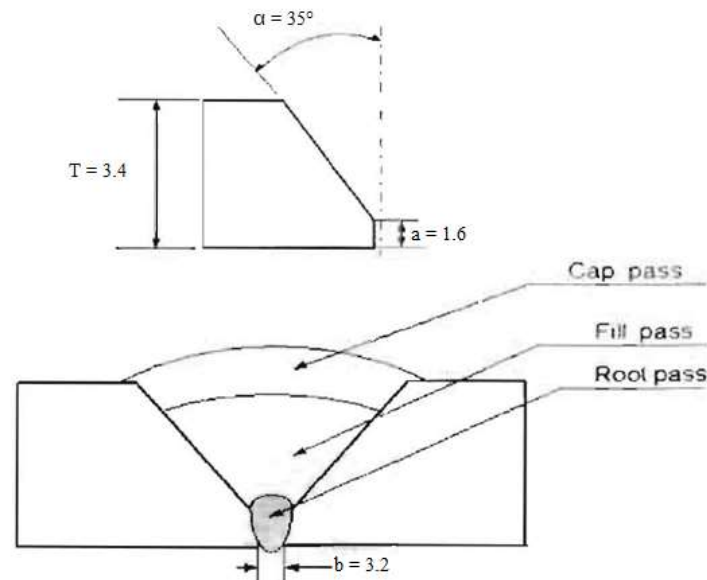


Figure 0.1 Forme du joint de soudure et le nombre de passe.

I.13.2 Paramètres de soudage :

Après un préchauffage à 20 °C et la mise en place des tous les paramètres, notre soudure est réalisée en 2 passes à cause de l'épaisseur du tuyau qui est de 3,4 mm, une fois la première passe finie, la température entre les deux passes est de 115 °C car on laisse s'écouler 4 minutes avant d'entamer la passe suivante, le tout sous une même atmosphère d'argon à 99,995%, on retrouve alors les différents paramètres de soudage pour chaque passe dans le tableau suivant :

Tableau 0.5 Paramètres de soudage utilisés.

N° de passe	Position de soudage	Métal d'apport		Courant de soudage				Temps de soudage (en minutes)	Vitesse de soudage (cm/mn)	Energie de soudage (kJ/cm) max
				Intensité (Amp)		Tension (volt)				
		Type	Dia ø (mm)	I _{min}	I _{max}	U _{min}	U _{max}			
1	5G	ER316L	2,4	90	102	9,5	10,5	6min 32s	7,33	8,77
2	5G	ER316L	2,4	95	105	10,1	11,5	5min 07s	9,36	7,74

Après chaque passe et après enlèvement du laitier, tout défaut apparent est enlevé par brossage et/ou meulage avant l'exécution de la passe suivante. Les brosses et disques doivent être identifiées pour les utilisations sur Acier inox uniquement. Le courant de soudage et la manière de déposer le métal assureront une fusion complète sans manque de liaison sur les faces du chanfrein et la zone voisine du métal de base. Il devra par la suite satisfaire à un examen visuel conforme aux exigences des codes et standards en vigueur.

I.14 Traitements thermiques :

I.15

Dans le but de diminuer les composés intermétalliques et les carbures non désirés formés lors du soudage, nous avons exécuté trois traitements thermiques différents sur trois différents échantillons, ces traitements thermiques consistent en un maintien à la température d'austénitisation suivie d'un autre maintien à une certaine température choisie pour des temps différents. Nous avons par la suite observé l'effet de ces traitements sur les caractéristiques métallurgiques et électrochimiques de la soudure.

I.15.1 Paramètres et déroulement du traitement :

Pour mettre en œuvre ces traitements thermiques, nous avons utilisé un four de fabrication anglaise de marque CARBOLITE de type CWF 1300 fonctionnant sous une tension de 220 V et un courant de 13 A pour une température maximal de 1300 °C, dans ce four, nous avons mis trois échantillons, un à la fois, les éprouvettes pour cette étape du projet n'avaient pas de dimensions précises mais avaient toutes 3,4 mm d'épaisseur.

Les trois traitements thermiques appliqués comptaient tous un maintien de 30 mn à la température d'austénitisation de 1 100 °C, mais différaient dans le temps de maintien à la température de 925 °C, on retrouve alors les cycles suivants :

- 1- Un maintien à la température de 1 100 °C pendant 30 mn suivi d'un refroidissement à l'air :

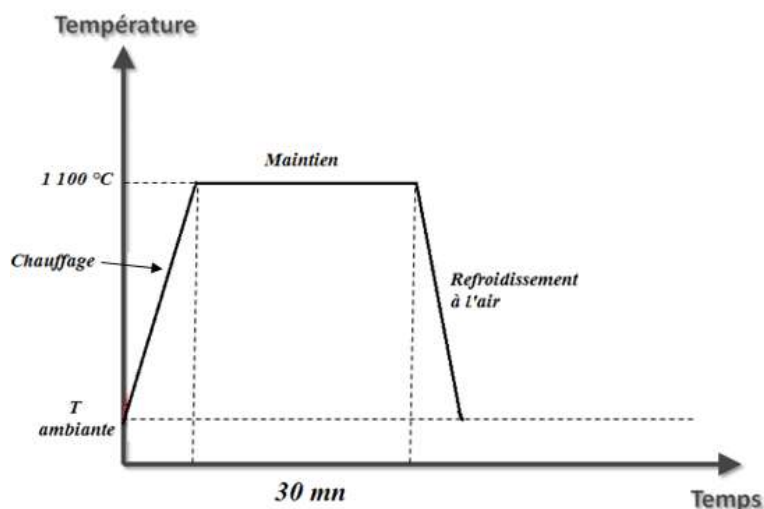


Figure 0.2 Cycle du traitement thermique appliqué à l'échantillon 1.

- 2- Un maintien à la température de 1 100 °C pendant 30mn suivi d'un refroidissement au four jusqu'à la température de 925 °C et un maintien d'une heure à cette température pour finir avec un refroidissement à l'air :

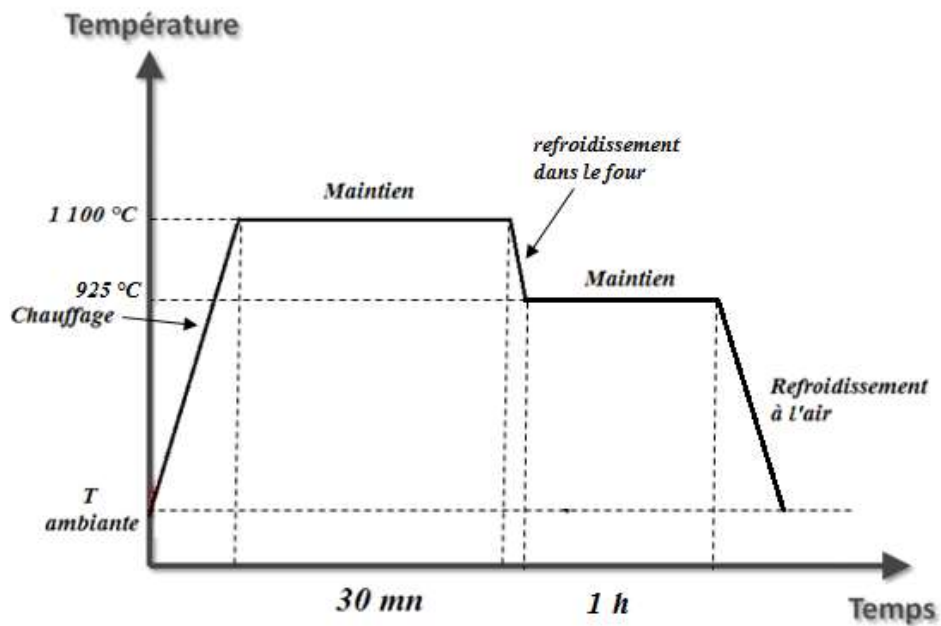


Figure 0.3 Cycle du traitement thermique appliqué à l'échantillon 2.

- 3- Un maintien à la température de 1 100 °C pendant 30mn suivi d'un refroidissement au four jusqu'à la température de 925 °C et un maintien de 5 heures à cette température pour finir encore une fois avec un refroidissement à l'air :

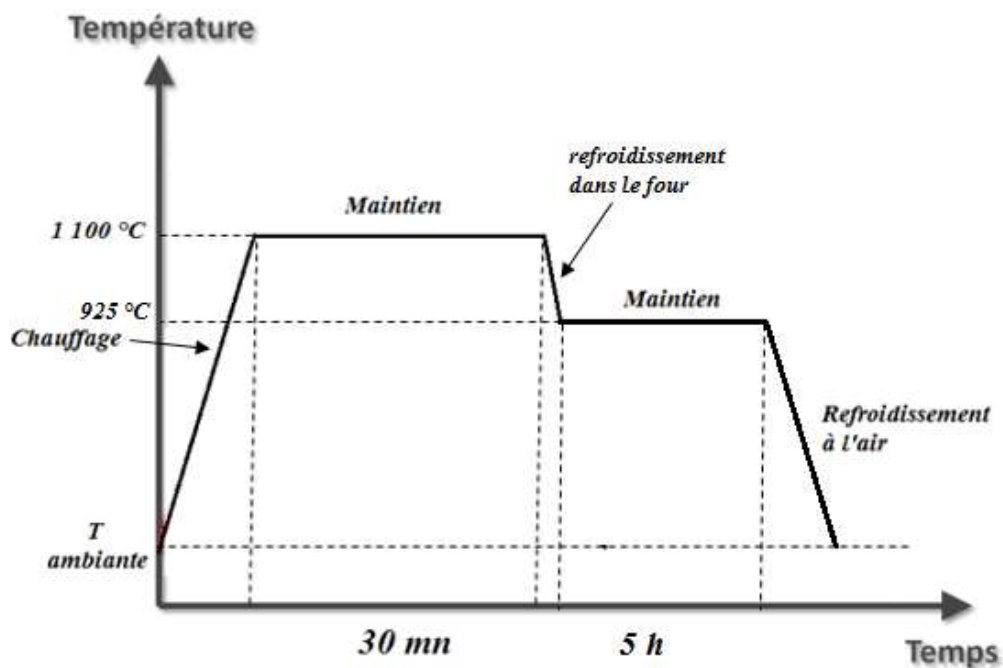


Figure 0.4 Cycle du traitement thermique appliqué à l'échantillon 3.

Pour les trois traitements thermiques, nous avons chauffé le four jusqu'à 1 120 °C pour laisser une marge à cause du refroidissement dû à l'ouverture de la porte, une fois à cette température, nous avons ouvert le four et mis une pièce à la fois à l'aide d'une longue pince métallique, nous avons par la suite régler le four à 1 100 °C et enclenché un minuteur de 30 mn.

Une fois les 30 minutes écoulées, nous avons sorti la première pièce pour la laisser refroidir à l'air, tandis qu'on règle le four à 925 °C dans les deux autres cas, une fois à cette température, on enclenche le minuteur au temps de maintien choisi pour finir avec un refroidissement à l'air encore une fois.

I.16 Polissage :

Le polissage est une étape inévitable dans la caractérisation de notre acier inoxydable. Cette opération précède chaque essai de microdureté, dureté, électrochimie ainsi que les observations microscopiques, car elle élimine les impuretés, les graisses et les rayures présentes sur la surface. Le polissage peut être manuel ou automatique, mécanique ou chimique, tout dépend de la forme de la pièce et du degré de précision requis.

Pour nos pièces, on a utilisé une polisseuse métallographique de marque STRUERS cette dernière est composée d'un plateau tournant, un régulateur de jets d'eau, et un régulateur de vitesse de rotations du plateau.

Pour le polissage on utilise du papier abrasif, avec de l'eau comme lubrifiant pour éviter l'échauffement. Le papier abrasif est composé d'un support sur le quel est disposé des grains d'un matériau abrasif il a plusieurs forme : feuilles, rouleaux, disques ... etc. En utilisant des grains de grande taille on retire plus rapidement de la matière, c'est pour cela qu'on commence toujours le travail en utilisant un papier abrasif avec des grains de grande taille. Les grains fins servent à la finition, c'est pour cela que le travail de polissage demande l'utilisation successive de plusieurs papiers verre de plus grand jusqu'au plus fin. La vitesse de rotation des plateaux est comprise entre 150 et 300 tours minutes. La durée de chaque polissage est comprise entre 2 à 3 minutes pour chaque taille de grain. Pendant le polissage on effectue une rotation de la pièce de 90° entre chaque passe. Pour la dernière passe on utilise un disque de feutre accompagné de l'alumine ou de pâte diamantée pour la finition.

Les papiers abrasifs qu'on a utilisé ont une taille de grains allant de 60 jusqu'à 2500 μm .



Figure 0.5 Polisseuse de marque STRUERS.

I.17 Attaque électrolytique :

Après le polissage, il est impossible que l'examen au microscope de la surface polie puisse fournir des renseignements sur la microstructure de l'acier inoxydable, c'est pour cela qu'on effectue l'attaque électrolytique qui permet de mettre en évidence la morphologie des grains et des joints de grains.

Le principe de l'attaque est très simple, il consiste à faire passer un courant électrique à travers l'échantillon qui est placé à l'anode du circuit électrique ce qui provoque une oxydation des éléments de certaines zone de la surface (figure IV.25). Le potentiel imposé, le temps de l'attaque et la solution utilisé dépendent de l'acier à attaquer ainsi de ce qu'on veut observer.

Pour notre acier inoxydable 316L on a utilisé deux attaques différentes :

- Dans notre première attaque notre solution était composée de HNO_3 69%, nous avons mis notre échantillon en anode et utilisé une plaque plate d'acier inoxydable 316L comme cathode et imposé une tension de 1 Volt avec notre générateur de courant pendant 120 secondes. A la fin de l'attaque on rince avec de l'éthanol pour éliminer tous les corps étranger et la couche encore collé sur la surface puis on rince encore avec de l'eau distillé. Le but de ce montage est de faire apparaitre les joints de grains pour pouvoir ensuite les observés facilement avec le microscope optique.
- Le mécanisme de la deuxième attaque est très similaire à la première, mais la différence se situe dans la solution aqueuse utilisée ainsi que le potentiel imposé par le générateur de courant. La solution que nous avons utilisée est composée de 10% de persulfate d'ammonium $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ et de 90% de H_2O , avec un potentiel imposé de 6 Volt pendant 15 secondes. Le but de ce montage est de faire apparaitre les joints de grain ainsi que les phases du cordon de soudure.

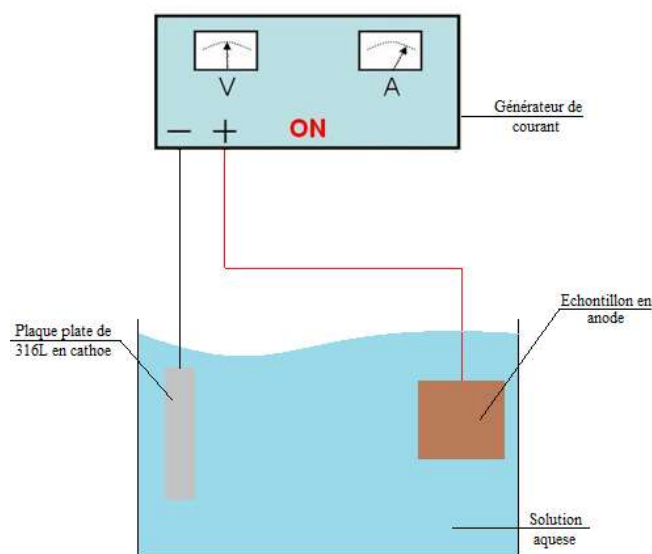


Figure 0.6 Schéma descriptif de l'attaque électrolytique

I.18 Suivis électrochimique :

Pour déterminer les différents paramètres de corrosion on a utilisé un potentiostat de marque Voltalab PGZ 301 qui est disponible dans le laboratoire du département de génie des matériaux. Cet appareil est assisté par ordinateur avec un logiciel qui lui est dédié le VoltaMaster4 qui nous donne la possibilité d'enregistrer les données et peut ainsi reconstituer les différentes courbes souhaitées comme les courbes de Tafel, Evans et Stern.

Le potentiostat permet de maintenir automatiquement le potentiel de l'électrode de travail même sous courant. Il est directement relié aux électrodes, les électrodes utilisées pour nos essais sont :

- Electrode de travail : l'électrode de travail est notre échantillon d'acier inoxydable, ce dernier a été relié à un fil électrique puis enrobé, avant le d'entamer les essais, notre échantillon a bien été poli pour éviter toute impureté sur sa surface.
- Electrode de référence : cette électrode est au calomel saturé ($\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}$), le potentiel standard de cette électrode à température ambiante est de 244 mV/ENH. Elle permet d'imposer un potentiel précisément défini à l'électrode de travail.
- Electrode auxiliaire : elle est utilisée pour faire circuler un courant électrique entre elle et l'électrode de référence, elle est généralement en platine ou en carbone.

Pour que le courant circule entre les électrodes, nous les avons reliées au potentiostat puis plongées dans une solution FeCl_3 0.1M.

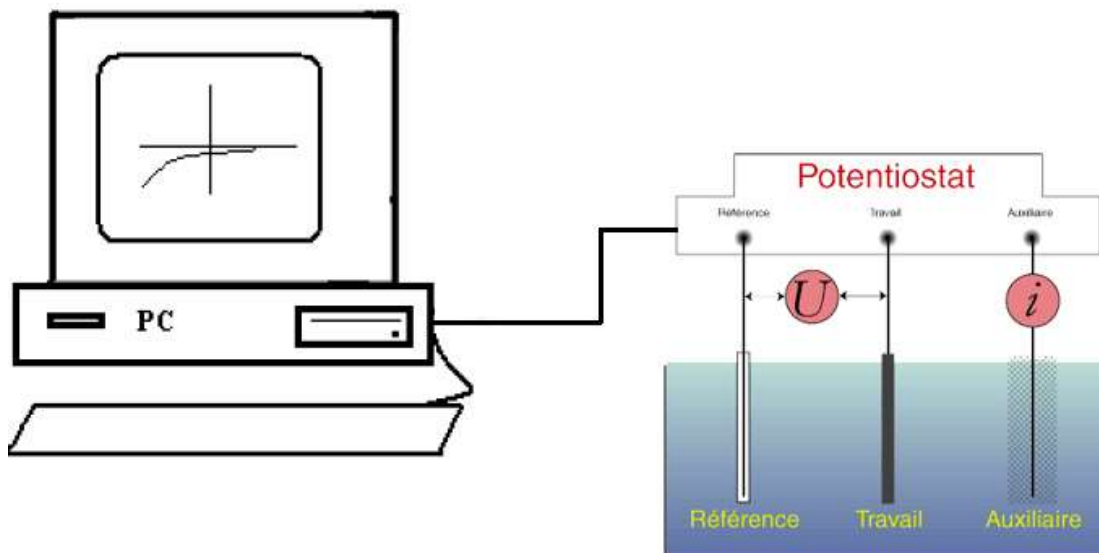


Figure 0.7 Dispositif expérimental (Le potentiostat et les électrodes utilisées).

Chapitre VI : Présentation et interprétation des résultats

I.19 Influence du soudage sur la microstructure :

Après avoir accompli le polissage, l'attaque chimique à l'eau régale et l'attaque électrolytique comme dit dans le chapitre précédent, nous avons pris des photographies des microstructures de l'échantillon n'ayant pas subi de traitement thermique afin de déterminer l'influence qu'a le soudage sur la microstructure des pièces soudées sur différentes zones, les résultats obtenus sont sur la figure V.1.

On peut observer sur les deux photographies ci-dessus la microstructure du cordon de soudure, où la couleur noire constitue visiblement le réseau ferritique de forme dendritique, et la couleur blanche une matrice austénitique, cette fine structure dendritique est due au refroidissement rapide de la soudure, donc la structure n'a pas eu le temps de se cristalliser en grain d'austénite. Ce refroidissement rapide est aussi responsable de la formation de la ferrite qui n'a pas eu le temps de se transformer complètement en austénite.

Tandis que sur les quatre autres photographies ci-dessous on retrouve une structure granulaire qui s'étend depuis la zone de liaison jusqu'à l'extrémité du métal de base. Les grains observés sont tout simplement les grains de l'austénite formés lors du refroidissement rapide du métal de base avant son importation, néanmoins, on observe une différence remarquable et visible au microscope entre la taille des grains du métal de base et celle des grains dans la zone de liaison. Effectivement, les grains dans la zone de liaison sont relativement plus gros que ceux du métal de base, cela est dû à l'effet de la température du soudage qui a causé une croissance des grains dans ce qu'on appelle la zone affectée thermiquement.

On peut également observer des macles bien visibles sur les photographies obtenues après attaque chimique.

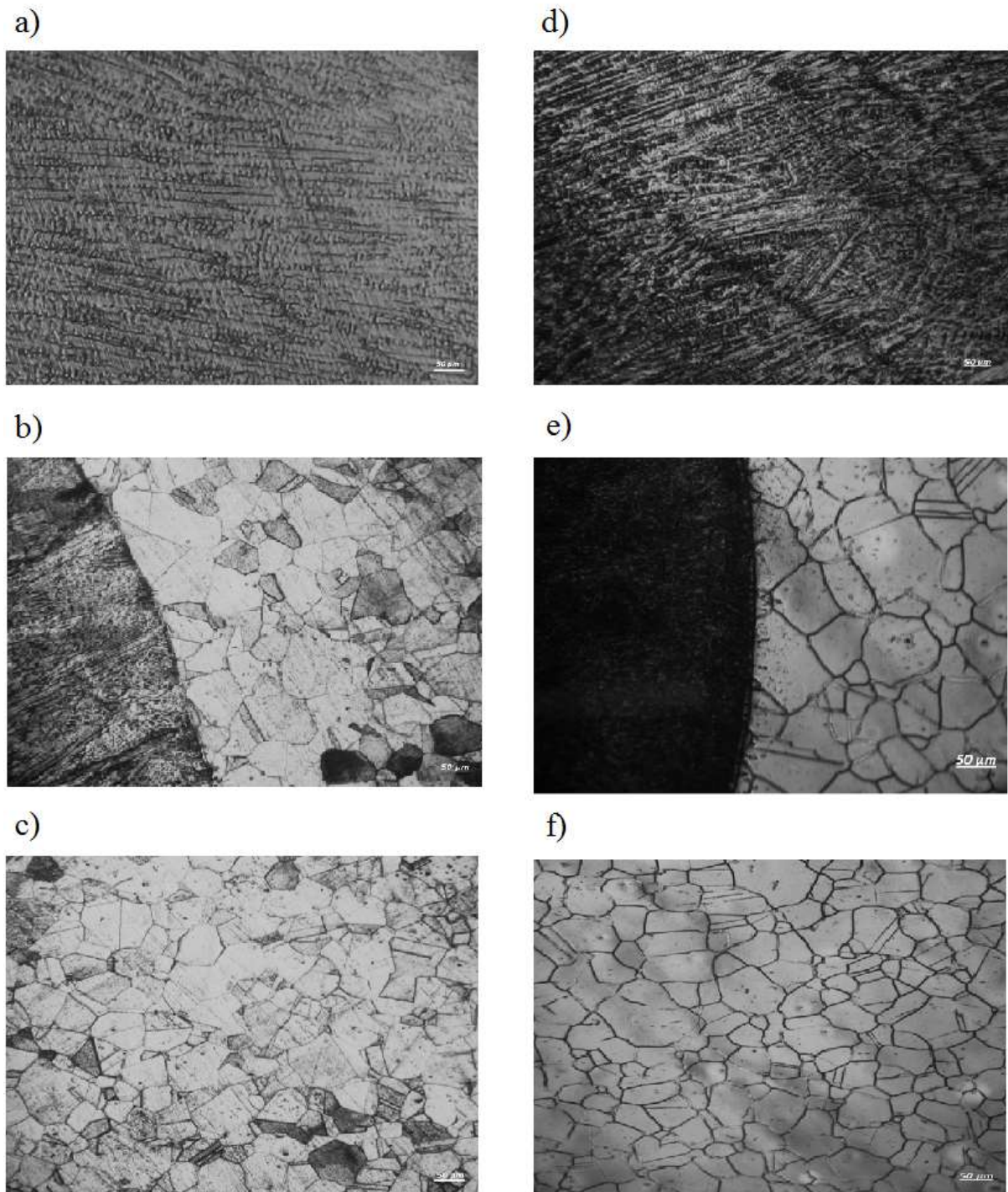


Figure 0.1 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 1 où : a) Zone fondue (attaque chimique; G x 200) ; b) ZAT (attaque chimique; G x 200) ; c) Métal de base (attaque chimique; G x 200) ; d) Zone fondue (attaque électrolytique ; G x 100); e) Zone de liaison (attaque électrolytique ; G x 100) ; f) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 100) .

I.20 Influence des traitements thermiques :

Dans le but de déterminer l'effet de la température sur les propriétés métallographiques et mécaniques de l'acier inoxydable 316L soudé, nous avons appliqué trois traitements thermiques à des températures précises et à des temps de maintien différents. Dans cette partie du chapitre, nous allons présenter et discuter les résultats obtenus sur ces propriétés après traitement. Pour simplifier la compréhension et la rédaction de cette partie, nous récapitulons dans le tableau ci-dessous les traitements thermiques appliqués et les échantillons concernés :

Tableau 0.1 Tableau récapitulatif des échantillons traités.

Nom	Traitement thermique appliqué
Echantillon 1	Aucun.
Echantillon 2	30 mn à 1100 °C suivi d'un refroidissement à l'air
Echantillon 3	30 mn à 1100 °C + 1h à 925 °C suivi d'un refroidissement à l'air
Echantillon 4	30 mn à 1100 °C + 5h à 925 °C suivi d'un refroidissement à l'air

I.20.1 Influence des traitements thermiques sur la microstructure :

Pour déterminer l'influence des traitements thermiques sur les microstructures, nous avons appliqué deux sortes d'attaques sur les trois échantillons, une première attaque dite eau régale à base de : 20 mL de HNO₃, 15 mL d'HCl et 15 mL d'eau distillé pendant 55 secondes, et une deuxième attaque électrolytique dans une solution de HNO₃ 69% à 1 V pendant 120 secondes. Dans les deux cas de figure, nous remarquons que les solutions deviennent de couleur jaune et dégagent un gaz pendant l'attaque. Après l'attaque, on remarque visuellement que l'échantillon attaqué chimiquement est plus mate que celui attaqué électrolytiquement.

L'intérêt de ces manipulations est d'avoir une microstructure claire avec des grains et des macles apparents dans le but de déterminer le changement au niveau de la microstructure de la soudure et les tailles des grains. Les résultats obtenus sont classés par échantillon comme suit :

- a. Echantillon 2 : Nous pouvons observer sur les microstructures de l'échantillon 2 qui a subi une hypertrempe à 1 100 °C que les attaques chimique et électrolytique affectent moins les joints de grains par rapport à l'échantillon de référence présenté dans la partie précédente du chapitre, ce qui nous conduit à déclarer qu'il y a eu diminution dans le taux de carbures dans les joints de grains.. Nous pouvons aussi constater que la zone fondue a subi une légère germination, néanmoins les grains de l'austénite n'ont pas subi de croissance flagrante visible à l'œil nu.

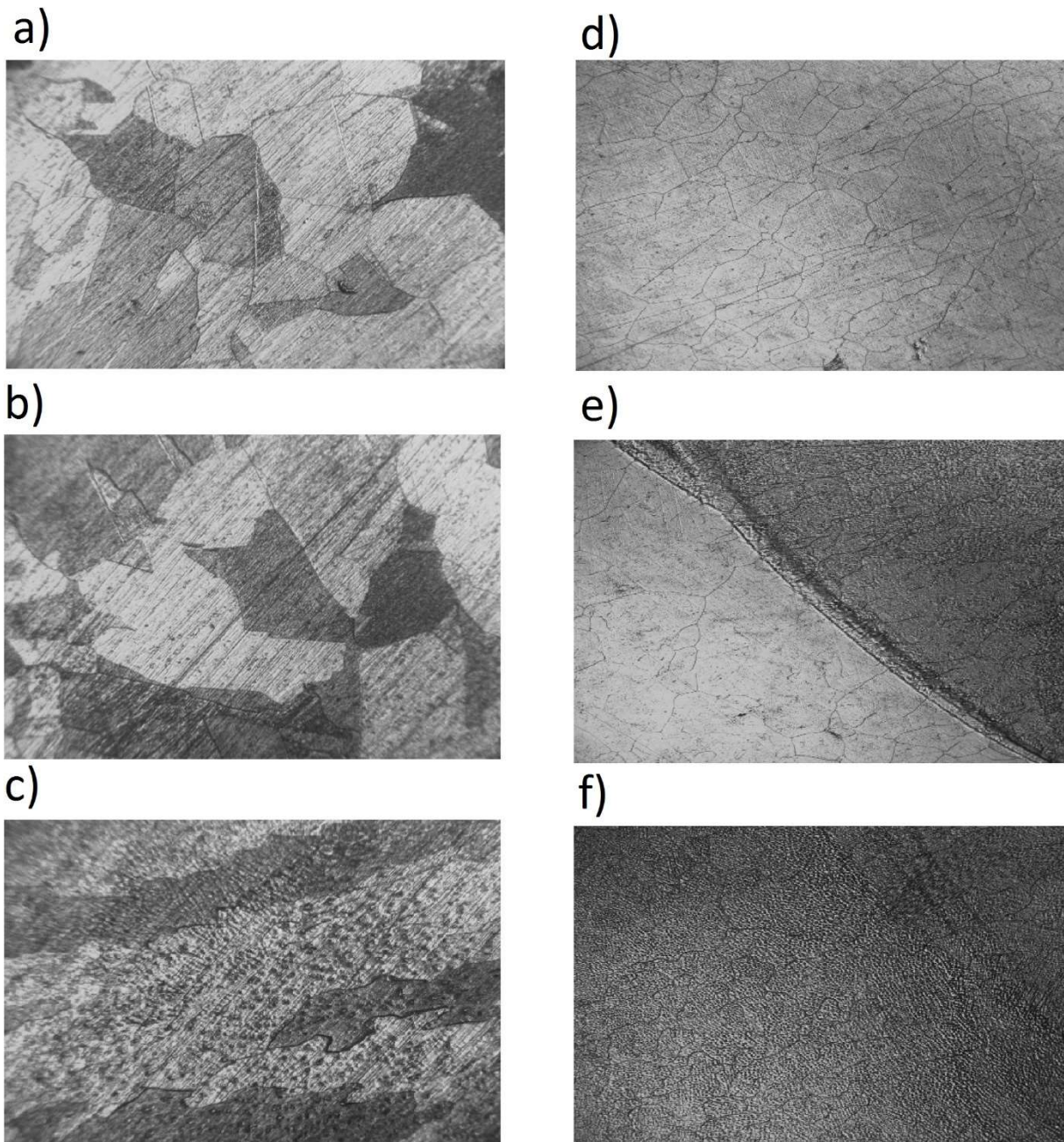


Figure 0.2 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 2 où : a) Métal de base (attaque chimique; G x 200) ; b) ZAT (attaque chimique; G x 200) ; c) Zone fondue (attaque chimique; G x 200) ; d) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 100) ; e) Zone de liaison (attaque électrolytique ; G x 100) ; f) Zone fondue (attaque électrolytique ; G x 100) ;

b. Echantillon 3 :

L'échantillon 3 a subi un maintien de 30 mn à 1 100 °C suivi d'un autre maintien d'une heure à 925 °C avec un refroidissement à l'air, ceci a conduit à une germination apparente et flagrante de la zone fondue, on remarque aussi que les germes de la ZAT et le métal de base sont de moins en moins visibles car inattaqués, néanmoins, on peut constater une augmentation visible dans leurs tailles.

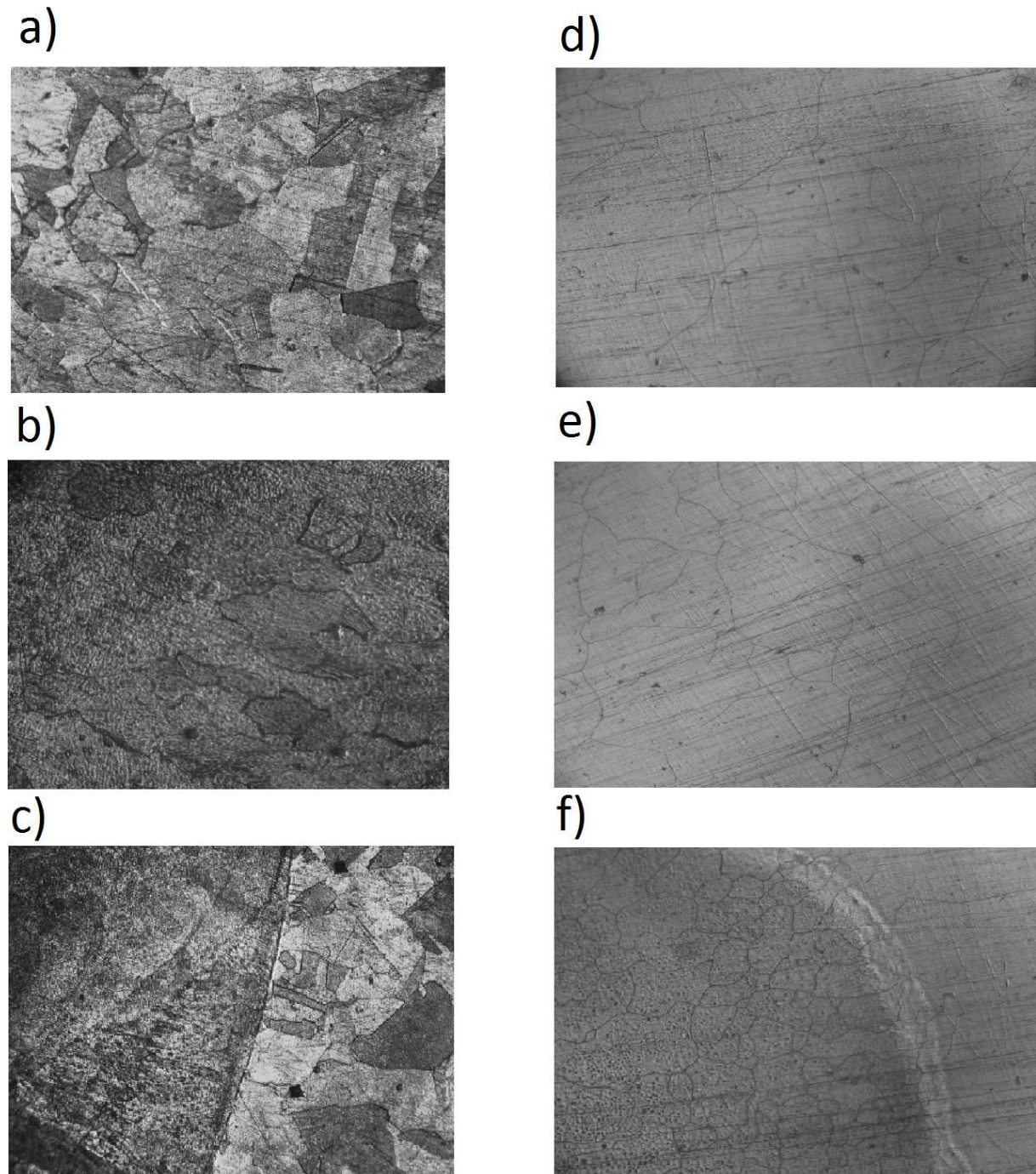


Figure 0.3 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 3 où : a) Métal de base (attaque chimique; G x 100) ; b) Zone fondue (attaque chimique; G x 100) ; c) Zone de liaison (attaque chimique; G x 100) ; d) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 200) ; e) ZAT (attaque électrolytique ; G x 200) ; f) Zone de liaison (attaque électrolytique ; G x 200) ;

c. Echantillon 4 :

En observant les microstructures présentées ci-dessous nous pouvons constater que l'attaque électrolytique est bien plus efficace sur l'échantillon 4 que sur les échantillons 2 et 3, cela peut nous conduire à penser qu'il y a éventuellement formation de nouveaux précipités de carbures dans les joints.

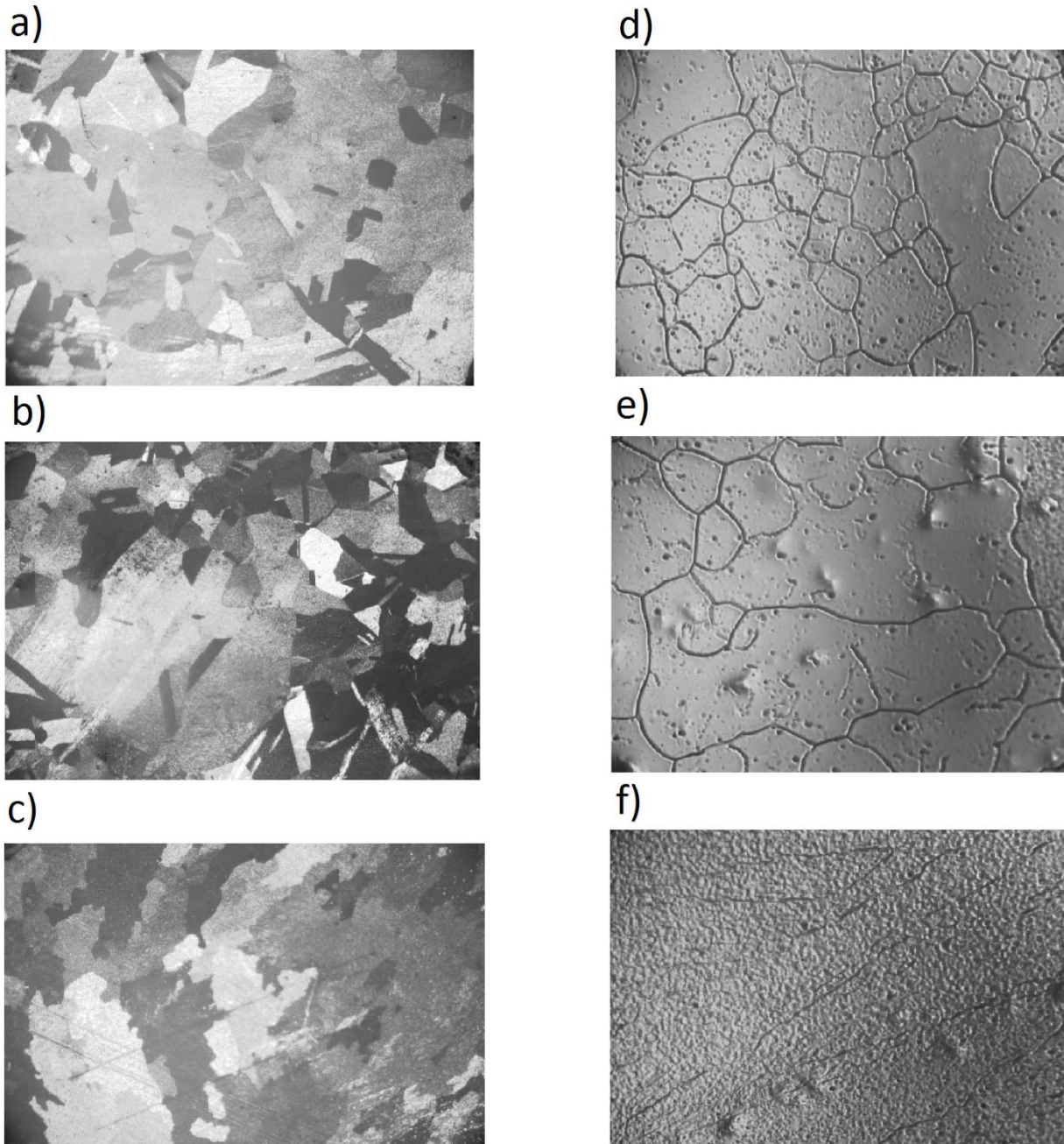


Figure 0.4 Microstructures vues sous le microscope optique de l'échantillon 4 où : a) Métal de base (attaque chimique; G x 100) ; b) ZAT (attaque chimique; G x 100) ; c) Zone fondue (attaque chimique; G x 100) ; d) Métal de base (attaque électrolytique ; G x 200) ; e) ZAT (attaque électrolytique ; G x 200) ; f) Zone fondue (attaque électrolytique ; G x 200) ;

I.21 Caractéristiques électrochimiques après soudage :

On présente dans cette partie du chapitre les caractéristiques électrochimiques de notre échantillon soudé, pour cela, nous avons effectué deux tests dans une solution de FeCl_3 0.1M, le premier étant la polarisation qui consiste à varier le potentiel et mesurer le courant, le deuxième consiste à suivre temporellement le potentiel d'abandon jusqu'à stabilité.

Ces deux tests ont été effectués après polissage de la pièce, à l'aide d'un potentiostat de marque Voltalab PGZ 30.

a) Les paramètres entrés pour le test de polarisation sont les suivant :

- La masse atomique du fer : 55,85 g.
- La valence : 2.
- La masse volumique du fer : $7,8 \text{ g/cm}^3$.
- La surface de l'échantillon : $2,145 \text{ cm}^2$.
- Le potentiel entre -1500 et 1500 mV.

Nous avons obtenu la courbe de polarisation suivante :

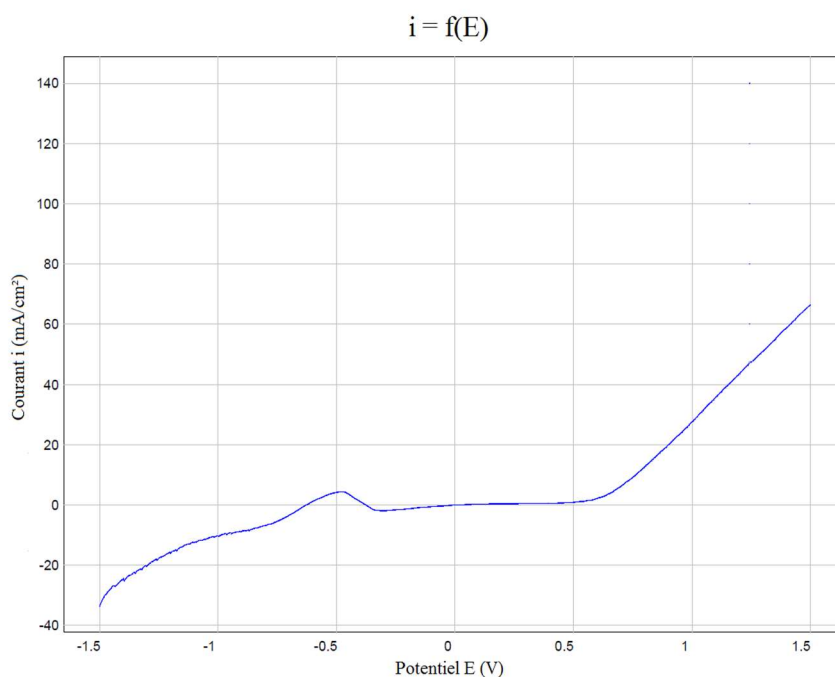


Figure 0.5 Courbe de polarisation de l'échantillon 1.

On remarque après la polarisation que le pH de la solution a légèrement diminué de : 1,33 pH à 1,30 pH.

A partir de cette courbe (figure V.20) nous pouvons tracer les droites de Tafel comme suit :

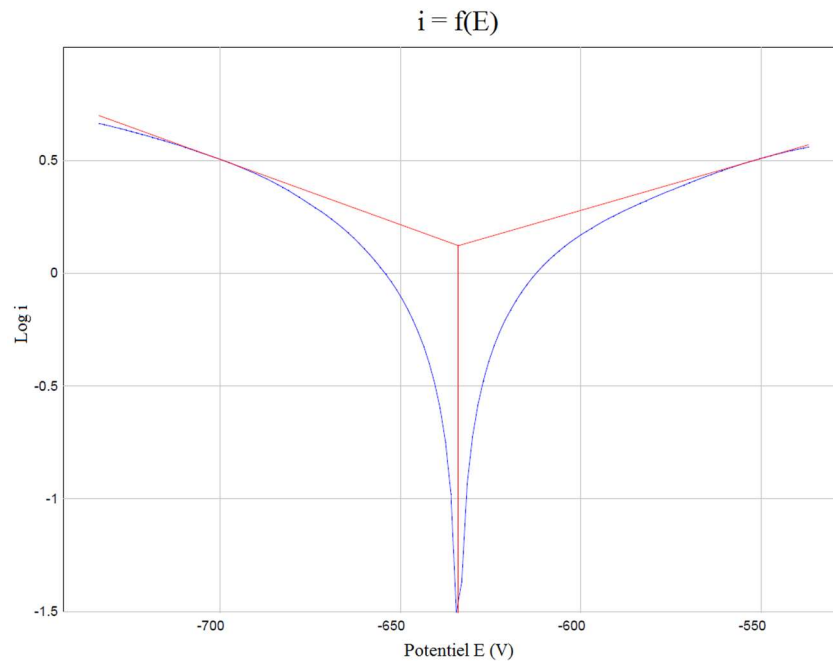


Figure 0.6 Droites de Tafel déduites.

En définissant une zone de calcul de 100 mV, on déduit à partir de ces droites les paramètres suivants :

- Le potentiel de corrosion : $E(i=0) = -665,9$ mV.
- Le courant de corrosion : $i_{\text{corr}} = 1,3983$ mA/cm².
- Une pente anodique : 217,5 mV.
- Une pente cathodique : - 254,3 mV.

A partir des paramètres précédents, on peut calculer la vitesse de corrosion, on trouve :

- $V_{\text{corr}} = 16,35$ mm/An.

On remarque que la vitesse de corrosion de l'acier inoxydable 316L dans la solution de FeCl₃ est très grande.

On observe après polarisation l'apparition de piqûres marron profondes sur la surface de l'échantillon entourées d'une couleur bleue verdâtre (figure V.22).

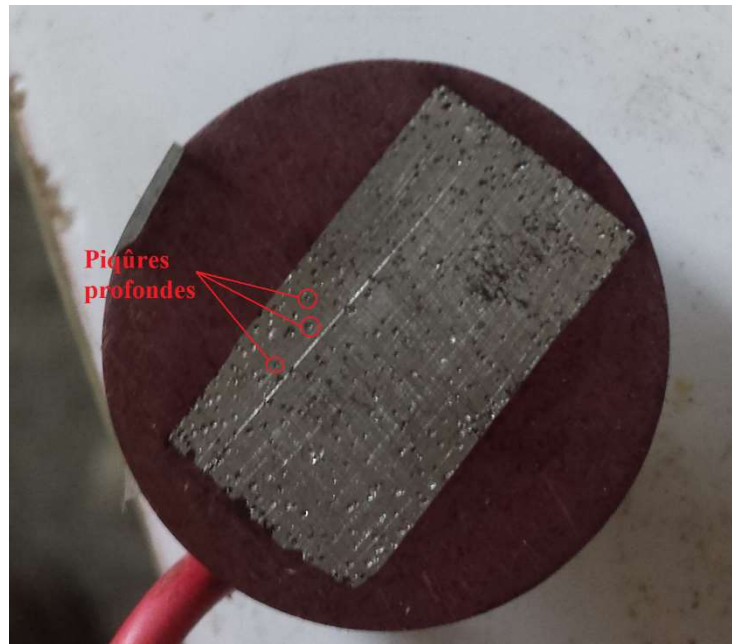


Figure 0.7 Apparition de piqûre sur l'échantillon 1 après polarisation.

- b) Les mêmes paramètres précédents sont introduits pour la mesure du potentiel d'abandon, on obtient la courbe suivant :

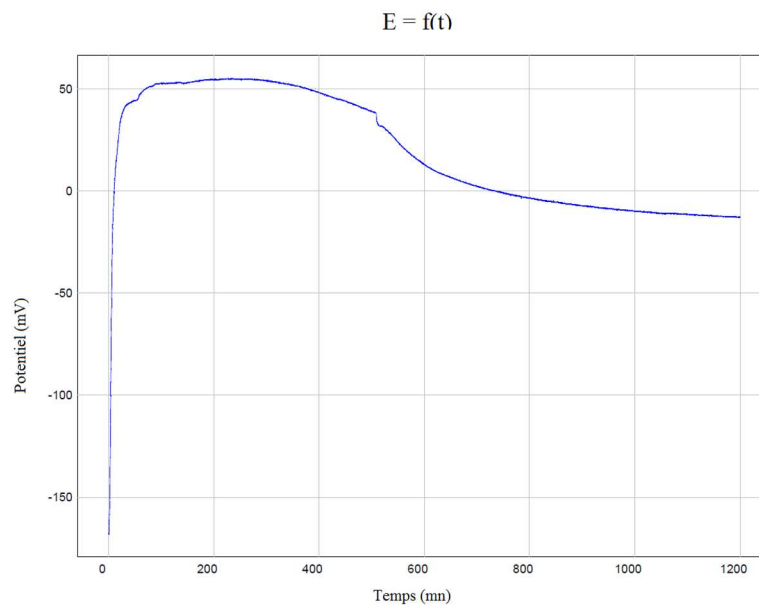


Figure 0.8 Variation du potentiel en fonction du temps.

On remarque que le potentiel devient d'abord plus noble donc cathodique pendant un certain laps de temps puis tend vers des valeurs plus négatives et se stabilise au bout de 30 mn à une valeur dite potentiel d'abandon qui est égale à $-12,75$ mV, ceci se traduit par une passivation mais la couche de passivation est instable et se détruit après un certain temps pour céder à la corrosion.

I.22 Influence des traitements thermiques sur les caractéristiques électrochimiques :

Afin de déterminer l'influence des traitements thermiques effectués sur les caractéristiques électrochimiques et la durabilité de nos échantillons, nous avons effectué les mêmes analyses électrochimiques que celles effectuées sur l'échantillon 1 à l'aide du Voltalab PGZ 30 dans une solution de FeCl_3 0,1M des échantillons 2, 3 et 4.

Les courbes en circuit ouvert obtenues sont les suivantes :

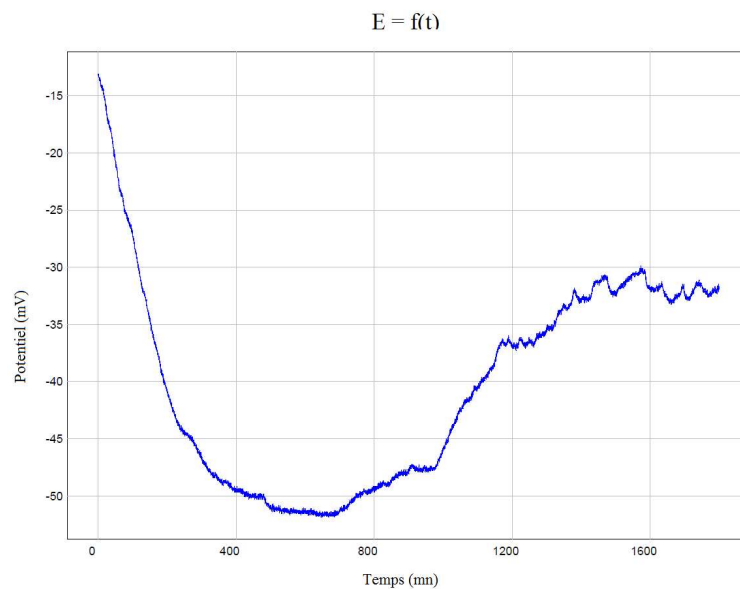


Figure 0.9 Variation du potentiel en fonction du temps en circuit ouvert de l'échantillon 2.

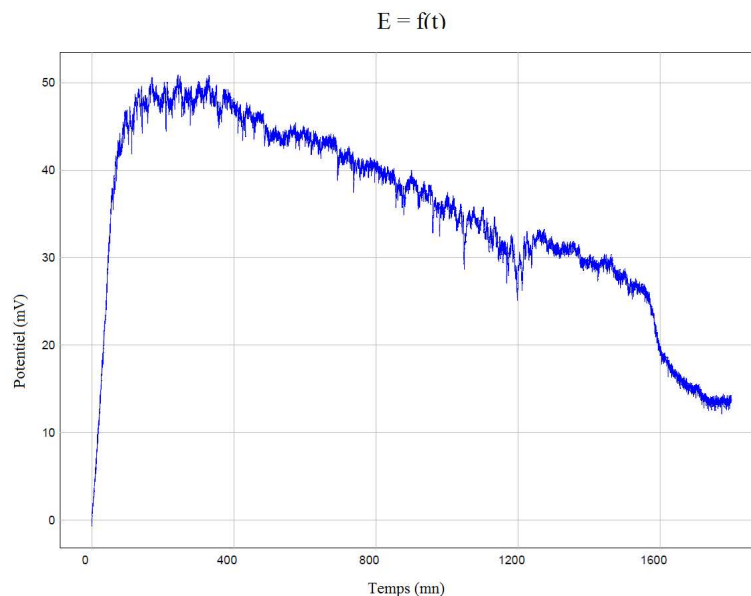


Figure 0.10 - Variation du potentiel en fonction du temps en circuit ouvert de l'échantillon 3.

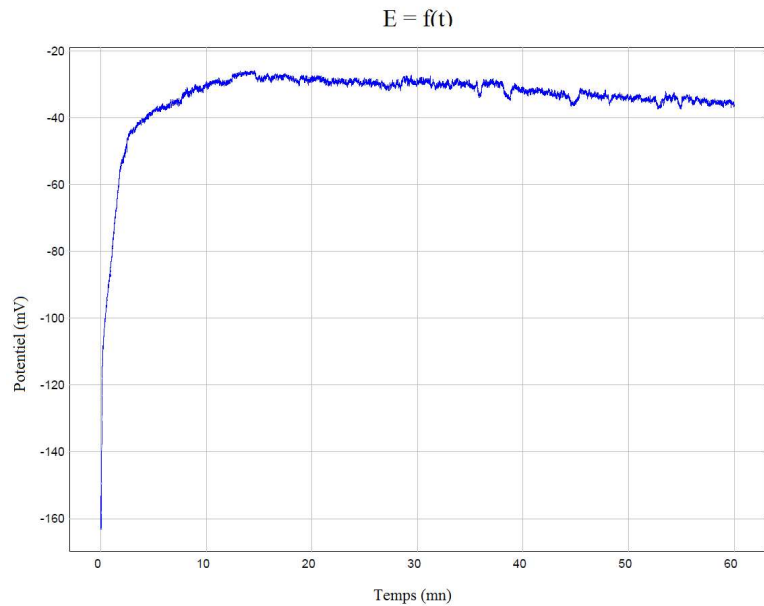


Figure 0.11 Variation du potentiel en fonction du temps en circuit ouvert de l'échantillon 4.

On remarque sur les trois courbes en circuit ouvert des échantillons 2, 3 et 4 une différence dans le comportement de chaque matériau dans la solution de FeCl_3 , on observe alors :

- a- Echantillon 2 : Une diminution dans le potentiel qui devient anodique et tend vers des valeurs négatives puis reprend son élan et augmente pour se stabiliser à $-31,85 \text{ mV}$, cela se traduit par une attaque suivie d'une passivation.
- b- Echantillon 3 : Une augmentation rapide dans le potentiel qui ne tardera pas à diminuer pour se stabiliser à $13,75 \text{ mV}$, il s'agit dans ce cas d'une passivation temporaire dont la couche passive est instable et se détruit au cours du temps.
- c- Echantillon 4 : Une augmentation flagrante dans le potentiel jusqu'à stabilité à $-36,25 \text{ mV}$, ce phénomène se traduit par une corrosion conduisant à la formation d'une couche adhérente sur la surface du matériau, conduisant à une protection contre le milieu.

On présente ci-dessous les droites de Tafel déduites des courbes de polarisation obtenues :

- Echantillon 2 :

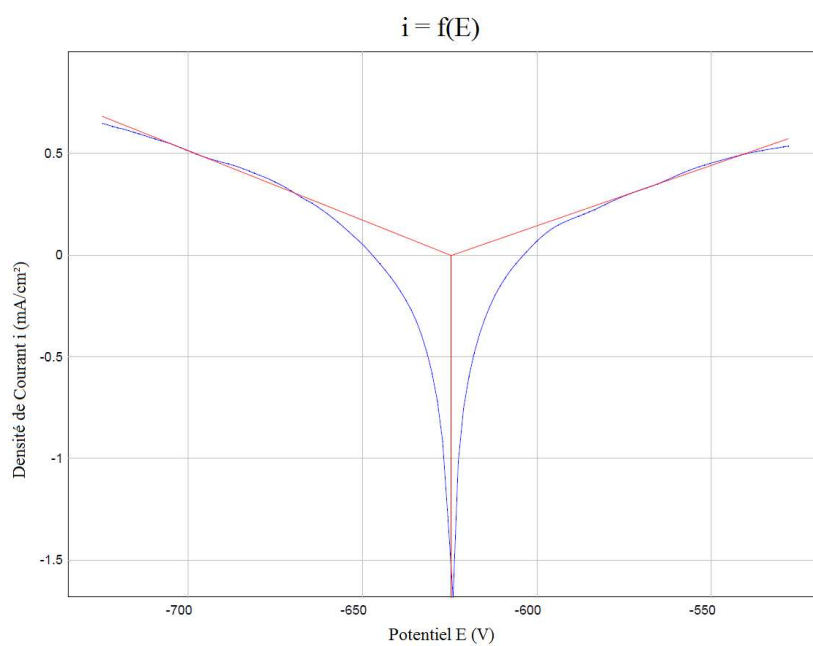


Figure 0.12 Droites de Tafel de l'échantillon 2.

- Echantillon 3 :

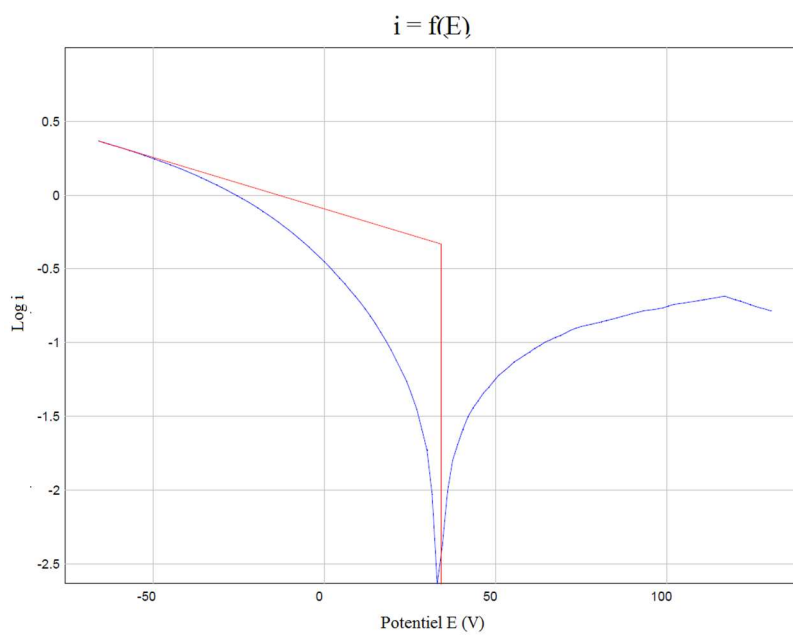


Figure 0.13 - Droites de Tafel de l'échantillon 3.

- Echantillon 4 :

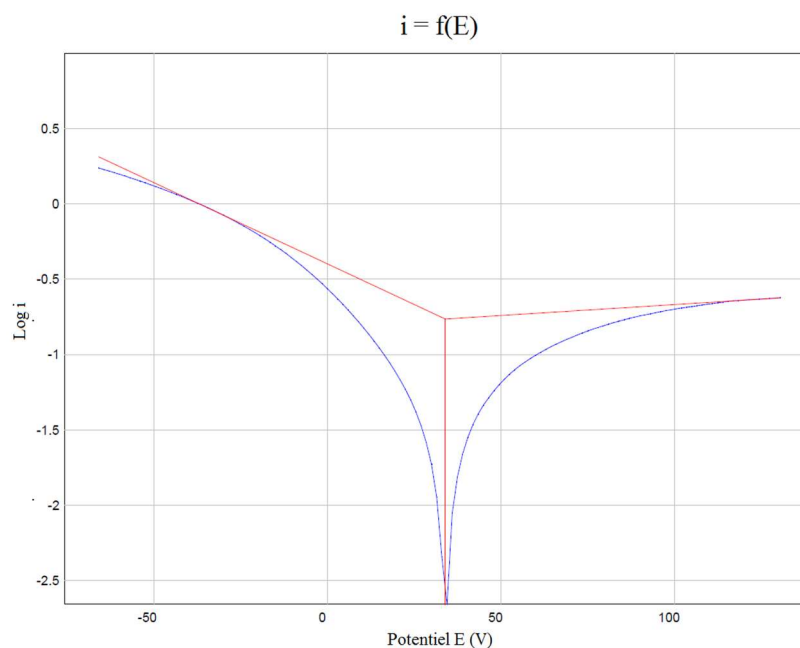


Figure 0.14 Droites de Tafel de l'échantillon 4.

En se basant sur les courbes obtenues précédemment on peut déduire les valeurs du potentiel de corrosion, le courant de corrosion et vitesse de corrosion qu'on note dans le tableau récapitulatif suivant :

Tableau 0.2 Tableau récapitulatif des résultats électrochimiques

Echantillon	Surface (cm ²)	$E_{abandon}$ (mV)	$E_{(i=0)}$ (mV)	i_{corr} (mA/cm ²)	Vitesse de corrosion (mm/Y)	Résistance R_p [ohm.cm ²]
1	2,2	- 12,75	-665,9	1,3983	16,35	20,71
2	1,74	- 31,85	-624,5	0,9942	11,62	21,15
3	2,535	13,75	33,5	0,4668	5,459	214,44
4	2,21	- 36,25	34	0,1718	2,009	235,98

On remarque que l'échantillon 1 présente une très grande vitesse de corrosion et donc une grande sensibilité dans le milieu acide riche en chlore du $FeCl_3$ comparé aux 3 autres échantillons, néanmoins on remarque que la vitesse de corrosion diminue considérablement avec la densité de courant

Afin de mieux comprendre l'évolution du courant de corrosion, on superpose les courbes de polarisation et les courbes Tafel précédentes comme suit :

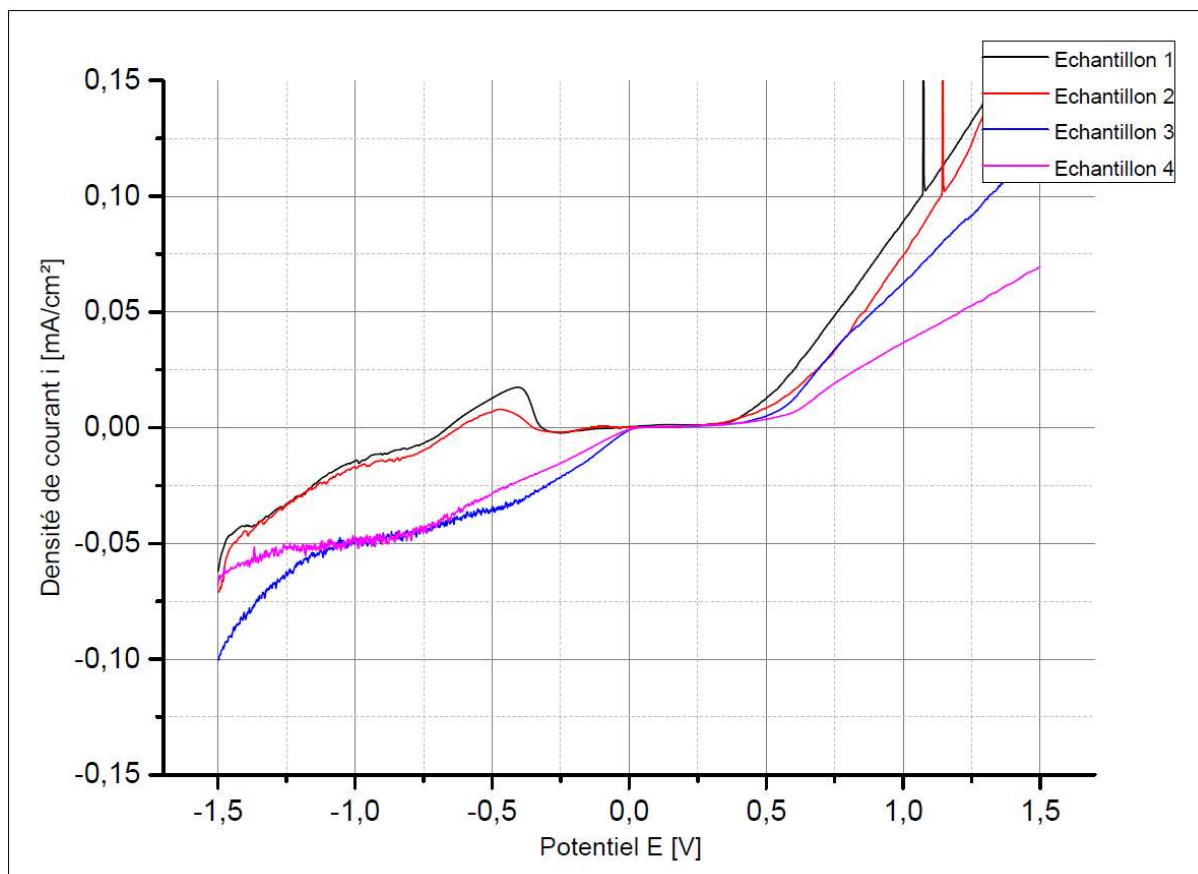


Figure 0.15 Courbes de polarisation obtenues pour les quatre échantillons.

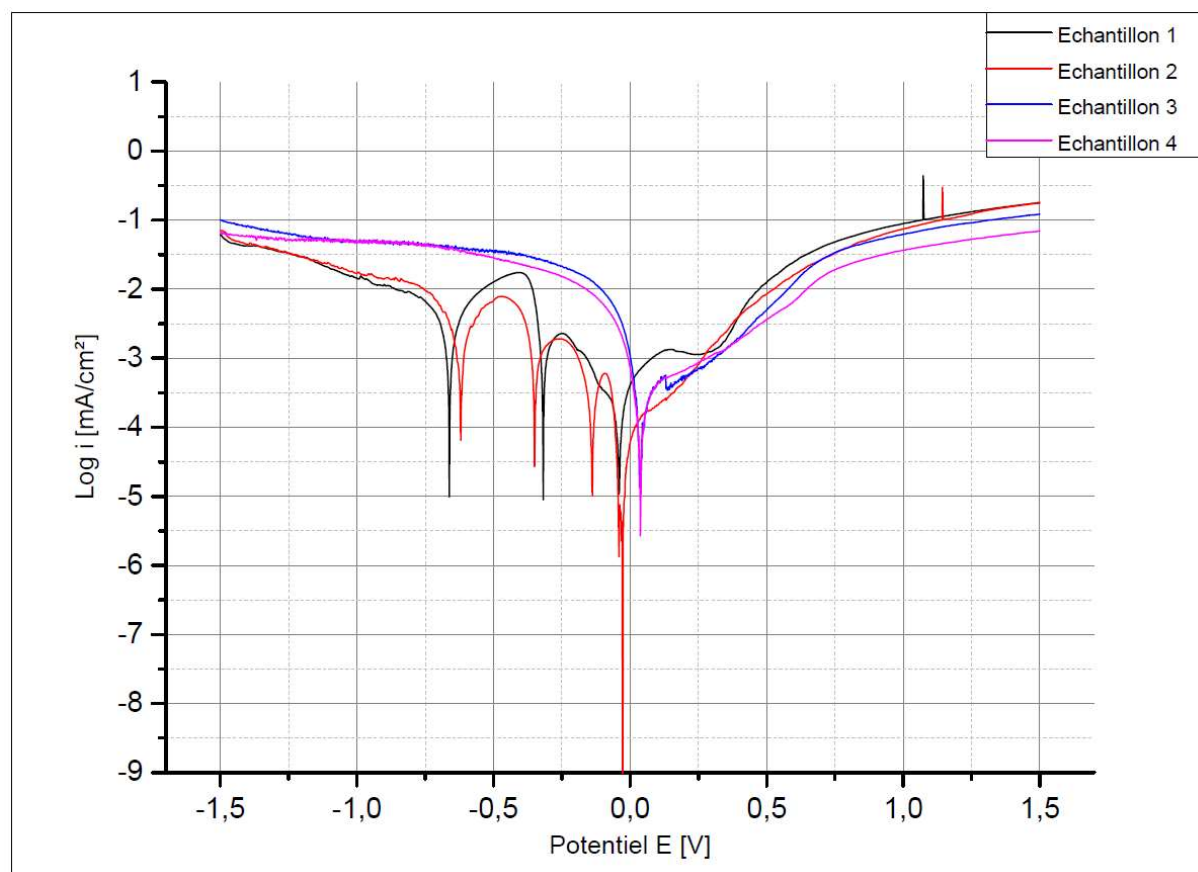


Figure 0.16 $\log i = f(E)$ obtenues pour les quatre échantillons.

On remarque sur les courbes précédentes que le potentiel de corrosion dans la solution de FeCl_3 augmente tandis que le courant de corrosion diminue, cela signifie que la vitesse de corrosion diminue aussi, la dissolution des précipités intermétalliques et des carbures M_{23}C_6 lors des traitements thermiques pourrait être la cause de cette baisse.

On présente dans la figure ci-dessous les courbes de Nyquist obtenues après SIE :

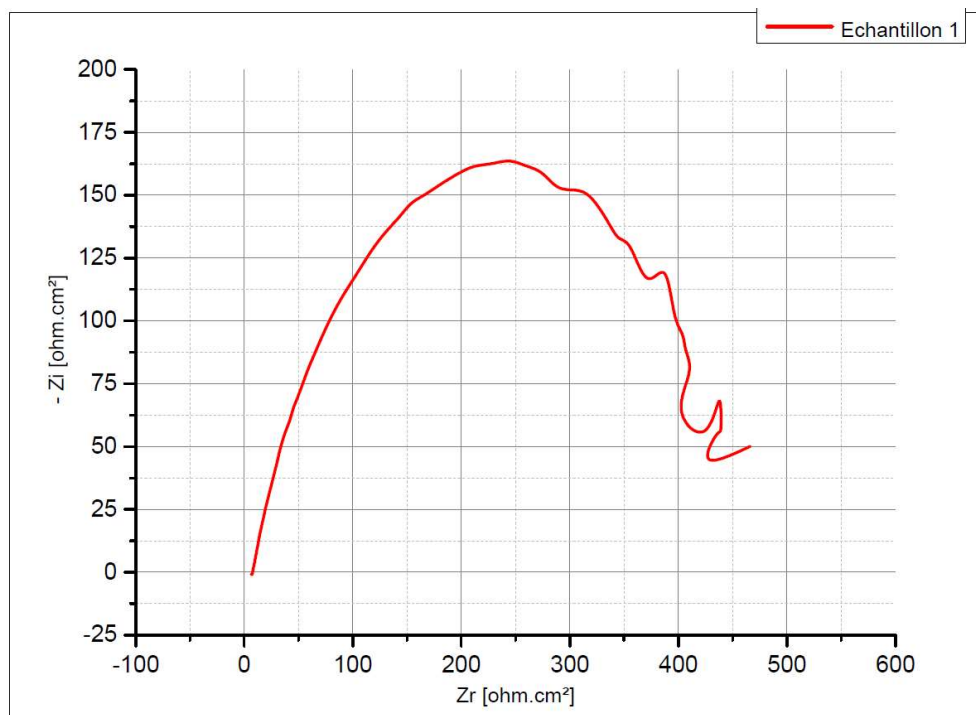


Figure 0.17 Courbe Nyquist pour l'échantillon 1 obtenue après SIE.

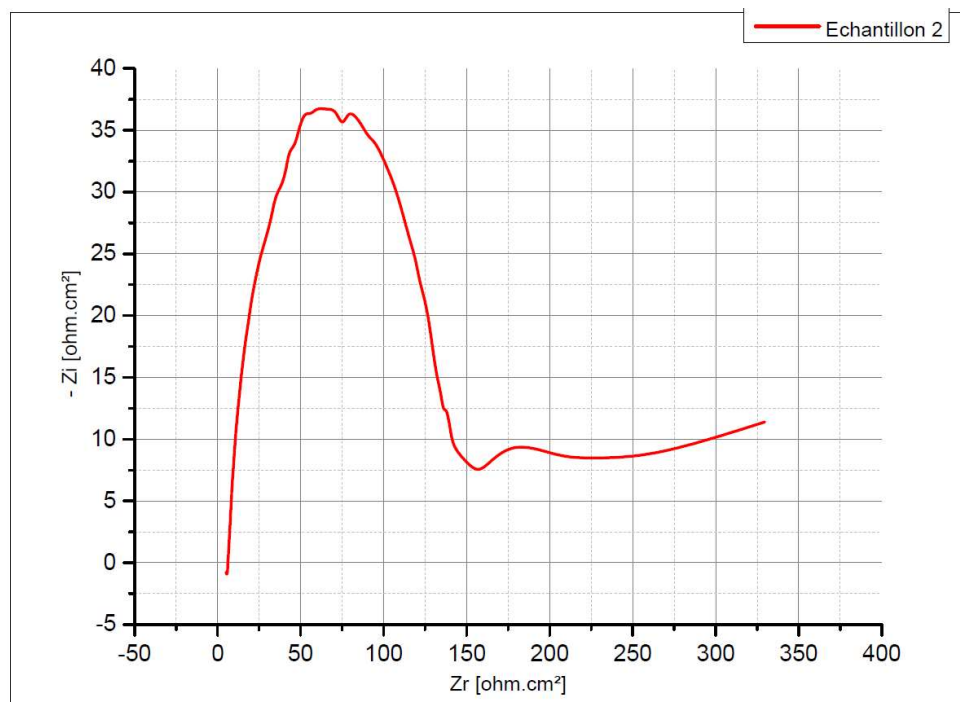


Figure 0.18 Courbe Nyquist pour l'échantillon 2 obtenue après SIE

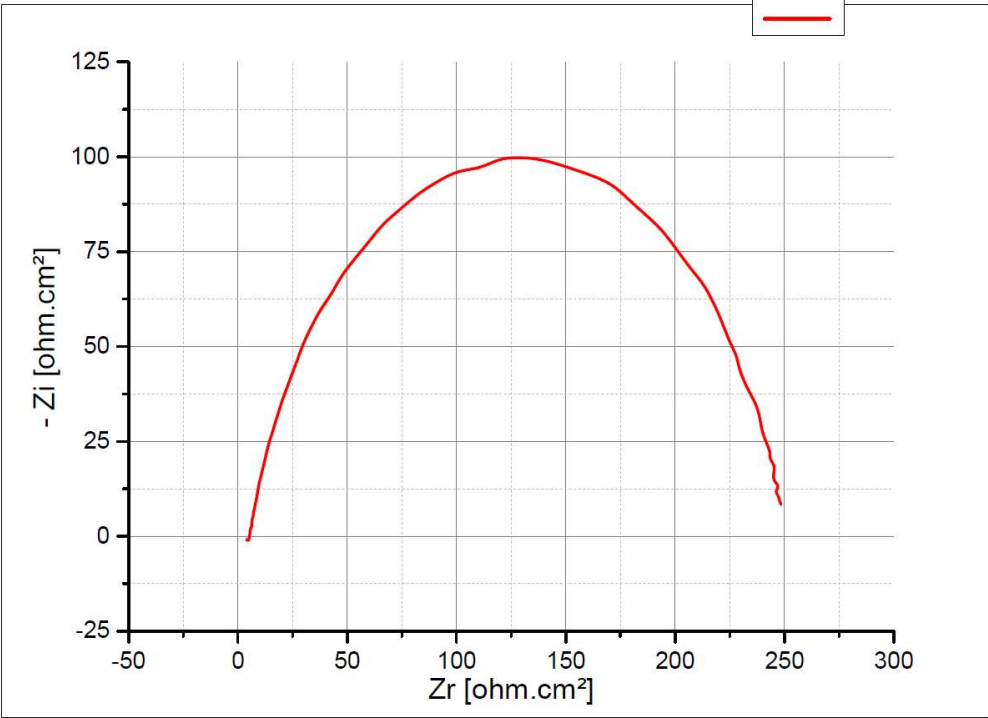


Figure 0.19 Courbe Nyquist pour l'échantillon 3 obtenue après SIE

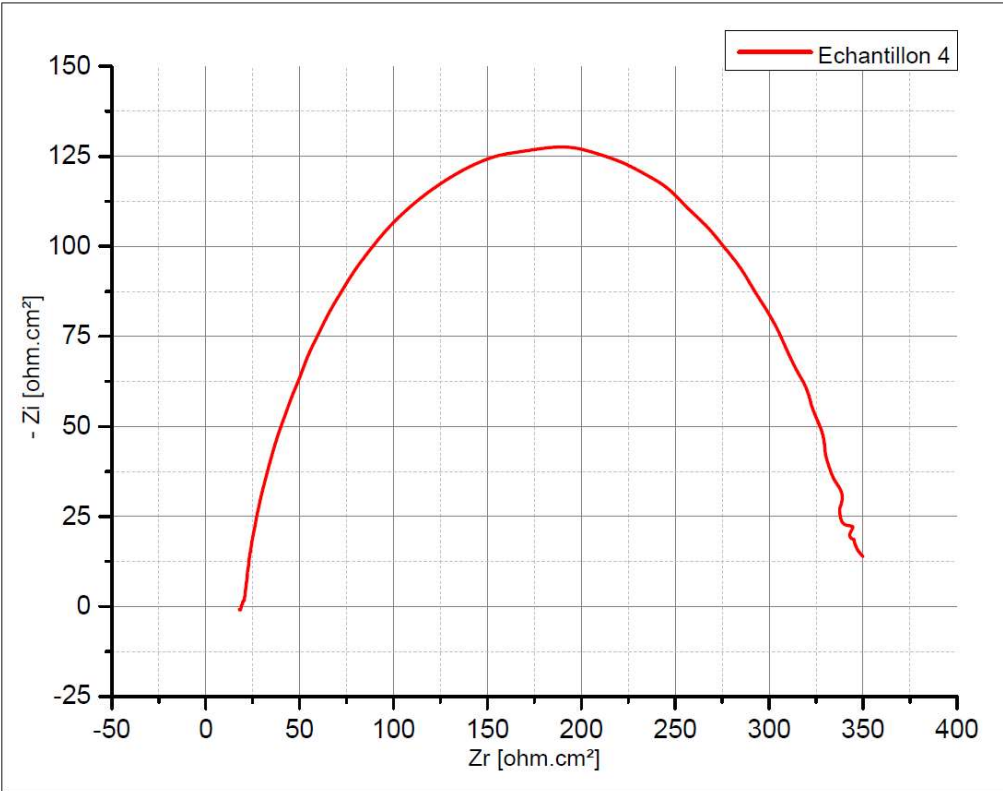


Figure 0.20 Courbe Nyquist pour l'échantillon 4 obtenue après SIE

Si on superpose les courbes de Nyquist présentées précédemment, on obtient la figure suivante :

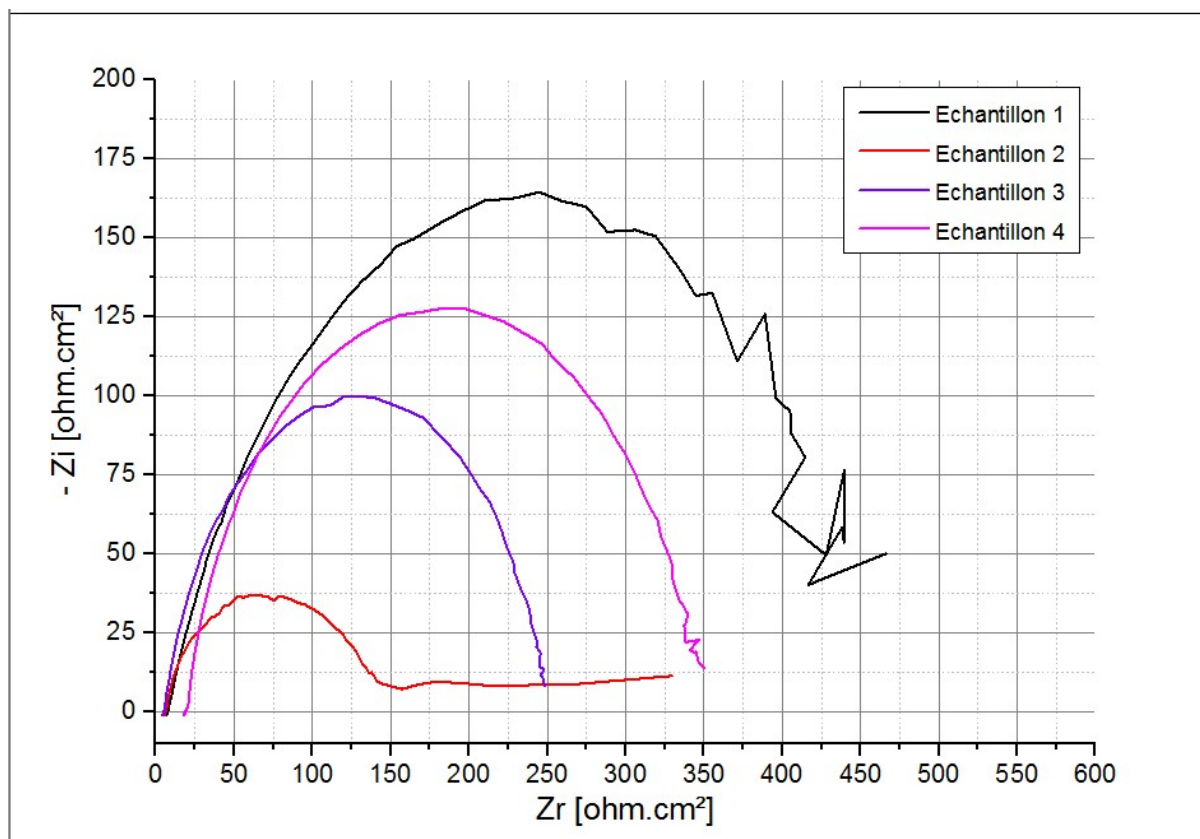


Figure 0.21 Courbes des Nyquist des 4 échantillons superposées.

On remarque que la courbe de Nyquist de l'échantillon 1 est quelque peu déformée par rapport aux autres, cela est probablement dû à l'hétérogénéité de la structure et la présence de précipités et composés intermétalliques, cette déformation au niveau de la courbe se voit redressée après traitement d'homogénéisation, néanmoins, on peut remarquer au niveau de la courbe de l'échantillon 2 une continuité après la boucle capacitive, ceci pourrait être dû à la détérioration de la couche passive par la corrosion pendant l'essai.

On observe pour les 3 autres échantillons que la résistance de l'électrolyte reste la même environ 10 ohm.cm^2 , mais que la résistance de transfert de charge augmente avec l'augmentation de la boucle capacitive proportionnellement au maintien à haute température. On retrouve alors pour une résistance de 130 ohm.cm^2 pour l'échantillon 2, 240 ohm.cm^2 pour l'échantillon 3 et 330 ohm.cm^2 pour l'échantillon 4. Ceci nous informe sur la passivation des échantillons, effectivement, les échantillons deviennent de plus en plus nobles et résistants à la corrosion dans le milieu chloruré FeCl_3 .

I.23 Discussion et interprétation des résultats :

Le but de ce travail expérimental était le suivi électrochimique d'une soudure d'un acier inoxydable avant et après traitements thermiques. Pour cela, nous avons effectué des essais électrochimiques, ainsi qu'une étude métallographique sur les échantillons suivants :

- Echantillon 1 : soudé à l'état brut non traité thermiquement ;
- Echantillon 2 : maintien de 30 mn à 1 100 °C suivi d'un refroidissement à l'air ;
- Echantillon 3 : maintien de 30 mn à 1 100 °C suivi d'une heure à 925 °C et un refroidissement à l'air ;
- Echantillon 4 : maintien de 30 mn à 1 100 °C suivi de 5h à 925 °C et un refroidissement à l'air.

Dans un premier temps, nous avons appliqué des attaques chimiques et électrolytiques sur les quatre matériaux dans le but de déterminer l'effet du soudage et du traitement thermique sur les pièces au niveau de la microstructure.

On observe sur les micrographies obtenues pour l'échantillon non traité, que les grains de la ZAT sont plus volumineux que ceux du métal de base, ceci est tout simplement le fruit de l'effet de la température de soudage au voisinage du cordon de soudure qui a causé un grossissement de grains. On remarque, après mesure, que la taille des grains augmente considérablement entre les échantillons 1, 2 et 3 pour diminuer légèrement dans l'échantillon 4. Cette mesure reste imprécise et pourrait être faussée par l'hétérogénéité des tailles des grains due à la présence de précipités et inclusions qui représentent un obstacle pour le glissement des joints de grain. On observe aussi que les joints de grains deviennent de plus en plus fins et inattaqués dans les échantillons 2 et 3, pour ensuite redevenir plus épais dans l'échantillon 4. Ce constat s'explique par le phénomène de dissolution du carbone et de l'azote qui forment les carbures et les carbonitrides intergranulaires, ces derniers ont été mis en solution avec le maintien de 30 mn à 1 100 °C et conservés comme tels avec le refroidissement rapide à l'air, tandis que le maintien de 5h à 925 °C a causé la formation de nouveaux carbures de type MC plus stables au lieu de ceux du type $M_{23}C_6$ ainsi que la formation éventuelle de nouveau précipité intermétallique, expliquant l'épaississement des joints de grains [17]. On remarque notamment sur les micrographies la présence de macles cohérentes et incohérentes. La microstructure de la zone fondue quant à elle est très fine, ferritique dendritique à matrice austénitique dans l'échantillon 1 non traité, elle devient dans l'échantillon 2, 3 et 4 de structure granulaire et subit elle aussi un grossissement de grain proportionnel au temps de maintien à 925 °C.

Ça va sans dire que les traitements thermiques appliqués changent les caractéristiques électrochimiques de l'acier inoxydable austénitique 316L. Dans le but de déterminer ces changements et les étudier, nous avons accompli des essais électrochimiques sur les 4 matériaux sus-cités.

Nous en avons tiré des courbes de polarisation, des courbes en circuit ouvert et des courbes de Nyquist pour chaque échantillon, on observe alors une diminution inversement proportionnel au temps de maintien à haute température dans la densité de courant de corrosion mais une résistance de transfert de charge en hausse et une résistance de l'électrolyte constante. On remarque après le test de polarisation qu'il y a formation de piqûres profondes de couleur marron entourées d'une couleur bleue et verdâtre sur les pièces.

Effectivement, nous avons remarqué que les droites de TAFEL déduites des courbes de polarisation s'interceptent à des points de plus en plus bas. On retrouve alors une densité de courant de corrosion de : 1,3983mA/cm² pour l'échantillon 1 non traité et 0,1718 mA/cm² pour

l'échantillon 4. Cette diminution dans la densité de courant de corrosion influe aussi sur la vitesse de corrosion. On trouve alors 16,35 mm/An pour l'échantillon 1 contre 2,009 mm/An pour l'échantillon 4. Ces changements sont directement liés à la dissolution, lors du maintien à haute température, des carbures Cr_{23}C_6 intergranulaires qui appauvrissent l'austénite en chrome et à la diminution éventuelle des défauts dans la zone fondue. Le potentiel d'abandon quant à lui varie aléatoirement. On en déduit alors que les traitements thermiques appliqués améliorent la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable 316L dans les milieux acides riches en chlore et plus particulièrement dans une solution de FeCl_3 .

Conclusion générale :

Les aciers inoxydables austénitiques sont les plus utilisés dans l'industrie pour diverses raisons : leurs bonnes propriétés mécaniques, leur bonne soudabilité, leur bel aspect, mais la propriété maîtresse qui fait d'eux des alliages incroyables est bien évidemment leur résistance à la corrosion. Dans le but de mettre à l'épreuve cette propriété, nous avons effectué trois traitements thermiques et des essais électrochimiques dans une solution de FeCl_3 , les traitements sont :

- D'un traitement d'homogénéisation consistant en un maintien de 30 mn à 1 100 °C suivi d'un refroidissement rapide,
- Du même traitement suivi d'un maintien d'une heure à 925 °C suivi d'un refroidissement à l'air
- Du même traitement suivi avec prolongement de 5h à 925 °C suivi d'un refroidissement à l'air.

Pour accomplir ce travail nous avons réalisé les travaux suivants :

- Etude métallographique des 4 matériaux au microscope optique à l'issue d'une attaque chimique à l'eau régale et une attaque électrolytique en solution HNO_3 69% dans le but de déterminer les changements au niveau métallographique après soudage et traitements thermiques, ainsi que la mesure des tailles de grains.
- Etude électrochimique en déterminant les potentiels d'abandon, les courbes de polarisation de l'acier inoxydable 316 L dans un milieu acide chloruré, dans le but de déterminer les effets des différents traitements thermiques sur les caractéristiques électrochimiques : courant de corrosion, potentiel de corrosion, potentiel d'abandon et vitesse de corrosion.

A l'issue des travaux réalisés, nous avons tiré les conclusions suivantes :

- Il y a amincissement des joints de grains après traitement d'homogénéisation et épaississement de ces derniers après maintien à 925 °C.
- Les résultats électrochimiques montrent qu'il y a une éventuelle dissolution des carbures M_{23}C_6 et leur remplacement par les carbures MC lors du maintien à haute température, ainsi que la diminution des défauts au niveau de la zone fondue, ce qui améliore la résistance à la corrosion de l'acier inoxydable austénitique 316L soudé dans un milieu acide chloruré.

En conclusion, l'acier inoxydable austénitique 316L soudé une très faible résistance à la corrosion dans un milieu acide chloruré, mais cette résistance s'améliore après les traitements thermiques cités précédemment.

Perspectives :

Dans le but de compléter le travail effectué, nous proposons d'aborder les travaux suivants :

- Prolonger le temps de maintien à 925 °C jusqu'à 10h sous vide.
- Etudier le comportement électrochimique de chaque zone à part et déterminer l'influence du soudage sur les caractéristiques électrochimiques.
- Etude approfondie au MEB et au DRX des carbures et des précipités formés dans les joints de grains à différent temps de maintien.

Bibliographie :

- [1] M. C. e. coll, Matériaux Métallique, Paris: Dunod, 2008.
- [2] I. R. D. a. co, Metals Handbook, ASM International, 1998.
- [3] J. P. Jonathan Beddoes, Introduction to stainless steels, Les Etats Unis d'Amérique: ASM INTERNATIONAL, 2003.
- [4] M. Durand-Charre, La microstructure des aciers et des fontes : Genèse et interprétation, Paris: EDP Science, 2012.
- [5] L. GUILLET, Précis de métallographie, Paris: MASSON ET Cie, 1958.
- [6] D. L. &. R. MUDD, Steels Metallurgy & applications.
- [7] D. Michel, Aide-mémoire science des matériaux, Paris: DUNOD, 2013.
- [8] The professional's Advisor on: Welding of Stainless Steels, American Welding Society , 1999.
- [9] G. Murry, Aide-mémoire Métallurgie 2e édition, Paris, 2010.
- [10] F.DELATTRE, Le soudage des aciers inoxydables, Paris: DUNOD, 1965.
- [11] W. Klas, Aide-mémoire procédé de soudage, Paris: Dunod, 2005.
- [12] V. R, Soudage: éléments de conception et de réalisation, Paris: Dunod, 1982.
- [13] R. Cazes, Procédés de soudages: principe généraux et critères de choix, Technique de l'ingénieur B7700, 2006.
- [14] L. Mendel, Manuel pratique de soudage à l'arc, Paris: Dunod, 1975.
- [15] P.JEONG, «Ultrasonic Characterization of Centrifugally Cast Stainless Steel,» Plac Alto: Electric Power Research Institute, California , 1987.
- [16] K.RAJASEKHAR, Microstructural evolution during solidification of austenitic stainless steel weld metals : a color metallographic and electron microprobe analysis study, 1997.
- [17] H.SASSOULAS, Techniques de l'ingénieur - Matériaux métalliques traités, traitements thermiques des aciers inoxydables, M1160., 2000.
- [18] P.-J. CUNAT, Technique de l'ingénieur - Aciers inoxydables, Fabrication. M4543, 2001.
- [19] D.LANDOLT, Traité des matériaux vol 12: Corrosion et chimies des surfaces des métaux, 1971.

- [20] P.LACOMBE, Les applications du concept électrochimique au remède contre la corrosion, introduction à l'étude de la corrosion métallique dans l'industrie pétrolière et chimique., 1952.

